

4. Procedimentos Experimentais – Materiais e métodos

Os solventes e reagentes comerciais foram purificados de acordo com a literatura.¹¹⁵ As soluções orgânicas foram evaporadas em um rotaevaporador de marca Büchi, modelo R-205, com banho para aquecimento também da marca Büchi, modelo B-490, operando a pressão reduzida.

Purificações em coluna cromatográfica foram realizadas utilizando-se sílica gel 60, 230-400 *mesh* (para coluna “*flash*”) ou sílica gel 230-80 *mesh*.

As análises cromatográficas foram obtidas por injeção em dois cromatógrafos, SHIMADZU 2010, equipado com coluna capilar, marca J & W Scientific, modelo DB-5 (30m; 0,25mm; 0,25 μ m) e β -ciclodextrina de 30 m x 0,2 mm e 0,22 μ m (BETA DEX™120), respectivamente. Detector de ionização de chama, utilizando-se H₂ como gás de arraste.

Os espectros de RMN ¹H e de RMN ¹³C foram registrados em espectrômetros, marca Bruker, modelo AC-200; marca Varian, modelo INOVA 300; e marca Bruker, modelo DRX-500, todos operando com transformada de Fourier, pertencentes ao laboratório de RMN da Central Analítica do Instituto de Química da USP, São Paulo.

Os espectros de RMN de ¹H foram obtidos em CDCl₃, utilizando-se tetrametilsilano (TMS) como padrão interno. Nos espectros de RMN de ¹³C, o pico referente aos sinais do CDCl₃ foi ajustado para 77,0 ppm. Os deslocamentos químicos (δ) são expressos em partes por milhão (ppm) e as constantes de acoplamento (J) em Hertz (Hz). As multiplicidades são representadas utilizando-se as seguintes abreviaturas: s (singleto), d (dubleto), t (tripleto), q (quarteto), qt (quinteto), sext (sexteto), hept (hepteto), oct (octeto), m (multipletto), slargo (singleto largo) dd (duplo dubleto), dt (duplo tripleto), dq (duplo quarteto), tap (tripleto aparente), quintap (quinteto aparente), quintap d (quinteto aparente de dubletos), dtd (dubleto de triplo dubleto), td (triplo dubleto), qd (quarteto de dubletos), d_{ap} (dubleto aparente).

Os espectros obtidos na região do infravermelho (IV), na forma de filme líquido, utilizando-se pastilhas de KBr, foram registrados em um espectrômetro da marca Bomem, modelo MB-100, operando com transformada de Fourier, com resolução de

¹¹⁵ Perrin, D. D.; Amarego, W.L.F. *Purification of Laboratory Chemicals*; Pergamon Press: London, 1980.

4cm⁻¹, no laboratório de RMN e I.V. da Central Analítica do Instituto de Química da USP, São Paulo.

Os espectros de massas (MS) foram obtidos por injeção em um cromatógrafo gasoso acoplado a um espectrômetro de massas (CG/MS), marca Shimadzu, modelo CG-17A/QP5050A.

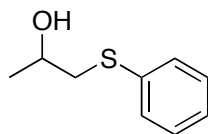
A cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) foi efetuada em equipamento Shimadzu, LC-10AD, equipado com auto injetor e detector de UV com comprimento de onda variável (lâmpada de deutério 190-600 nm). Empregou-se a coluna quiral: Chiralcel® AS-H (0.46 cm⁻¹ x 25 cm Daicel Chemical Ind.) e utilizou-se como eluente *i*-PrOH e hexano (10% de *isopropanol*), solventes estes com grau CLAE.

Massa de alta resolução foi realizado em instrumento da Bruker Daltonics MicroTOF.

4.1. Procedimento geral: β -hidróxi-calcogenetos

Em um balão de duas bocas equipado com septo, com agitação magnética e sob nitrogênio, 0,395 g (5 mmol) de calcogênio elementar foram suspensos em 20 mL de THF seco; adicionaram-se, lentamente, 5 mmol de *PhMgBr*. Em seguida, foram adicionados 5 mmol do óxido de propileno. A agitação foi mantida por 4 horas. Ao final deste período, a mistura reacional foi transferida para um funil de extração contendo solução saturada de cloreto de amônio, e foi extraída com (3 X 15 mL) acetato de etila. A fase orgânica foi lavada com uma solução saturada de cloreto de sódio, secada com sulfato de magnésio e o solvente foi eliminado em evaporador rotatório. O produto bruto obtido foi pré-purificado em uma coluna cromatográfica utilizando primeiramente apenas hexano e depois apenas acetato de etila como eluentes. As fases de acetato de etila foram então evaporadas e purificadas por cromatografia em coluna, usando uma solução hexano/acetato de etila (85:15) como eluente.

4.1.1. 1-(fenilsulfanil)propan-2-ol (1.1):

C₉H₁₂OS

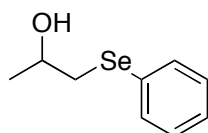
P.M. 168,25 mol/g

Rendimento 0,715g (85 %)

Óleo amarelo

¹H RMN: (500 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,26 (d, *J* = 6,0 Hz, 3H); 2,84 (dd, *J* = 14,0 Hz e 8,5 Hz 1H); 3,11 (dd, *J* = 14,0 Hz e 4 Hz, 1H); 3,85 (m, 1H); 7,21 (m, 1H); 7,29 (m, 2H); 7,38 (m, 2H). **¹³C RMN: (125 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 21,9; 43,4; 65,6; 126,5; 129,0; 130,0; 135,3.

4.1.2. 1-(fenilselanil)propan-2-ol (1.3):

C₉H₁₂OSe

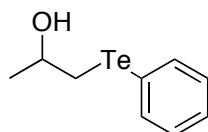
P.M. 215,15 mol/g

Rendimento 0,957g (89 %)

Óleo amarelo

¹H RMN: (300 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,27 (d, *J* = 6,0 Hz, 3H); 2,46 (s, 1H); 2,87 (dd, *J* = 12,7 Hz e 8,3 Hz, 1H); 3,09 (dd, *J* = 12,7 Hz e 4,0 Hz, 1H); 3,86 (m, 1H); 7,23-7,28 (m, 3H); 7,49-7,55 (m, 2H). **¹³C RMN: (75 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 22,4; 38,5; 66,1; 127,3; 129,2; 129,3; 133,0. **⁷⁷Se RMN: (95 MHz, CDCl₃, ppm) δ** referência 463,0; amostra 240,8.

4.1.3. 1-(feniltelanil)propan-2-ol (1.5):

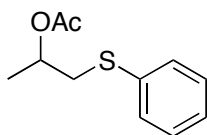
C₉H₁₂OTe

P.M. 263,79 mol/g

Rendimento 1,068g (81 %)

Óleo amarelo

¹H RMN: (300 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,30 (d, *J* = 6,1 Hz, 3H); 2,16 (s, 1H); 2,96 (dd, *J* = 12,0 Hz e 8,0 Hz, 1H); 3,14 (dd, *J* = 12,0 Hz e 4,5 Hz, 1H); 3,92 (m, 1H); 7,16-7,31 (m, 1H); 7,72-7,76 (m, 2H). **¹³C RMN: (75 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 21,4; 23,7; 67,4; 111,2; 127,7; 129,2; 138,4. **¹²⁵Te RMN: (157 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 367,1.

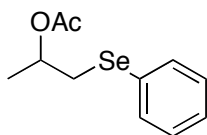
4.1.4. acetato de 1-(fenilsulfanil)propan-2-ila (**1.2**):C₁₁H₁₄O₂S

P.M. 210,29 mol/g

Rendimento 96%

Óleo amarelo

¹H RMN: (500 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,31 (d, *J* = 6,3 Hz, 3H); 1,94 (s, 3H); 2,96 (dd, *J* = 14 Hz e 6,1 Hz, 1H); 3,1985 (dd, *J* = 14 Hz e 6,1 Hz 1H); 5,03 (sext, *J* = 6,1 Hz, 1H); 7,16 (m, 1H); 7,26 (m, 2H); 7,36 (m, 2H). **¹³C RMN: (125 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 19,1; 21,0; 39,1; 69,7; 126,3; 128,9; 129,7; 135,8; 170,3.

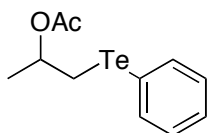
4.1.5. acetato de 1-(fenilselanil)propan-2-ila (**1.4**):C₁₁H₁₄O₂Se

P.M. 257,18 mol/g

Rendimento 91 %

Óleo amarelo

¹H RMN: (500 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,24 (d, *J* = 6,5 Hz, 3H); 1,94 (s, 3H); 3,00 (dd, *J* = 12,8 Hz e 6,2 Hz, 1H); 3,10 (dd, *J* = 12,8 Hz e 6,2 Hz 1H); 5,07 (sext, *J* = 6,2 Hz 1H); 7,21-7,30 (m, 3H); 7,50-7,54 (m, 2H). **¹³C RMN: (125 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 19,8; 21,0; 33,0; 70,2; 127,1; 129,4; 132,8; 170,4. **⁷⁷Se RMN: (95 MHz, CDCl₃, ppm) δ** referência 463,0; amostra 264,2.

4.1.6. acetato de 1-(feniltelanil)propan-2-ila (**1.6**):C₁₁H₁₄O₂Te

P.M. 305,82 mol/g

Rendimento 84%

Óleo amarelo

¹H RMN: (300 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,33 (d, *J* = 6,3 Hz, 3H); 1,94 (s, 3H); 3,08 (d, *J* = 6,3 Hz, 3H); 5,08 (sext, *J* = 6,3 Hz 1H); 7,16-7,30 (m, 3H); 7,73-7,77 (m, 2H). **¹³C RMN: (75 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 14,8; 21,1; 71,4; 111,5; 127,8; 129,2; 138,5; 170,3. **¹²⁵Te RMN: (157 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 440,5.

4.2. Resolução cinética enzimática em CO₂-sc condição otimizada

No reator Thar de 150 mL foi adicionado 1mmol do hidróxi-calcogeneto, e 100 mg de CALB contida em uma tela de aço, que foi fixada à haste do agitador mecânico. Estabilizou-se a temperatura em 37°C e a pressão em 231,7 bar e, logo em seguida, adicionou 1 mL de acetato de vinila. A reação permaneceu em agitação por 163 min. O produto foi extraído apenas com CO₂ supercrítico, não necessitando de solvente orgânico.

4.3. Procedimento geral: Obtenção dos teluretos vinílicos

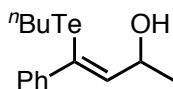
A uma suspensão de telúrio elementar (0,96 g; 7,5 mmol) em THF (15 mL), sob nitrogênio, foi adicionado, lentamente, n-BuLi (7 mmol; 5,25 mL de 1,4 mol.L⁻¹ solução em hexano) a 0 °C, formando-se uma solução amarela clara de butilteluroolato de lítio. Após 5 min, a alquinona apropriada (7 mmol) foi adicionada (na forma de solução em etanol desoxigenado; 2 mL), sendo a reação acompanhada por CCD. Após 30 min, a mistura reacional foi diluída com hexano (30 mL) e lavada com água (20 mL), depois lavada com solução saturada de NaCl (20 mL) e secada com sulfato de magnésio. Os solventes foram removidos em evaporador rotatório e o resíduo foi purificado em coluna cromatográfica de sílica gel, utilizando-se como eluente uma mistura hexano / acetato de etila (20:1).

4.4.1 Redução dos teluretos vinílicos

A uma solução da cetona apropriada (1 mmol), em metanol (2,5 mL), foi adicionada uma solução de NaBH₄ em etanol, via de um funil de adição (em geral, 2 eq. foram necessários; 2 mL de uma solução 1 mol.L⁻¹ em etanol; 2 mmol). A reação foi monitorada por CCD. Após todo o consumo do material de partida, a mistura reacional foi diluída com uma mistura de hexano / acetato de etila (1:1; 15 mL) e lavada com

água (30 mL) e depois com solução saturada de NaCl (20 mL) e secada com sulfato de magnésio. Os solventes foram removidos em evaporador rotatório e o resíduo purificado em coluna cromatográfica de sílica gel, utilizando-se como eluente uma mistura hexano / acetato de etila (5:1).

4.4.1.1. 4-(butiltelanyl)-4-fenilbut-3-en-2-ol (1.10)



$C_{14}H_{20}OTe$

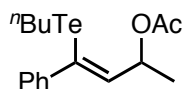
P.M. 331,90 mol/g

Rendimento 2,276g (98%)

Óleo laranjado

RMN 1H (300 MHz, $CDCl_3$) d (ppm): 0,91 (*t*, $J = 7,5$ Hz, 6H); 1,40 (*sext*, $J = 7,4$ Hz, 4H); 1,59 (*s*, 3H); 1,71-1,79 (*m*, 3H); 2,30 (*d*, $J = 1,5$ Hz, 3H); 2,71-2,82 (*m*, 3H); 5,42 (*d*, $J = 8,0$ Hz 1H); 5,90 (*dd*, $J = 6,5$ Hz, $J = 1,5$ Hz, 1H); 7,25-7,41 (*m*, 5H). **RMN ^{13}C** (75 MHz, $CDCl_3$) d (ppm): 5,2; 13,4; 25,1; 29,3; 34,4; 116,4; 126,1; 127,6; 128,4; 128,6; 138,7; 143,1. **RMN ^{125}Te** (157 MHz, $CDCl_3$, 298 K, Ph_2Te_2) d (ppm): 355,3. **EMAR-ESI** de $C_{14}H_{20}OTeNa$: 357,0474; Obtido: $C_{14}H_{20}OTe + Na^+$: 357,0475.

4.4.1.2. Acetato de (Z)-4-(butiltelanyl)-4-fenilbut-3-en-2-ila (1.14)



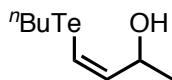
$C_{16}H_{22}O_2Te$

P.M. 373,94 mol/g

Rendimento 2,308g (90%)

Óleo laranjado

RMN 1H (300 MHz): 0,74 (*t*, $J = 7,5$ Hz, 3H); 1,19 (*m*; 2H); 1,37 (*d*, $J = 6,4$ Hz, 3H); 1,51 (*qt*, $J = 7,5$ Hz, 2H); 2,05 (*s*, 3H) 2,31 (*t_{ap}*, $J = 7,5$ Hz, 2H); 5,60-5,69 (*m*, 1H); 5,89 (*d*, $J = 7,9$ Hz, 1H); 7,20-7,43 (*m*, 5H); **RMN ^{13}C (75 MHz)**: δ (ppm) 170,17; 142,86; 138,39; 128,70; 128,12; 128,03; 127,35; 124,35; 75,03; 33,69; 24,75; 21,28; 20,42; 13,18; 8,02. **RMN ^{125}Te** (157,79 MHz/295,3 K): δ 375,4. **I.V (filme KBr) (cm^{-1})**: 2.958; 2.928; 1457; 1.740; 1.369; 1.238; 1.047. **EMAR-ESI** de $C_{16}H_{22}O_2TeNa$: 399,0580; Obtido: $C_{16}H_{22}O_2Te + Na^+$: 399,0582.

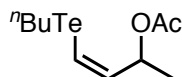
4.4.1.3. 4-(butiltelanyl)-but-3-en-2-ol (**1.7**)C₈H₁₆O_{Te}

P.M. 255,81 mol/g

Rendimento 1,665g (98%)

Óleo laranja

RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) d (ppm): 0,92 (*t*, *J* = 7,2 Hz, 3H); 1,27 (*d*, *J* = 6,3 Hz, 3H); 1,39 (*sext*, *J* = 7,2 Hz, 2H); 1,78 (*qt*, *J* = 7,2 Hz, 2H); 1,94 (*s*, 1H); 2,65 (*t*, *J* = 7,2 Hz, 2H); 4,34 (*qt*, *J* = 6,6 Hz, 1H); 6,28 (*dd*, *J* = 6,6 Hz, *J* = 9,9 Hz, 1H); 6,70 (*dd*, *J* = 1,2 Hz, *J* = 9,9 Hz, 1H); **RMN ¹³C** (75 MHz, CDCl₃) d (ppm): 7,2; 13,3; 22,4; 24,9; 34,0; 70,5; 103,4; 141,8. **RMN ¹²⁵Te** (157 MHz, CDCl₃, 298 K, Ph₂Te₂) d (ppm): 280,9 **EMAR-ESI** de C₈H₁₈O_{Te}: 283,0318; Obtido: C₈H₁₈O_{Te} + Na⁺: 283,0319.

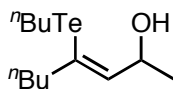
4.4.1.4. Acetato de (Z)-4-(butiltelanyl)-but-3-en-2-ila (**1.11**)C₁₀H₁₈O₂Te

P.M. 297,84 mol/g

Rendimento 1,822g (94%)

Óleo laranja

RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) d (ppm): 0,92 (*t*, *J* = 7,5 Hz, 3H); 1,30 (*d*, *J* = 6,3 Hz, 3H); 1,39 (*sext*, *J* = 7,5 Hz, 2H); 1,78 (*qt*, *J* = 7,5 Hz, 2H); 2,06 (*s*, 3H); 2,67 (*t*, *J* = 7,5 Hz, 2H); 5,25-5,37 (*m*, 1H); 6,25 (*dd*, *J* = 9,9 Hz, *J* = 7,2 Hz, 1H); 6,83 (*d*, *J* = 9,9 Hz, 1H). **RMN ¹³C** (75 MHz, CDCl₃) d (ppm): 7,2; 13,4; 19,6; 21,2; 24,9; 34,0; 72,9; 105,6; 138,0; 170,1. **RMN ¹²⁵Te** (157 MHz, CDCl₃, 298 K, Ph₂Te₂) d (ppm): **EMAR-ESI** de C₈H₁₈O_{Te}: 283,0318; Obtido: C₈H₁₈O_{Te} + Na⁺: 283,0319.

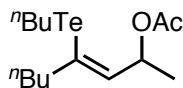
4.4.1.5. 4-(butiltelanyl)-oct-3-en-2-ol (**1.8**)C₁₂H₂₄OTe

P.M. 311,91 mol/g

Rendimento 1,834g (84%)

Óleo laranjado

RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) d (ppm): 0,91 (*t*, *J* = 7,2 Hz, 6H); 1,25 (*d*, *J* = 6,3 Hz, 3H); 1,28-1,40 (*m*, 4H); 1,48 (*qt*, *J* = 7,2 Hz, 2H); 1,72 (*qt*, *J* = 7,5 Hz, 2H); 1,85 (*d*_{alargado}, *J* = 3,0 Hz, 1H); 2,32 (*t*, *J* = 7,2 Hz, 2H); 2,68 (*dt*, *J* = 7,7 Hz, *J* = 3,9 Hz, 2H); 4,53-4,58 (*m*, 1H); 5,70 (*d*, *J* = 7,7 Hz, 1H). **RMN ¹³C** (75 MHz, CDCl₃) d (ppm): 5,3; 13,4; 13,9; 21,8; 23,0; 25,1; 31,9; 34,2; 41,5; 71,7; 121,5; 140,5. **RMN ¹²⁵Te** (157 MHz, CDCl₃, 298 K, Ph₂Te₂) d (ppm): 265,8 **EMAR-ESI** de C₁₂H₂₄OTeNa: 337,0787; Obtido: C₁₂H₂₄OTe + Na⁺: 337,0782.

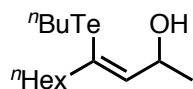
4.4.1.6. Acetato de (Z)-4-(butiltelanyl)-oct-3-en-2-ila (**1.12**)C₁₄H₂₆O₂Te

P.M. 353,95 mol/g

Rendimento g (%)

Óleo laranjado

RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) d (ppm): 0,90 (*t*, *J* = 7,3 Hz, 3H); 0,91 (*t*, *J* = 7,3 Hz, 3H); 1,28 (*d*, *J* = 6,3 Hz, 3H); 1,32-1,42 (*m*, 4H); 1,44-1,57 (*m*, 2H); 1,72 (*qt*, *J* = 7,6 Hz, 2H); 2,01 (*s*, 3H); 2,34 (*t*, *J* = 7,4 Hz, 2H); 2,69 (*t*, *J* = 7,7 Hz, 2H); 5,33-5,60 (*m*, 1H); 5,67 (*d*_{ap}, *J* = 8,0 Hz, 1H). **RMN ¹³C** (75 MHz, CDCl₃) d (ppm): 5,3; 13,4; 13,9; 20,6; 21,3; 21,8; 25,1; 31,9; 34,2; 41,7; 75,2; 123,6; 136,4; 170,1. **RMN ¹²⁵Te** (157 MHz, CDCl₃, 298 K, Ph₂Te₂) d (ppm): 279,4. **I.V (filme KBr) (cm⁻¹)**: 2959; 2929; 2871; 1739; 1369; 1239; 1044. **EMAR-ESI** de C₁₄H₂₆O₂TeNa: 379,0893; Obtido: C₁₄H₂₆O₂Te + Na⁺: 379,0882.

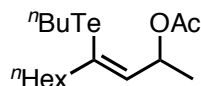
4.4.1.7. 4-(butiltelanyl)-dec-3-en-2-ol (**1.9**)C₁₄H₂₈O₂Te

P.M. 339,97 mol/g

Rendimento 2,118g (89%)

Óleo laranjado

RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) d (ppm): 0,87-0,94 (*m*, 6H); 1,25-1,32 (*m*, 9H); 1,39 (*qt*, *J* = 7,5 Hz, 2H); 1,67-1,77 (*m*, 2H); 2,32 (*t*, *J* = 7,5 Hz, 2H); 2,68 (*dt*, *J* = 7,4 Hz, *J* = 4,5 Hz, 2H); 4,56 (*qt*, *J* = 6,4 Hz, 1H); 5,69 (*d*, *J* = 7,7 Hz, 1H); **RMN ¹³C** (75 MHz, CDCl₃) d (ppm): 5,4; 13,4; 14,1; 22,6; 23,1; 25,1; 28,5; 29,8; 31,7; 34,3; 41,9; 71,8; 121,9; 140,4. **RMN ¹²⁵Te** (157 MHz, CDCl₃, 298 K, Ph₂Te₂) d (ppm): 265,8 **I.V (filme KBr) banda de absorção (cm⁻¹):** 3320; 2958; 2926; 2855; 1461; 1056. **EMAR-ESI** de C₁₄H₂₈O₂TeNa: 365,1100; Obtido: C₁₄H₂₈O₂Te + Na⁺: 365,1092.

4.4.1.8. Acetato de (Z)-4-(butiltelanyl)-dec-3-en-2-ila (**1.13**)C₁₆H₃₀O₂Te

P.M. 382,00 mol/g

Rendimento 2,269g (95%)

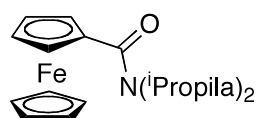
Óleo laranjado

RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) d (ppm): 0,86-0,93 (*m*, 6H); 1,27-1,29 (*m*, 10H); 1,31-1,41 (*m*, 2H); 1,50-1,54 (*m*, 2H); 1,72 (*qt*, *J* = 7,6 Hz, 2H); 2,01 (*s*, 3H); 2,32 (*t*_{alargado}, *J* = 6,4 Hz, 2H); 2,68 (*t*, *J* = 7,6 Hz, 2H); 5,33-5,60 (*m*, 1H); 5,67 (*d*_{ap}, *J* = 8,0 Hz, 1H). **RMN ¹³C** (75 MHz, CDCl₃) d (ppm): 5,3; 13,3; 14,0; 20,5; 21,3; 22,6; 25,0; 28,3; 29,7; 31,6; 34,2; 41,9; 75,2; 123,6; 136,3; 170,0. **RMN ¹²⁵Te** (157 MHz, CDCl₃, 298 K, Ph₂Te₂) d (ppm): 281,6. **EMAR-ESI** de C₁₆H₃₀O₂TeNa: 407,1206; Obtido: C₁₆H₃₀O₂Te + Na⁺: 407,1205.

4.5. Procedimento geral: Determinação em RMN

Em um tubo de RMN foram adicionados 50 mg do telureto vinílico apropriado e 0,5 mL de solvente deuterado. À solução resultante foi adicionado 20 equivalentes do agente de solvatação quiral apropriado e a referência interna de ditelureto de difenila.

4.6. Preparação da *N,N*-diisopropilferrocenocarboxiamida (2.6)



Rendimento 55%

C₁₇H₂₃NOFe

P.M. 313,04

Sólido laranja

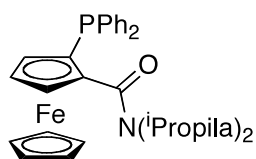
P.f. 89 – 91°C

Dissolveu-se o ácido ferrocenocarboxílico (60 mmol, 13,82 g) em tolueno (50mL) e adicionou-se, lentamente, o cloreto de oxalila (75 mmol, 9,52 g) e a dimetilformamida (20 mmol, 2,32 g), formando-se uma solução com coloração castanha. Agitou-se por 3 h. a t.a. Em seguida, removeu-se o solvente e o excesso de cloreto de oxalila em um evaporador rotatório operando a pressão reduzida.

Dissolveu-se o sólido obtido com éter etílico seco e resfriou-se a solução formada a 0°C, sob atmosfera de nitrogênio. Adicionou-se lentamente, a diisopropilamina (75 mmol, 7,57 g) e agitou-se a mistura reacional por uma noite. Em seguida, tratou-se com solução saturada de NH₄Cl. Lavou-se a fase orgânica com solução saturada de NaCl e separou-se a fase orgânica, secando-a com MgSO₄ anidro. Evaporou-se o solvente em um evaporador rotatório.

O composto foi purificado por cromatografia de sílica gel, usando hexano/acetato de etila (9:1) como eluente. Evaporou-se o solvente e recristalizou-se o sólido obtido com hexano. Rendimento: 10,5g (55%)

4.7. Preparação da *N,N*-diisopropil 2-(difenilfosfina) ferroceno carboxiamida (2.20)



Rendimento 80%

C₂₉H₃₂NO₂PFe

P.M. 497

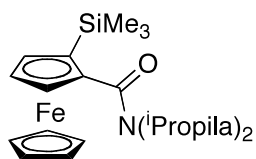
Sólido laranja

P.f. 175 – 179°C

A solução de **2.6** (332mg, 1,06 mmol), em éter etílico (5 mL), foi adicionada a uma mistura de ⁿBuLi (1,49 mL, 2,33 mmol e uma solução de 1,57M) e TMEDA (0,10 g, 2,33 mmol) em éter etílico (10 mL). Depois da adição da cloro difenilfosfina (0,57 mL, 3,18 mmol), a mistura foi submetida a *work up*, sendo tratada com 100 mL de cloreto de amônio e efetuou-se a separação das fases em funil de separação. A seguir, lavou-se a fase orgânica com (2x 50 mL) de uma solução de cloreto de sódio e secou-se a fase orgânica utilizando sulfato de magnésio anidro. A fase orgânica foi filtrada e levada ao evaporador rotatório, obtendo-se um líquido escuro e viscoso, que foi purificado utilizando-se coluna cromatográfica de sílica gel e (5:1) hexano:acetato como eluente. O rendimento isolado obtido foi de 0,421g (80%).

¹H RMN (200 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,02 (m, 12H), 3,22 (m, 1), 3,83 (dd, J = 1,0 Hz e J = não resolvido, 1H), 3,86 (m, 1H), 4,22 (s, 5H), 4,25 (dd, J = 2,4 Hz, e J = não resolvido, 1H), 4,45 (dd, J = 1,1 Hz, J = não resolvido, 1H), 7,29 (m, 8H), 7,55 (m, 2H). **¹³C RMN (50 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 20,3; 20,8; 68,0; 68,7; 70,9; 79,6; 79,8; 90,8; 91,2; 127,8; 127,9; 128,5; 132,8; 133,1; 134,5; 138,1; 138,4; 139,5; 139,7; 166,9.

4.8. Preparação da *N,N*-Diisopropil 2(trimetilsilil) ferroceno carboxiamida (2.21)



Rendimento 75%

C₂₀H₃₂NO₂SiFe

P.M. 417,0

Sólido laranja

P.f. 100 – 105°C

À solução de **2.6** (313 mg, 1mmol), em éter etílico (2 mL), foi adicionada uma mistura de ⁿBuLi (0,73 mL, 1,20 mmol e uma solução em hexano 1,65M) e TMEDA (0,27 mL, 1,20 mmol) em éter etílico (10 mL). Depois da adição do TMSCl (0,25 mL, 1,97 mmol), a mistura foi submetida a *work up*, sendo tratado com 100 mL de cloreto de amônio e efetuou a separação das fases em funil de separação. A seguir, lavou-se a fase orgânica com (2x 50 mL) de uma solução de cloreto de sódio e secou-se a fase orgânica utilizando sulfato de magnésio anidro. A fase orgânica foi filtrada e levada ao evaporador rotatório, obtendo-se um líquido escuro e viscoso, que foi purificado utilizando coluna cromatográfica de sílica gel e (9:1) hexano:éter etílico como eluente. O rendimento isolado obtido foi de 0,288g (75%).

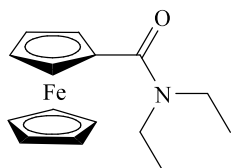
¹H RMN (200 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,25 (s, 9H), 0,90-1,50 (m, 12H), 3,20-3,65 (m, 2H), 4,11 (dd, J = 2,2 Hz, 1,1 Hz, 1H). **¹³C RMN (50 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 0,5; 20,4; 20,7; 45,0; 49,0; 69,3; 70,2; 70,3; 72,7; 73,6; 89,9; 167,9.

4.9. Preparação da dietilamida-ferroceno (**2.18**) [CAS: 126757-23-1]

Um balão de uma boca, de volume 250 mL, equipado com agitação magnética e septo de borracha, foi mantido sob atmosfera positiva de N₂. Neste balão, adicionaram-se 2g (8,7 mmols) de ácido carbóxi-ferroceno e 20 mL de diclorometano. Em seguida, foram adicionados 0,74 mL (8,7 mmols) de cloreto de oxalila e duas gotas de dimetilformamida. A reação ocorreu à temperatura ambiente e a solução tornou-se escura liberando bastante cloreto de hidrogênio. A reação permaneceu em agitação por 30 minutos e, em seguida, levou-se o balão ao evaporador rotatório para a retirada do excesso de cloreto de oxalila. Novamente ao balão foram adicionados 20 mL de diclorometano e 0,90 mL (8,7 mmols) da dietil amina foram adicionados lentamente. A reação ficou sob agitação durante uma noite.

O meio reacional foi tratado com 100 mL de cloreto de amônio e efetuada separação das fases em funil de separação. A seguir, lavou-se a fase orgânica com (2x 50 mL) de uma solução de cloreto de sódio e secou-se a fase orgânica utilizando sulfato de magnésio anidro. A fase orgânica foi filtrada e levada ao evaporador rotatório, obtendo-se um líquido escuro e viscoso, que foi purificado utilizando coluna

cromatográfica de sílica gel e (4:1) hexano:acetato como eluente. O rendimento isolado obtido foi de 1,486g (60%).



Rendimento 60%

$C_{15}H_{19}NOFe$

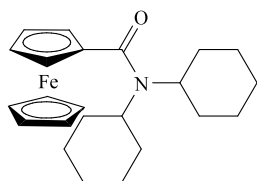
P.M. 284,85

Óleo castanho escuro

1H RMN: (300 MHz, $CDCl_3$, ppm) δ 1,22 (s, 6H); 3,51 (slargo, 4H); 4,23 (slargo, 7H); 4,63 (slargo, 2H). **^{13}C RMN: (75 MHz, $CDCl_3$, ppm) δ 12,9 e 14,7; 40,9 e 42,4; 69,2; 69,7; 70,2; 78,8; 169,6.**

4.10. Preparação da diciclohexilamida-ferroceno (2.16) [CAS 331651-71-9]

O procedimento empregado foi o mesmo do item 4.3.1, apenas utilizou 1,77 mL (8,7 mmols) da diciclohexil amina. Rendimento isolado obtido foi de 2,393 (70%).



Rendimento 70%

$C_{23}H_{31}NOFe$

P.M. 393,00

Sólido laranjado

1H RMN: (300 MHz, $CDCl_3$, ppm) δ 0,86-3,29 (m, 22H); 3,90-4,90 (m, 9H). **^{13}C RMN: (75 MHz, $CDCl_3$, ppm) δ 25,2; 25,7; 26,4; 30,3; 31,7; 56,6; 57,9; 68,8; 69,5; 69,8; 80,5; 169,4.**

4.11. Preparação da 2-organoílteluro-*N,N*-dialquilferroceno carboxiamida (Racêmico)

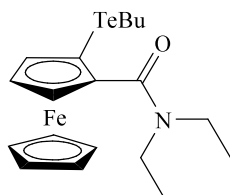
4.11.1. Preparação da 2-*n*-butilteluro-*N,N*-dietilferroceno carboxiamida (2.19)

Em um balão de uma boca, de volume 250 mL, equipado com agitação magnética e septo de borracha sob pressão positiva de N_2 , a uma temperatura de $-78^\circ C$, fez-se a adição de 100 mL de tetraidrofurano e 0,26 mL (2,26 mmol) de

tetrametiletenodiamina. Após 10 minutos, adicionou-se 1,58 mL (2,26 mmol)-(1,43 mol/L) de *n*-BuLi, deixando a solução sob agitação por 1 hora.

Em um balão de 50 mL, equipado com agitação magnética e pressão positiva de N₂, foram adicionados 20 mL de tetraidrofurano e 0,42 g de *n*-dibutilditelureto a 0°C. Uma solução de bromo, em tolueno, (0,113 mol/L (1,13mmol) foi adicionada ao balão contendo o dibutilditelureto. A agitação foi mantida por 15 minutos para a formação do brometo de telurenila. O brometo de telurenila foi transferido por cânula à solução da dietilamida-ferroceno monolitiada, mantendo-se a agitação por 20 minutos a -78°C e por mais 20 minutos à temperatura ambiente.

Fez-se o *work up* com adição de solução saturada de cloreto de amônio à solução e extraiu com 3x20 mL de acetato de etila. As fases orgânicas foram secadas com sulfato de magnésio e levadas ao evaporador rotatório, obtendo-se um óleo escuro que foi submetido a purificação em sílica gel, com rendimento isolado de 0,658g (62%).



Rendimento 62%

C₁₉H₂₈NOFeTe

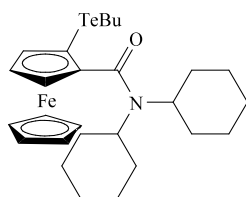
P.M. 469,60

Óleo castanho escuro

¹H RMN: (300 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,91 (t, *J* = 7,5 Hz, 3H); 1,16 (m, 6H); 1,39 (sext, *J* = 7,5 Hz, 2H); 1,63 (s, 2H); 1,76 (quint, *J* = 7,5 Hz, 2H); 2,67 (t, *J* = 7,5 Hz, 2H); 3,37 (quint, *J* = 7,5 Hz, 3H); 4,21 (s, 5H); 4,33 (t, *J* = 2 Hz, 1H); 4,44 (ddd, *J* = 1,5, 2,5 e 7,5 Hz, 2H). **¹³C RMN: (75 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 6,7; 13,5; 15,5; 25,6; 34,0; 40,2; 42,8; 52,2; 68,5; 70,5; 71,6; 75,2; 85,5; 169,3. **¹²⁵Te RMN: (157 MHz, CDCl₃, ppm) δ** referencia 420 e amostra 322,7. **EMAR-ESI** teórico Na⁺ 494,0402 e experimental 494,0408

4.11.2. Preparação da 2-*n*-butilteluro-*N,N*-diciclohexilferroceno caboxiamida(2.17)

A preparação do composto 25 foi realizada seguindo o procedimento descrito no item 4.4.1, utilizando-se 1,03 g (2,6 mmol) da amina correspondente. Rendimento obtido de 0,674g (45%).



$$\text{C}_{27}\text{H}_{39}\text{NOFeTe}$$

$$\text{P.M. } 576,6$$

Óleo castanho escuro viscoso

Rendimento 45%

^1H RMN: (300 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 0,91 (t, $J = 7,0$ Hz, 3H); 1,00-1,33 (m, 8H); 1,34-1,44 (m, 3H); 1,47-1,69 (m, 8H); 1,70-1,87 (m, 7H); 2,68 (t, $J = 7,0$ Hz, 2H); 4,22 (s, 5H); 4,28 ($t_{\text{aparente}} J = 2,5$ Hz, 1H); 4,31 ($dd_{\text{aparente}} J = 1,0$ e $2,5$ Hz, 1H); 4,41 ($dd_{\text{aparente}} J = 1,0$ e $2,5$ Hz, 1H). **^{13}C RMN: (75 MHz, CDCl_3 , ppm) δ** 6,8; 13,4; 25,2; 25,9; 26,6; 30,4; 31,7; 34,0; 51,5; 56,5; 58,9; 67,4; 69,8; 71,4; 75,1; 88,9; 168,7; **^{125}Te RMN: (157 MHz, CDCl_3 , ppm) δ** referencia 420 e amostra 322,7. **EMAR-ESI** teórico H^+ 580,1521 e experimental 580,1519

4.12. Preparação da 2-organoiteluro-*N,N*-dialquiferroceno carboxiamida (Opticamente ativa)

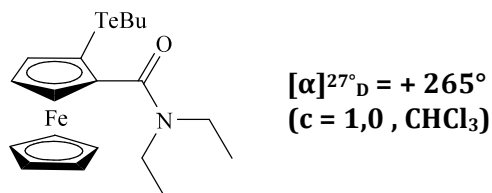
4.12.1. Preparação da (+)-2-*n*-butilteluro-*N,N*-dietilferroceno carboxiamida (2.19)

Em um balão de uma boca, com volume de 125 mL, equipado com agitação magnética e septo de borracha, sob pressão positiva de N_2 , fez-se a adição de 50 mL de éter etílico e 1,2 mL de (-)-esparteina. Após 10 minutos de agitação, a -78°C , adicionaram-se 4 mL (1,30 mol/L) de *n*-BuLi, após 10 minutos adicionou 2,26 mmol do dietilamida-ferroceno, deixando a solução sob agitação por 1 hora.

Em um balão de 50 mL, equipado com agitação magnética e pressão positiva de N_2 , foram adicionados 10 mL de tetraidrofurano e 0,96 g de *n*-dibutilditelureto a 0°C . Uma solução de 2,6 mmol (0,26 mol/L) de bromo em tolueno foi adicionada ao balão contendo o *n*-dibutilditelureto. A agitação foi mantida por 15 minutos para a formação do brometo de telurenila.

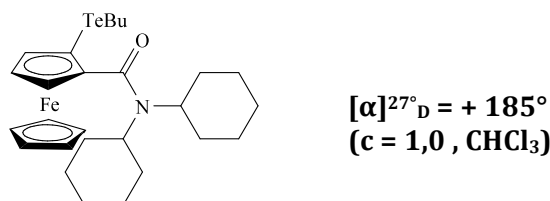
O brometo de telurenila foi transferido por cânula à solução da *N,N*-dietilferroceno carboxiamida monolitiada, mantendo-se a agitação por 20 minutos a -78°C e mais 20 minutos à temperatura ambiente.

Fez-se o *work up* com adição de uma solução saturada de cloreto de amônio e extraiu com 3x20 mL de acetato de etila. As fases orgânicas foram secadas com sulfato de magnésio e levada ao evaporador rotatório, obtendo-se um óleo escuro que foi submetido a purificação em sílica gel.



4.12.2. Preparação da (+)-2-*n*-butilteluro-*N,N*-díciclohexilferroceno carboxiamida (**2.17**)

A preparação do composto **2.17** foi realizada seguindo o procedimento descrito no item 4.5.1, utilizando-se 1,03 g (2,6 mmol) da amina correspondente.



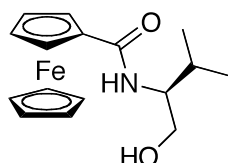
4.13. Preparação das β-hidróxi-amidas ferroceno (**2.13**)

Em um balão de 250 mL, com um adaptador conectado à linha de nitrogênio e com um septo, preparou-se uma solução do ácido 1-ferrocenocarboxílico (7,47 mmol, 1,725 g) em diclorometano seco (75 mL). Adicionou-se lentamente cloreto de oxalila (8,19 mmol, 0,705 mL) com uma seringa, quando a solução mudou sua coloração de laranja para preto. Agitou-se a solução por 10 minutos, após o que a solução foi levada ao rotaevaporador para retirar o excesso de cloreto de oxalila.

Dissolveu-se o sólido obtido em diclorometano seco (40mL) e em um balão de 250 mL, com um adaptador conectado à linha de nitrogênio e com um septo. Enquanto, preparou-se uma solução do aminoálcool (7,5 mmol) e Et₃N (11,34 mmol, 1,57mL) em diclorometano seco (150 mL) e adicionando-a à solução anterior contendo cloreto de

ácido, em aproximadamente 30 minutos. A solução resultante permaneceu em agitação por 12 horas

Adicionou-se diclorometano (50 mL) e extraiu-se com água (3x50mL). A fase orgânica foi secada com MgSO₄ e levada ao evaporador rotatório para eliminação do solvente. Purificou-se em coluna cromatográfica sílica gel (diclorometano/acetato de etila 1:1).



C₁₆H₂₁FeNO₂

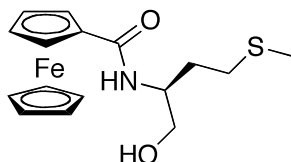
P.M. 315,19

Sólido Laranja

Rendimento 84% (1,977g)

¹H RMN (400 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,95 (d, 3H; J= 6,80 Hz); 0,98 (d, 3H; J= 6,8 Hz); 1,93 (oct, 1H, J= 6,8 Hz); 3,35-3,52 (m, 1H); 3,62-3,74 (m, 1H); 3,75-3,89 (m, 1H); 4,14 (s, 5H); 4,23-4,32 (m, 2H); 4,58-4,71 (m, 2H); 6,00-6,11 (m, 1H).

¹³C RMN (100 MHz, CDCl₃, ppm) δ 18,9; 19,6; 28,9; 56,9; 63,9; 67,8; 68,3; 69,7; 70,4; 70,4; 75,8; 171,3. **[α]²²_D** = - 8° (c = 0,1; EtOH)



C₁₆H₂₁FeNO₂S

P.M. 347,06

Sólido Laranja

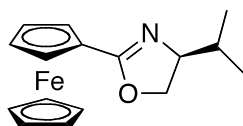
Rendimento: 76% (1,970g)

¹H RMN (400 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,78-1,96 (m, 2H); 2,06 (s, 3H); 2,55 (t, 2H, J= 7,4 Hz); 3,59-3,71 (m, 2H); 3,72-3,81 (m, 1H); 4,13 (s, 5H); 4,24-4,29 (m, 2H); 4,62-4,67 (m, 2H); 6,41 (d, 1H, J= 8,19 Hz). **¹³C RMN (100 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 15,5; 30,3; 30,8; 51,1; 65,0; 68,1; 68,2; 69,7; 70,5; 75,4; 171,3. **[α]²²_D** = + 22° (c = 0,11; EtOH)

4.14. Preparação do oxazolinilferroceno (2.14, 2.15)

Em um balão de 250 mL, com um adaptador conectado à linha de nitrogênio, preparou uma solução da β-hidróxi-amidas ferroceno (5mmol) e Et₃N em diclorometano seco (141 mL) a 0°C. Adicionou-se uma solução de MeSO₂Cl (5mmol – 0,572g) em diclorometano seco (141 mL), lentamente, por 30 minutos.

A solução resultante foi agitada a 0°C por 1 hora e à t. a. por 2 horas. Adicionou-se diclorometano (50 mL) e lavou-se a fase orgânica com água (2 x 120 mL) e solução de NaCl (120 mL). A fase orgânica foi removida no evaporador rotatório, resultando em um sólido de cor laranja. A purificação foi realizada em coluna cromatográfica (sílica gel 2 hexano : 1 de acetato de etila).

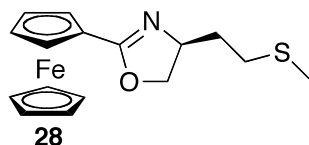
C₁₆H₁₉FeNO

P.M. 297,17

Sólido laranja

Rendimento 89% (1,322g)

¹H RMN (200 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,82 (d, 3H, J= 6,84 Hz); 0,89 (d, 3H, J= 6,84 Hz); 1,75 (oct, 1H, J= 6,84 Hz); 3,78-4,26 (m, 5H); 4,08 (s, 5H); 4,64 (d, 2H, J= 7,08 Hz).
¹³C RMN (50 MHz, CDCl₃, ppm) δ 17,9; 17,0; 32,4; 69,0; 69,1; 69,4; 69,6; 70,2; 70,2; 70,6; 72,3; 165,8. **[α]²²_D**= - 129° (c = 0,1; EtOH). **Literatura** = **[α]²¹_D**= - 135,2 (c = 0,107; EtOH) (Ahn, K. H.; Cho, C-W.; Baek, H-H.; Park, J.; Lee, S. *J. Org. Chem.* **1996**, *61*, 4937-4943).



28

C₁₆H₁₉FeNOS

P.M. 329,24

Sólido laranja

Rendimento 72% (1,185g)

¹H RMN (200 MHz, CDCl₃, ppm) δ 1,83-1,97 (m, 2H); 2,13 (s, 3H); 2,47-2,62 (m, 2H); 3,80,3,98 (m, 1H); 4,19 (s, 5H); 4,20-4,40 (m, 4H); 4,60-4,70 (m, 2H).
¹³C RMN (50 MHz, CDCl₃, ppm) δ 15,5; 30,6; 35,4; 65,6; 68,9; 69,0; 69,6; 70,1; 70,3; 70,4; 71,9; 166,3. **[α]²²_D**= - 92° (c = 0,1; EtOH). **Literatura** = **[α]²⁰_D**= -90 (c = 0,1; EtOH), (Chesney, A.; Bryce, M. R.; Chubb, R. W. J.; Batsanov, A. S.; Howard, J. A. K. *Tetrahedron Asymmetric* **1997**, *8*, 2337-2346.)

4.15. Preparação do 2-organoilteluro-oxazolinilferroceno (2.14a, 2.14b, 2.15a e 2.15b)

Em um balão de 2 bocas, de 100 mL, com um adaptador conectado à linha de

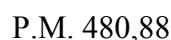
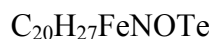
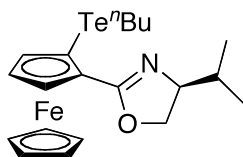
nitrogênio e com um septo, preparou uma solução de TMEDA (10 mmol, 1,16 g) em THF seco (5 mL). Adicionou-se uma solução de ⁿBuLi (5 mmol - 3,33 mL; 1,5 mol/L) usando uma seringa e agitou por 10 min a -78°C. Então, adicionou-se, a solução de 4-isopropil-oxazolinilferroceno (5 mmol, 1,49 g) em THF seco (10 mL) a solução contendo ⁿBuLi (5 mmol) e agitou por 1 h a -78°C. Durante esse período observou-se a formação de um precipitado.

Em um balão de 2 bocas de 50 mL, com um adaptador conectado à linha de nitrogênio, dissolveu o ditelureto de organoíla (5 mmol) em THF seco (10 mL). Fechou-se a outra boca do balão com um septo e resfriou-se a solução com um banho de gelo. Preparou-se uma solução de bromo (5 mmol, 0,80 g) em benzeno (5 mL) e adicionou se lentamente à solução de ditelureto, usando uma seringa.

Agitou a solução de brometo de telurenila (formada anteriormente) por 10 min a 0°C. Em seguida, transferiu essa solução para a balão contendo o derivado de monolitioferroceno a -78°C, usando uma cânula. Durante a adição, o precipitado anteriormente formado desapareceu. Agitou a mistura reacional por 15 min a -78°C e 15 min à t. a.

Diluiu-se com acetato de etila (25 mL) e efetuou-se a extração com solução aquosa saturada de NH₄Cl. Lavou-se a fase orgânica com solução aquosa saturada de NaCl. Separou-se a fase orgânica, e secou-se a mesma com MgSO₄ anidro e evaporou-se o solvente em um evaporador rotatório.

Purificou-se o produto por coluna cromatografia em gel usando hexano/acetato de etila (85: 15) como eluente.

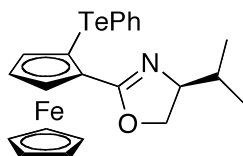


Sólido Castanho escuro

Rendimento 80% (1,923g)

Composto 2.14a - ¹H RMN (400 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,90 (t, 3H; J= 7,28 Hz); 0,95 (d, 3H; J= 6,77 Hz); 1,00 (d, 3H; J= 6,77 Hz); 1,40 (oct, 1H, J= 6,77Hz); 1,64-1,87 (m, 4 H); 2,73 (t, 2H, J= 7,7 Hz); 3,88 (m, 1H); 4,03 (s, 5H); 4,04-4,07 (m, 1H); 4,23 (dd, 1H, J= 8,19 Hz, J= 9,52 Hz); 4,29 (dd, 1H, J= 1,33 Hz, J= 2,42 Hz); 4,32 (t, 1H, J= 2,52); 4,70 (dd, 1H,

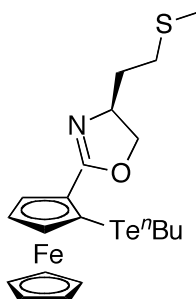
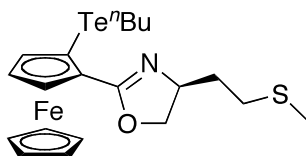
$J = 1,33$ Hz, $J = 2,42$ Hz); ^{13}C RMN (100 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 5,8; 13,5; 18,6; 18,6; 25,4; 32,7; 33,7; 52,4; 69,7; 70,0; 70,5; 71,5; 72,2; 72,5; 73,0; 165,5. ^{125}Te RMN (157,79 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 422,0 (PhTeTePh, em CDCl_3); 372,4. $[\alpha]^{27}_{\text{D}} = -61^\circ$ ($c = 0,455$; CH_2Cl_2)



$\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{FeNOTe}$
P.M. 503,02
Sólido vermelho

Rendimento 73% (1,836g)

Composto 2.14b - ^1H RMN (400 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 0,98 (d, 3H, $J = 6,72$ Hz); 1,03 (d, 3H, $J = 6,72$ Hz); 1,74 (oct, 1H, $J = 6,72$ Hz); 3,71-3,78 (m, 1H); 3,88-4,12 (m, 7H); 4,14-4,30 (m, 2H); 4,63-4,70 (m, 1H); 7,20-7,38 (m, 3H); 7,96 (d, 2H, $J = 6,81$ Hz). ^{13}C RMN (100 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 18,5; 18,8; 32,7; 58,8; 69,3; 70,4; 70,5; 71,0; 71,7; 72,1; 73,0; 115,6; 128,3; 129,1; 141,1; 166,1. ^{125}Te RMN (157,79 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 422,0 (PhTeTePh, em CDCl_3); 620,6 $[\alpha]^{27}_{\text{D}} = -109,4^\circ$ ($c = 0,58$; CH_2Cl_2)

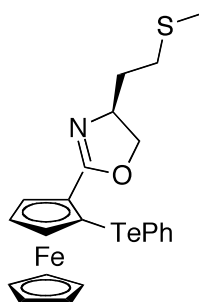
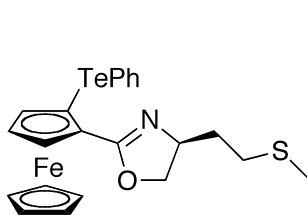


$\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{FeNOSTe}$
P.M. 515,02
óleo castanho escuro

Rendimento 83,4% (2,147g)

Dados de RMN contendo mistura diastereoisomérica do compostos 2.15.

Composto 2.15^a - ^1H RMN (400 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 0,95-0,96 (t, 3H, $J = 7,30$ Hz); 1,46 (sext, 3H, $J = 7,41$ Hz); 1,80-1,93 (m, 6H); 2,14 (s, 1H); 2,18 (s, 3H); 2,60-2,86 (m, 6H); 4,03 (dd, 1H, $J = 6,59$ Hz, $J = 7,91$ Hz); 4,09 (s, 5H); 4,11 (s, 1H); 4,23-4,33 (m, 2H); 4,35-4,45 (m, 4H); 4,77-4,81 (m, 1H). ^{13}C RMN (100 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 6,1; 13,5; 15,7; 25,3; 30,8; 33,7; 36,0; 52,0; 65,4; 69,9; 70,9; 71,6; 71,7; 72,1; 73,6; 166,1. ^{125}Te RMN (157,79 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 422,0 (PhTeTePh, em CDCl_3); 371,69 (87%) e 367,38 (13%).



$$\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{FeNOSTe}$$

$$\text{P.M. } 534,99$$

Sólido castanho escuro

Rendimento 69,1% (1,848g)

Dados de RMN contendo mistura diastereoisomérica do compostos.

Composto 2.15b - ^1H RMN (400 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 1,82-1,98 (m, 3H); 2,16 (s, 1H); 2,22 (s, 3H); 2,64-2,91 (m, 3H); 3,86-3,92 (m, 1H); 4,05-4,08 (m, 2H); 4,10 (s, 5H); 4,12 (s, 2H); 4,25-4,38 (m, 3H); 4,42 (t, 1H, $J = 9\text{Hz}$); 4,78 (dd, 1H, $J = 1,28\text{ Hz}$); 7,07-7,21 (m, 6H); 7,27-7,44 (m, 5H); 7,68-7,79 (m, 4H); 7,96-8,07 (m, 3H). ^{13}C RMN (100 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 15,8; 30,9; 36,2; 58,4; 65,2; 69,5; 70,7; 71,7; 71,8; 72,5; 73,5; 115,3; 128,3; 129,1; 140,8; 166,6. ^{125}Te RMN (157,79 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 422,0 (PhTeTePh, em CDCl_3); 617,9 (78%) e 612,5 (28%)

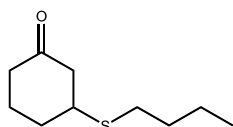
4.16. Procedimento geral da preparação de tióis

Em um balão de duas bocas, com volume de 50 mL e equipado com agitação magnética e sob pressão positiva de N_2 , foram adicionados 0,20g (6,0 mmol) de enxofre elementar, seguidos da adição de 10 mL de tetraidrofurano seco. Adicionou-se, lentamente, 5,47 mL (6,4 mmol de uma solução 1,17 mol/L em hexano) de $^n\text{BuLi}$ mantendo a solução resultante em agitação a 0°C . Quando se iniciou a adição do $^n\text{BuLi}$, a solução tornou-se imediatamente alaranjada e quando se adicionou todo o volume estequiométrico, a solução tornou-se límpida. Depois de 3 min., 0,27 mL (15,0 mmol) de água deaerada em ultrassom foi adicionada lentamente, com uma seringa, ao balão contendo a solução do tiolato, formando-se imediatamente uma solução viscosa, que foi agitada por 10 min.. Após a formação do tiol, adicionaram-se 0,58 mL (6,0 mmol) de 2-cicloexen-1-ona e manteve-se a solução em agitação por 30 minutos.

O *work up* foi realizado com adição de 5 mL de água e o produto foi extraído com 3x20mL de acetato de etila. As fases orgânicas foram secadas com sulfato de magnésio

e levado ao solvente eliminado em evaporador rotatório. A purificação foi realizada utilizando coluna cromatográfica em sílica gel e 20:1 hexano:acetato de etila como eluente.

4.16.1. 3-(butilsulfonyl)ciclohexanona (3.4a) [CAS: 505062-31-7]



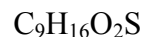
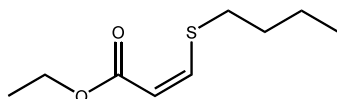
P.M. 186,31 mol/g

Rendimento: 1,089g (97,5%)

Óleo incolor

^1H RMN: (500 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 0,91 (t, $J = 7,0\text{Hz}$, 3H); 1,40 (sext, $J = 7,5\text{Hz}$, 2H); 1,56 (qt, $J = 7,5\text{Hz}$, 2H); 1,69-1,75 (m, 2H); 2,10-2,17 (m, 2H); 2,28-2,40 (m, 3H); 2,55 (t, $J = 7,5\text{Hz}$, 2H); 2,68-2,73 (m, 1H); 3,03-3,08 (m, 1H). ^{13}C RMN: (125 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 208,8; 48,1; 42,6; 40,8; 31,6; 31,5; 30,1; 24,1; 21,9; 13,5. IV (cm^{-1}) 2956; 2934; 2869; 1714; 1221.

4.16.2. (Z)-3-(butilsulfonyl)acrilato de etila [CAS: 875822-74-5]



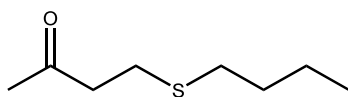
P.M. 188,28 mol/g

Rendimento: 0,903g (80,0%)

Óleo incolor

^1H RMN: (500 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 0,93 (t, $J = 7,5\text{Hz}$, 3H); 1,28 (t, $J = 7,0\text{Hz}$, 3H); 1,44 (sext, $7,5\text{Hz}$, 2H); 1,66 (quint, $J = 7,5\text{Hz}$, 2H); 2,76 (t, $J = 7,5\text{Hz}$, 2H); 4,19 (qt, $J = 7,5\text{Hz}$, 2H); 5,83 (d, $J = 10,0\text{Hz}$, 1H); 7,10 (d, $J = 10,0\text{Hz}$, 1H). ^{13}C RMN: (125 MHz, CDCl_3 , ppm) δ 166,4; 150,2; 112,6; 59,7; 35,5; 32,1; 21,3; 14,1; 13,3. IV (cm^{-1}) 2959, 2931, 2873, 1698, 1569, 1373, 1211, 1105, 1034, 799.

4.16.3. 4-(butilsulfonyl)butan-2-ona [CAS: 69688-97-7]



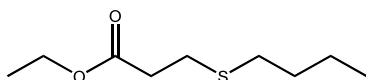
P.M. 158,26 mol/g

Rendimento: 0,882g (92,9%)

Óleo incolor

¹H RMN: (500 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,91 (t, *J* = 7,5Hz, 3); 1,41 (sext, *J* = 7,5Hz, 2H); 1,56 (qt, *J* = 7,5Hz, 2H); 2,17 (s, 3H); 2,52 (t, *J* = 7,5Hz, 2H); 2,73 (s, 4H). **¹³C RMN: (125 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 206,9; 43,7; 32,1; 31,6; 30,0; 25,8; 21,9; 13,6. **IV (cm⁻¹)** 2958; 2930; 2871; 1717; 1361; 1158.

4.16.4. 3-(butilsulfonyl)propanoato de etila [CAS: 68298-26-0]



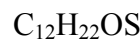
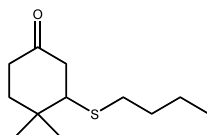
P.M. 190,30 mol/g

Rendimento: 0,890g (78 %)

Óleo incolor

¹H RMN: (500 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,91 (t, *J* = 7,5Hz, 3H); 1,27 (t, *J* = 7,5Hz, 3H); 1,40 (sext, *J* = 7,5Hz, 2H); 1,57 (quint, *J* = 7,5Hz, 2H); 2,53 (t, *J* = 7,5Hz, 2H); 2,59 (t, *J* = 7,5Hz, 2H); 2,78 (t, *J* = 7,5Hz, 2H); 4,15 (q, *J* = 7,5Hz, 2H). **¹³C RMN: (125 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 171,7; 60,3; 34,7; 31,6; 31,4; 26,8; 21,7; 14,0; 13,4. **IV (cm⁻¹)** 2959; 2932; 2873; 1737; 1244; 1177.

4.16.5. 3-(butilsulfonyl)-4,4-dimetilciclohexanona [CAS:50987-48-9]



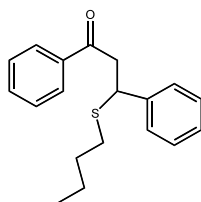
P.M. 214,36 mol/g

Rendimento: 1,241g (96,5%)

Óleo incolor

RMN: ¹H (500 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,90 (t, *J* = 7,0Hz, 3H); 1,12 (s, 3H); 1,20 (s, 3H); 1,40 (dsext, *J* = 7,0Hz, 3,0 Hz, 2H); 1,51-1,64 (m, 3H); 1,86 (ddd, *J* = 14,0Hz, 6,0Hz, 4,0Hz, 1H); 2,27-2,32 (m, 1H); 2,40-2,47 (m, 1H) 2,50-2,56 (m, 3H); 2,67-2,71 (m, 2H). **¹³C RMN: (125 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 208,8; 53,2; 45,6; 38,4; 37,5; 34,2; 31,6; 31,5; 28,6; 21,6; 20,3; 13,3. **IV (cm⁻¹)** 2958; 2872; 1715; 1418; 1148.

4.16.6. 1, 3-difenil-3-(butilsulfanyl)propan-1-ona [CAS: 21205-11-8]

C₁₉H₂₂OS

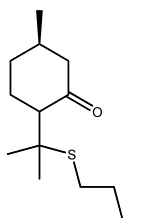
P.M. 298,44 mol/g

Rendimento: 1,151g (64,3%)

Óleo incolor

¹H RMN: (300 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,81 (t, *J* = 7,2Hz, 3H); 1,25-1,35 (m, 2H); 1,42-1,52 (m, 2H); 2,24-2,41 (m, 2H); 3,52 (d, *J* = 7,2Hz, 2H); 4,55 (t, *J* = 7,2 Hz, 1H); 7,15-7,52 (m, 8H); 7,87-7,90 (m, 2H). **¹³C RMN (75 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 196,7; 142,0; 136,7; 132,9; 128,4; 128,3; 127,9; 127,7; 127,0; 45,3; 44,2; 31,1; 31,0; 21,7; 13,4. **IV (cm⁻¹)** 2952; 2922; 1961; 1890; 1815; 1769; 1678; 1229.

4.16.7. (5R)-2-(butilsulfanil)propan-2-il)-5-metilciclohexanona

C₁₄H₂₆O₂S

P.M. 242,42 mol/g

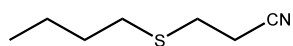
Rendimento: 0,959g (66 %)

Óleo levemente amarelado

Mal cheiroso

¹H RMN: (300 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,86-0,96 (m, 3H); 0,98-1,02 (m, 3H); 1,32-1,59 (m, 10H); 1,77-2,08 (m, 5H); 2,26-2,32 (m, 1H); 2,40-2,60 (m, 4H). **¹³C RMN: (75 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 210,4; 57,8; 52,2; 46,6; 36,5; 34,5; 31,3; 29,4; 27,7; 27,1; 23,7; 22,1; 22,0; 13,5. **IV (cm⁻¹):** 1121; 1456; 1711; 2871; 2928; 2957. **EMAR-ESI** calculado para [C₁₄H₂₆OS + Na]⁺ : 247,1132. Encontrado: 247,1128.

4.16.8. 3-(butilsulfanil)propanonitrila [CAS: 51771-37-0]

C₇H₁₃NS

P.M. 143,25 mol/g

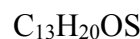
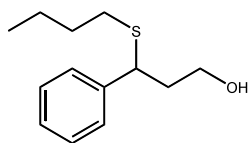
Rendimento: 0,773g (90%)

Óleo incolor

¹H RMN: (300 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,92 (t, *J* = 4,3Hz, 3H); 1,42 (sext, *J* = 4,3Hz, 2H); 1,58 (quint, *J* = 4,2 Hz, 2H); 2,58-2,61 (m, 2H); 2,64 (t, *J* = 4,3 Hz, 2H); 2,78-2,81 (m, 2H). **¹³C RMN: (75 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 118,4; 31,9; 31,5; 27,6; 21,8; 18,9; 13,6. **IV (cm⁻¹)** 2959; 2930; 2869; 2249; 1461; 1423.

4.16.9. 3-(butilsulfanil)-3-fenilpropan-1-ol

O composto abaixo foi obtido pela redução do correspondente aldeído com boridreto de sódio.



P.M. 224,36 mol/g

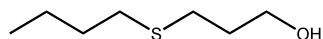
Rendimento: 0,673g (50%)

Óleo incolor

¹H RMN: (500 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,82 (t, *J* = 7,2Hz, 3H); 1,22-1,50 (m, 4H); 1,99-2,15 (m, 2H); 2,22-2,36 (m, 2H); 3,51-3,74 (m, 2H); 3,95 (t, *J* = 7,5Hz, 1H); 7,18-7,33 (m, 5H). **¹³C RMN: (125 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 142,5; 128,3; 127,6; 126,9; 60,4; 46,3; 39,0; 31,2; 30,5; 21,8; 13,4. **IV (cm⁻¹)** 3360; 3081; 3061; 3027; 2957; 2872; 1948; 1882; 1806; 1491; 1453; 1042; 700. **EMAR-ESI** calculado para [C₁₃H₂₀OS + H]⁺: 243,1782. Encontrado: 243,1776.

4.16.10. 3-(butilsulfanil)propan-1-ol [CAS: 26901-99-5]

O composto abaixo foi obtido pela redução do correspondente aldeído com hidreto de sódio e boro.



P.M. 148,26 mol/g

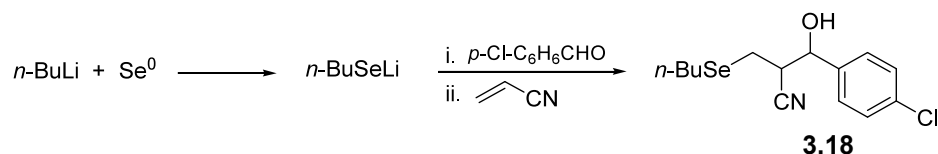
Rendimento: 0,444g (50%)

Óleo incolor

¹H RMN: (200 MHz, CDCl₃, ppm) δ 0,92 (t, *J* = 7,0Hz, 3H); 1,31-1,65 (m, 4H); 1,84 (quint, *J* = 7,0Hz, 2H); 2,53 (t, *J* = 7,0Hz, 2H); 2,63 (t, *J* = 7,0Hz, 2H); 3,01 (s, 1H); 3,75 (t, *J* = 7,0Hz, 2H). **¹³C RMN: (50 MHz, CDCl₃, ppm) δ** 61,6; 31,7; 31,6; 31,5; 28,6; 21,9; 13,5. **IV (cm⁻¹)** 3362; 2956; 2930; 2872; 1741; 1721; 1650; 1462; 1059.

4.17. Procedimentos experimentais referentes às reações multicomponentes

4.17.1. Procedimento geral para a calcogenação de alcenos^{116,117}

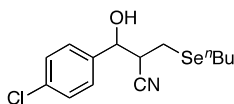


Em um balão de uma boca, de volume de 500 mL, foi preparada uma suspensão de selênio elementar (0,78g; 10,0 mmol) em 150mL de THF anidro, sob atmosfera de Ar e à temperatura ambiente (t.a.). Sob agitação magnética foi adicionada, lentamente, uma solução de *n*-butilítio (5,0 mL; solução 2,0M em hexano; 2,0 mmol). Durante a adição do reagente de lítio, a solução passou de uma suspensão com tonalidade acinzentada para uma solução com tonalidade vermelho escura, depois para vermelho claro e enfim, perto do consumo total do Te^0 , tornou-se amarelo pálido. A solução resultante foi resfriada a -70°C e agitada por 10 min. Após esse período, foi adicionado lentamente o *p*-cloro benzaldeído (1,41g; 10,0 mmol). Após 10 min de agitação magnética a -70°C , foi adicionada lentamente a acrilonitrila (0,43 mL; 10,0 mmol). A mistura reacional foi agitada a por mais 10 minutos, e então aquecida lentamente até a t.a. (cerca de 10 min). Após esse período, foi adicionada uma solução aquosa saturada de NaHSO_3 (200 mL) e o produto foi extraído com AcOEt (3x 30 mL). As fases orgânicas foram combinadas, e lavadas com solução aquosa saturada de NaCl (50 mL). A fase orgânica foi separada e secada com MgSO_4 . O solvente foi removido e o produto **57** foi purificado por cromatografia em coluna de gel de sílica (eluente:hexano/ AcOEt 20%), fornecendo um óleo amarelo claro. Rendimento: 88% (2,90g; 8,8 mmol).

4.17.2. 2-((butilselanyl)metil)-3-(4-clorofenil)-3-hidróxiopropanonitrila (**3.18**)

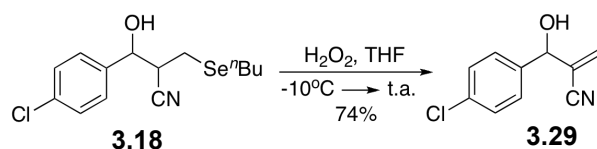
¹¹⁶ O procedimento descrito se aplica para todos os exemplos sintetizados.

¹¹⁷ Quando se utiliza S^0 , a adição de *n*-BuLi à suspensão do elemento, em THF, deve ser feita a uma temperatura de 0°C . Quando se utiliza acrilato de metila, deve-se deixar a reação à temperatura ambiente por cerca de 30 min.



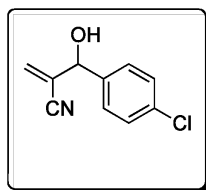
RMN¹H (500 MHz, CH₂Cl₂), δ: 0,9 (t; $J = 7,3$ Hz; 3H); 1,42 (sex_{ap}, $J = 7,3$ Hz; 2H); 1,63 (qui_{ap}; $J = 7,3$ Hz; 2H); 2,68-2,74 (m, 3H); 2,80-2,85 (m, 1H); 3,01-3,20 (qua_{ap}; $J = 7,0$ Hz; 1H); 4,97-5,02(d; $J = 6,5$ Hz; 1H) 7,38 (m, 4H). **RMN¹³C (125 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 13,5; 20,5; 21,3; 22,8; 25,2; 32,3; 42,2; 42,7; 72,2; 72,5; 119,3; 119,5; 127,4; 127,9; 128,8; 128,9; 134,3; 134,4; 138,0; 138,6. **RMN⁷⁷Se (95,338 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 161,8 e 163,4. **IV (filme) (cm⁻¹):** 826, 1014, 1091, 1491, 2246, 2872, 2929, 2958, 3445. **EMAR-ESI Calc.** para (C₁₄H₁₉NOSeNa):354,0139; exp: 354,0102.

4.18. Procedimento geral para eliminação de selenóxido com H₂O₂.⁴⁷



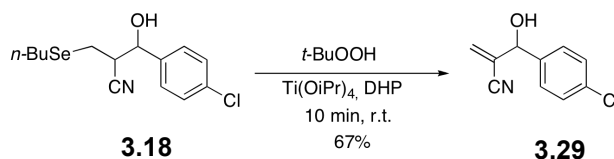
Em um balão de uma boca, de volume de 50 mL, foi preparada uma solução do seleneto **3.18** (0,99g; 3,0 mmol) em 10 mL de THF. Sob agitação magnética e a 0°C, foi adicionado lentamente 1,0 mL de solução aquosa de H₂O₂ 30%. Após 10 min., a mistura reacional foi transferida para um funil de extração contendo uma solução aquosa saturada de MnCl₂ (30 mL) e o produto foi extraído com AcOEt (3x 15 mL). As fases orgânicas foram combinadas, lavadas com solução aquosa saturada de NaCl (30 mL). A fase orgânica foi separada e secada com MgSO₄. O solvente foi removido e o produto **3.19** foi purificado por cromatografia em coluna de gel de sílica (eluente:hexano/AcOEt 50%), fornecendo um óleo transparente. Rendimento: 74% (0,42g; 2,2 mmol).

4.18.1. 2-((4-clorofenil)(hidróxi)metil)acrilonitrila (**3.29**) [CAS: 22056-04-8]



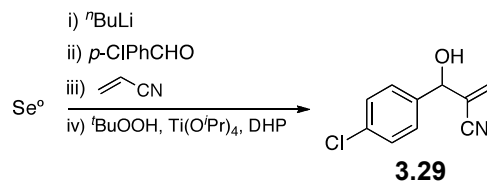
RMN ¹H (500 MHz, CH₂Cl₂), δ: 5,30 (s, 1H); 6,05 (s, 1H); 6,12 (s, 1H); 7,33-7,40 (m, 4H). **RMN ¹³C (125 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 73,4; 116,8; 125,9; 127,9; 129,0; 130,3; 134,7; 137,7 **IV (filme, cm⁻¹):** 3467, 3119, 3034, 2872, 2233, 1905, 1489, 1399, 1069, 818.

4.19. Procedimento geral para eliminação de selenóxido com ^tBuOOH.^{115,118}



Em um balão de uma boca, de volume de 50mL, foi preparada uma solução do seleneto **3.18** (0,99g; 3,0 mmol), DHP (0,55 mL; 6,0mmol) e Ti(*i*OPr)₄ (0,18 mL; 0,6 mmol), em 10 mL de CH₂Cl₂, sob atmosfera de Ar e à t.a. Sob agitação magnética e à temperatura ambiente, foi adicionada lentamente uma solução aquosa de ^tBuOOH (1,5 mL; solução 5,5M; 8,2 mmol). Após 10 min., a mistura reacional foi transferida para um funil de extração contendo solução aquosa saturada de MnCl₂ (30 mL), e o produto foi extraído com CH₂Cl₂ (3x 15 mL). As fases orgânicas foram combinadas e lavadas com solução aquosa saturada de NaCl (30 mL). A fase orgânica foi separada e secada com MgSO₄. O solvente foi removido e o produto **3.29** foi purificado por cromatografia em coluna de gel de sílica (eluente:hexano/AcOEt 50%), fornecendo um óleo transparente. Rendimento: 93% (0,54g; 2,8 mmol).

4.20. Procedimento one-pot para a preparação dos adutos de Baylis-Hillman

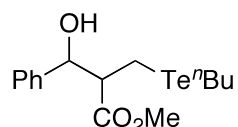


Após o tempo total de reação descrito no procedimento 5.7.1, a mistura reacional foi levada à t.a. e então foram adicionados DHP (0,55 mL; 6,0mmol) e Ti(*Oi*-Pr)₄ (0,18 mL; 0,6 mmol) e uma solução aquosa de ^tBuOOH (1,5 mL; solução 5,5M; 8,2 mmol). Após 10

¹¹⁸ Cunat, A. C.; DiezMartin, D.; Ley, S. V.; Montgomery, F. J., *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1* **1996**, (7), 611-620.

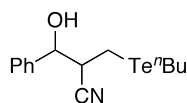
min de agitação magnética, a mistura reacional foi transferida para um funil de extração contendo uma solução aquosa saturada de MnCl_2 (30 mL) e o produto foi extraído com AcOEt (3x 15mL). As fases orgânicas foram combinadas, lavadas com solução aquosa saturada de NaCl (30mL). A fase orgânica foi separada e secada com MgSO_4 . O solvente foi removido e o produto **3.29** foi purificado por cromatografia em coluna de gel de sílica (eluente:hexano/ AcOEt 50%), fornecendo um óleo transparente. Rendimento: 61% (0,35g; 1,8 mmol).

4.20.1. 2-((butiltelanil)metil)-3-hidroxi-3-fenilpropanoato de metila(3.10)



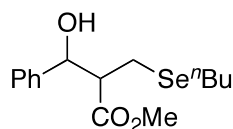
RMN ^1H (500 MHz, CH_2Cl_2), δ : 0,90 (t; $J = 7,5$ Hz; 3H); 1,35 (sext; $J = 7,5$ Hz; 2H); 1,68 (quint; $J = 7,5$ Hz; 2H); 2,63 (t_{ap} , $J = 7,5$ Hz; 2H); 2,68 (d; $J = 11,5$ Hz; 1H); 2,91 (d; $J = 11,5$ Hz; 1H); 3,19 (d_{br} ; $J = 5,0$ Hz; 1H); 3,73 (s, 3H); 4,90 (d_{ap} ; $J = 5,0$ Hz; 1H); 7,27-7,31 (m, 5H). **RMN ^{13}C (125 MHz, CH_2Cl_2), δ :** 11,1; 13,4; 19,2; 24,8; 34,0; 52,1; 52,9; 78,9; 127,4; 127,9; 128,0; 139,8; 176,2. **RMN ^{125}Te (157,79 MHz, CHCl_2), δ :** 171,5 e 192,8. **IV (filme, cm^{-1}):** 704, 1021, 1154, 1452, 1715, 2871, 2930, 2955, 3421.

4.20.2. 2-((butiltelanil)metil)-3-hidroxi-3-fenilpropanonitrila (3.7)



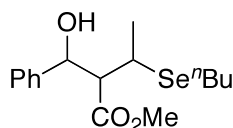
RMN ^1H (500 MHz, CH_2Cl_2), δ : 0,91 (t; $J = 7,5$ Hz; 3H); 1,36 (sext; $J = 7,5$ Hz; 2H); 1,68-1,75 (m; 2H); 2,41-2,51 (m; contendo um d; $J = 3,5$ Hz e outro d; $J = 4,0$ Hz; 1H); 2,79-2,84 (m; $J = 4$ H); 3,11-3,27 (m; 1H); 4,91-4,93 (m; 1H); 7,36-7,43 (m; 5H). **RMN ^{13}C (125 MHz, CH_2Cl_2), δ :** 4,9; 5,0; 13,3; 24,9; 34,0; 43,5; 44,0; 74,9; 119,9; 120,1; 126,2; 126,5; 128,7; 128,8; 129,9; 139,5; 139,9. **RMN ^{125}Te (157,79 MHz, CHCl_2), δ :** 253,1 e 256,9. **IV (filme, cm^{-1}):** 1040, 1454, 1812, 1888, 1956, 2244, 2870, 2957, 3449. **EMAR-ESI Calc. para (C $_{14}$ H $_{19}$ NOTeNa):** 370,0426; exp: 370,0422.

4.20.3. 2-((butilselanil)metil)-3-hidróxi-3-fenilpropanoato de metila (3.9)



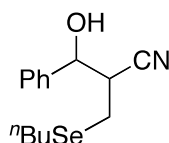
RMN ^1H (500 MHz, CH_2Cl_2), δ : 0,90 (t; $J = 7,5$ Hz; 3H); 1,37 (sext; $J = 7,5$ Hz; 2H); 1,60 (quint; $J = 7,5$ Hz; 2H); 2,55 (dt; $J = 7,5$ Hz; $J = 2,0$ Hz; 2H); 2,60 (d; $J = 12,0$ Hz; 1H); 2,82 (d; $J = 12,0$ Hz; 1H); 3,33 (m; 1H); 3,73 (s; 1H); 4,94 (s; 1H); 7,27-7,31 (m; 5H). **RMN ^{13}C (125 MHz, CH_2Cl_2), δ :** 13,5; 17,8; 22,9; 25,9; 31,4; 32,6; 52,1; 52,9; 78,0; 127,5; 127,9; 139,6; 176,2. **RMN ^{77}Se (95,338 MHz, CHCl_2), δ :** 154,2 e 157,8. **IV (filme, cm^{-1}):** 702; 1044; 1454; 1723; 1813; 1881; 1950; 2930; 2955; 3030; 3063; 3458; 3086. **EMAR-ESI:** Calc. para ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{O}_3\text{SeNa}$): 353,0631; exp: 353,0622.

4.20.4. 3-(butilselanil)-2-(hidróxi(fenil)metil)butanoato de metila (3.11)



RMN ^1H (500 MHz, CH_2Cl_2), δ : 0,90 (t; $J = 7,3$ Hz; 3H); 1,38 (sext; $J = 7,3$ Hz; 2H); 1,55-1,61 (m; 6H); 2,48-2,55 (m; 2H); 2,83 (dd; $J = 7,5$ Hz; $J = 5,7$ Hz; 1H); 2,95 (quint; $J = 7,5$ Hz; 1H); 3,60 (s; 3H); 5,07 (d; $J = 5,7$ Hz; 1H); 7,31 (s; 5H). **RMN ^{13}C (125 MHz, CH_2Cl_2), δ :** 13,5; 22,0; 23,0; 23,4; 32,3; 33,0; 51,7; 59,0; 64,1; 72,6; 127,5; 128,2; 128,5; 133,5; 140,3; 173,5. **RMN ^{77}Se (95,338 MHz, CHCl_2), δ :** 262,9. **IV (filme, cm^{-1}):** 828; 1163; 1491; 1733; 3461; 2871; 2927; 2956.

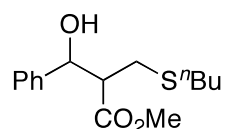
4.20.5. 2-((butiltelanil)metil)-3-hidróxi-3-fenilpropanonitrila (3.6)



RMN ^1H (500 MHz, CH_2Cl_2), δ : 0,91 (t; $J = 7,5$ Hz; 3H); 1,39 (sext; $J = 7,5$ Hz; 2H); 1,59-1,66 (m; 3H); 2,67-2,82 (m; 4H); 3,18-3,24 (m; 1H); 4,94-5,01 (m; 1H); 7,20 (d_{ap} ; $J = 7,5$

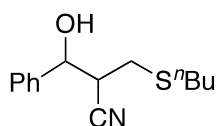
Hz; 1H); 7,30 (dd; $J = 8,0$ Hz; $J = 11,5$ Hz; 2H); 7,37-7,45 (m; 2H). **RMN ^{13}C (125 MHz, CH_2Cl_2)**, δ : 13,5; 20,4; 21,5; 22,8; 25,2; 32,4; 42,7; 73,6; 119,4; 126,0; 126,4; 128,8; 129,5; 136,4; 136,9; 138,7; 139,4; 139,9. **RMN ^{77}Se (95,338 MHz, CHCl_3)**, δ : 162,2 e 163,8. **IV (filme, cm^{-1})**: 701; 1042; 1454; 1765; 1814; 1889; 1956; 2245; 2871; 2929; 2957; 3447. **EMAR-ESI**: Calc. para ($\text{C}_{14}\text{H}_{19}\text{NOSeNa}$): 320,0529; exp: 320,0517.

4.20.6. 2-((butilsulfanil)metil)-3-hidróxi-3-fenilpropanoato de metila (3.8)



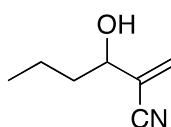
RMN ^1H (500 MHz, CH_2Cl_2), δ : 0,88 (t; $J = 7,5$ Hz; 3H); 1,33 (sext; $J = 7,5$ Hz; 2H); 1,52 (quint; $J = 7,5$ Hz; 2H); 2,46-2,49 (m; 2H); 2,75-2,88 (m; 2H); 3,01-3,05 (m; 1H); 3,63 (s; 3H); 5,03 (d; $J = 5,5$ Hz; 1H); 7,26-7,31 (m; 5H). **RMN ^{13}C (125 MHz, CH_2Cl_2)**, δ : 13,5; 19,7; 22,9; 24,4; 32,3; 51,8; 54,4; 74,6; 126,0; 127,9; 128,4; 141,0; 173,8. **IV (filme, cm^{-1})**: 701; 1043; 1160; 1437; 1454; 1733; 1812; 1888; 1955; 2930; 2955; 3465.

4.20.7. 2-((butilsulfanil)metil)-3-hidróxi-3-fenilpropanonitrila (3.5)



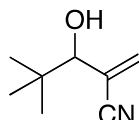
RMN ^1H (500 MHz, CH_2Cl_2), δ : 0,94 (dt; $J = 6,5$ Hz; $J = 3,0$ Hz; 3H); 1,43 (m; 2H); 1,54 (m; 2H); 2,63 (m; 2H); 2,75-2,87 (m; 2H); 3,00 (m, 1H); 3,61 (s; 3H); 5,03 (d, $J =$ Hz; 1H); 7,26-7,31 (m, 5H) **RMN ^{13}C (125 MHz, CH_2Cl_2)**, δ : 21,8; 30,1; 31,2; 31,5; 32,5; 41,4; 42,0; 72,4; 72,8; 119,0; 119,3; 126,0; 126,4; 128,8; 128,9; 129,0; 139,4; 140,0. **IV (filme, cm^{-1})**: 702; 1060; 1454; 1494; 1706; 1813; 1890; 1958; 2246; 2929; 2957; 3449.

4.20.8. 3-hidróxi-2-metilenohexanonitrila (3.31) [CAS: 19362-93-7]



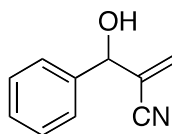
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ : 0,97 (t; J = 7,4Hz; 3H); 1,34-1,52(m; 2H); 1,61-2,11(m; 2H); 4,25(dd; J = 5,3Hz; 1H); 5,97 (s; 1H); 5,99 (s; 1H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ :** 13,7; 18,4; 37,8; 72,1; 117,0; 127,0; 129. **IV (filme, cm⁻¹):** 948; 1466; 1713; 2227; 2875; 2936; 2962; 3444.

4.20.9. 3-hidróxi-4,4-dimetil-2-metilenopentanonitrila (3.32)



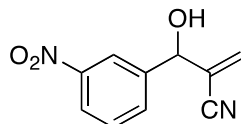
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ : 1,00 (s; 9H); 2,00 (s; 1H); 3,95 (s; 1H); 5,96 (s; 1H); 6,00 (s; 1H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ :** 25,6; 35,7; 79,8; 118,2; 124,7; 132,6. **IV (filme, cm⁻¹):** 951; 1015; 1074; 1366; 1480; 1618; 1904; 2228; 2873; 2908; 2960; 3481.

4.20.10. 2-(hidróxi(fenil)metil)acrilonitrila (3.22) [CAS: 19362-96-0]



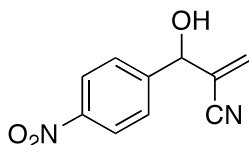
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ : 5,31 (s; 1H); 6,04 (d; J = 1,2 Hz; 1H); 6,11 (d; J = 1,2 Hz; 1H); 7,39 (s; 5H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ :** 74,0; 117,0; 126,1; 126,5; 128,8; 130,0; 139,1. **IV (filme, cm⁻¹):** 954; 1027; 1050; 1192; 1453; 1495; 2230; 2883; 3653.

4.20.11. 2-(hidróxi(3-nitrofenil)metil)acrilonitrila (3.23) [CAS: 22056-06-0]



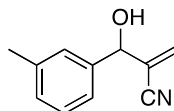
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ : 5,4 (s; 1H); 6,1 (s; 1H); 6,2 (s; 1H); 7,6 (d; J = 8,7 Hz; 2H); 8,2 (d; J = 8,7Hz; 2H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ :** 73,4; 116,2; 124,1; 125,4; 127,4; 130,9; 145,9; 148,1. **IV (filme, cm⁻¹):** 1057; 1351; 1530; 2230; 2873; 2926; 3092; 3450.

4.20.12. 2-(hidróxi(4-nitrofenil)metil)acrilonitrila (3.24) [CAS: 127489-24-1]



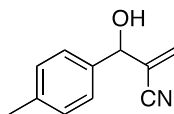
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ : 5,4 (s; 1H); 6,1 (s; 1H); 6,2 (s;1H); 7,6 (t; J = 7,9 Hz; 1H); 7,7 (d; J = 7,9 Hz; 1H); 8,2 (dd; J = 7,9 Hz; 1,8 Hz; 1H); 8,2 (t; J = 1,8 Hz;1H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ :** 73,4; 116,2; 124,1; 125,4; 127,4; 130,9; 145,9; 148,1. **IV (filme, cm⁻¹):** 1062; 1348; 1520; 1607; 1715; 1804; 1935; 2230; 3081; 3113; 3456.

4.20.13. 2-(hidróxi(m-toluil)metil)acrilonitrila (3.27) [CAS: 1019386-94-7]



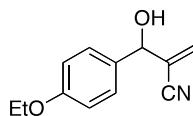
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ : 2,32 (s; 3H); 5,11 (s; 1H); 5,92 (s; 1H); 6,00 (s; 1H); 7,08-7,13 (m; 3H); 7,21-7,23 (m; 1H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ :** 21,4; 65,0; 117,1; 123,6; 126,3; 127,1; 128,7; 129,6; 129,9; 138,6; 139,2. **IV (filme, cm⁻¹):** 952; 1054; 1396; 1458; 1608; 2229; 2866; 2921; 3030; 3109; 3443.

4.20.14. 2-(hidróxi(p-toluil)metil)acrilonitrila (3.28) [CAS: 22141-39-5]



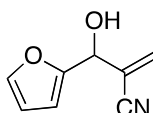
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ : 2,30 (s; 3H); 5,13 (s; 1H); 6,03 (s; 1H); 6,12 (s; 1H); 7,20-7,22 (m; 2H); 7,26-7,30 (m; 2H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ :** 21,1; 74,1; 117,0; 126,3; 126,5; 129,5; 129,6; 136,3; 138,9. **IV (filme, cm⁻¹):** 951; 1050; 1410; 1513; 1615; 1009; 2228; 2857; 2923; 3028; 3117; 3457.

4.20.15. 2-((4-etóxi)fenil)(hidróxi)metil)acrilonitrila (3.26) [CAS: 925208-38-4]



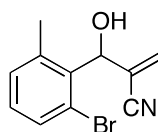
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ: 1,39 (t; *J* = 7,0 Hz; 3H); 4,00 (q; *J* = 7,0 Hz; 2H); 5,14 (s; 1H); 5,94 (s; 1H); 6,02 (s; 1H); 6,82-6,87 (m; 2H); 7,21- 7,25 (m; 2H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 14,7; 63,6; 73,6; 114,8; 117,1; 126,5; 127,9; 128,7; 131,3; 159,3. **IV (filme, cm⁻¹):** 1045; 1175; 1248; 1393; 1512; 1611; 2228; 2876; 2982; 3073; 3453.

4.20.16. 2-(furan-2-il)(hidróxi)metil)acrilonitrila (3.30) [CAS:222179-55-7]



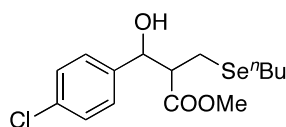
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ: 5,36 (s; 1H); 6,13 (s; 1H); 6,19 (s; 1H); 6,39 (dd; *J* = 3 Hz; 1,5 Hz; 1H); 6,43 (d; *J* = 3,0; 1H); 7,43 (d; *J* = 1,5 Hz; 1H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 67,8; 108,7; 110,7; 116,6; 123,4; 131,1; 143,4; 151,5. **IV (filme, cm⁻¹):** 1397; 1502; 1625; 2230; 3418.

4.20.17. 2-((2-bromo-6-metil)fenil)(hidróxi)metil)acrilonitrila (3.25)



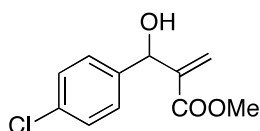
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ: 3,83 (s; 3H); 5,50 (s; 1H); 6,02 (s; 2H); 6,78 (d; *J* = 8,7Hz; 1H); 7,41 (dd; *J* = 2,4 Hz; 8,7 Hz; 1H); 7,48 (d; *J* = 2,4Hz; 1H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 55,7; 69,4; 112,7; 113,4; 116,9; 125,3; 129,4; 130,4; 130,5; 132,6; 155,6. **IV (filme, cm⁻¹):** 622; 1026; 1254; 1487; 2228; 2849; 2925; 2962; 3441.

4.20.18. 2-(butilselanilmetil)-3-(4-clorofenil)-3-hidróxiopropanoato de metila (3.18)



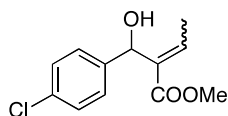
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ: 0,86 (m; 3H); 1,28-1,37 (m; 2H); 1,49-1,56 (m; 2H); 2,48-2,51 (m; 2H); 2,56-2,67 (dd; *J* = 12,4 Hz; *J* = 7,1 Hz and dd; *J* = 12,4 Hz; *J* = 9,0; 1H); 2,75-2,88 (dd; *J* = 12,4 Hz; *J* = 4,2 Hz; and m; 1H); 3,01-3,04 (m; 1H); 3,62 (s; 2H); 3,71 (s; 1H); 4,90-5,03 (d; *J* = 7,4 Hz; and d; *J* = 5,4 Hz; 1H); 7,33 (s; 4H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 13,5; 19,8; 21,5; 22,8; 22,9; 24,3; 32,2; 32,3; 51,9; 52,0; 53,9; 54,5; 74,6; 75,1; 125,7; 125,9; 126,3; 127,9; 128,1; 128,3; 128,6; 130,1; 133,5; 141,0; 141,3; 173,8; 174,4. **IV (filme, cm⁻¹):** 1013; 1091; 1491; 1597; 1701; 1787; 1907; 2246; 2872; 2929; 2958; 3442.

4.20.19. 2-((*p*-clorofenil)(hidróxi)metil)acrilato de metila (**3.29**) [CAS: 156019-01-1]:



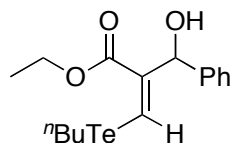
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ: 3,73 (s; 3H); 5,53 (s; 1H); 5,82 (s; 1H); 6,34 (s; 1H); 7,31 (s; 4H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 52,0; 72,4; 126,2; 128,0; 128,5; 133,5; 139,8; 141,6; 166,6. **IV (filme, cm⁻¹):** 820; 1044; 1150; 1286; 1439; 1631; 1718; 2953; 3448.

4.20.20. (*E/Z*)-2-((*p*-clorofenil)(hidróxi)metil)but-2-enoato de metila (**3.11a**) [CAS: 221655-11-4]



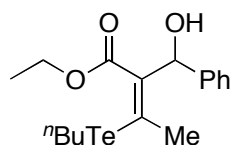
RMN¹H (300 MHz, CH₂Cl₂), δ: 2,00 (d; *J* = 7,3 Hz; 3H); 3,71 (s; 3H); 5,70 (s; 1H); 7,11 (q; *J* = 7,3 Hz; 1H); 7,31 (s; 5H). **RMN¹³C (75 MHz, CH₂Cl₂), δ:** 14,3; 51,9; 68,7; 126,6; 128,4; 132,9; 133,0; 140,4; 141,2; 167,4. **IV (filme, cm⁻¹):** 834; 861; 1300; 1490; 1644; 1715; 2952; 3295.

4.20.21. (Z)-3-(butiltelanil)-2-(hidróxi(fenil)metil)acrilato de etila (3.54)



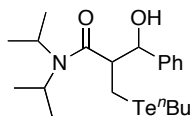
RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃), δ: 0,94 (t, *J* = 7,5 Hz, 3H); 1,21 (t, *J* = 7,2 Hz, 3H); 1,41 (sext, *J* = 7,5 Hz, 2H); 1,81 (qt, *J* = 7,5 Hz, 2H); 2,57 (t, *J* = 7,5 Hz, 2H); 2,71 (d_{alargado}, *J* = 4,8 Hz, 1H); 4,20 (q, *J* = 7,5 Hz, 2H); 5,63 (d_{alargado}, *J* = 4,2 Hz, 1H); 7,35-7,36 (m, 5H); 8,42 (s, 1H). **RMN ¹³C (75 MHz, CDCl₃), δ:** 9,9; 13,5; 14,2; 25,0; 33,9; 61,1; 74,7; 126,7; 127,5; 128,2; 132,2; 136,2; 142,2; 167,1. **RMN ¹²⁵Te (157,79 MHz, CDCl₃), δ:** 385,3. **IV (filme, cm⁻¹):** 699; 1025; 1183; 1281; 1559; 1679; 1806; 1887; 1950; 2871; 2925; 2957; 3456. **EMAR-ESI:** Calc. para (C₁₆H₂₂O₃TeNa): 415,0529; exp: 415,0515.

4.20.22. (Z)-3-(butiltelanil)-2-(hidróxi(fenil)metil)but-2-enoato de etila (3.55)



RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃), δ: 0,94 (t, *J* = 7,4 Hz, 3H); 1,02 (t, *J* = 7,1 Hz, 3H); 1,44 (sext, *J* = 7,4 Hz, 2H); 1,77 (qt, *J* = 7,4 Hz, 2H); 2,51 (s, 3H); 2,63 (dt, *J* = 3,2 Hz, *J* = 7,4 Hz, 2H); 3,40 (d, *J* = 10,8 Hz, 1H); 4,05-4,16 (m, 2H); 6,00 (d, *J* = 10,8 Hz, 1H); 7,19-7,34 (m, 5H). **RMN ¹³C (75 MHz, CDCl₃), δ:** 7,9; 8,8; 13,4; 13,9; 23,4; 25,3; 32,9; 61,0; 70,4; 124,9; 126,7; 128,1; 131,7; 143,1; 146,7; 167,7. **RMN ¹²⁵Te (157,79 MHz, CDCl₃), δ:** 628,5. **IV (filme, cm⁻¹):** 708; 747; 765; 1012; 1810; 1887; 1953; 2980; 3472. **EMAR-ESI:** Calc. para (C₁₇H₂₄O₃TeNa): 429,0685; exp: 429,0684.

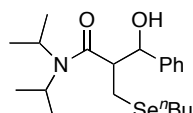
4.20.23. 2-(butiltelanilmetil)-3-(hidróxi-N,N-diisopropil-3-fenilpropanamida (3.52)



RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃), δ: 0,43 (d_{alargado}, *J* = 6,6 Hz, 3H); 0,91 (t, *J* = 7,3 Hz, 3H); 1,11 (d_{alargado}, *J* = 6,6 Hz, 3H); 1,21 (d_{alargado}, *J* = 6,8 Hz, 3H); 1,34 (d_{alargado}, *J* = 6,8 Hz, 3H); 1,38 (sext, *J* = 7,3 Hz, 2H); 1,67 (s, 1H); 1,74 (qt, *J* = 7,3 Hz, 2H); 2,71 (t, *J* = 7,3 Hz, 2H); 3,10

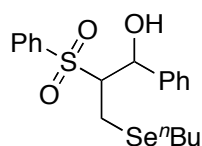
(dd, $J = 3,6$ Hz, $J = 7,4$ Hz, 2H); 3,17-3,23 (m, 2H); 3,70 (qt, $J = 7,0$ Hz, 1H); 4,90 (dd, $J = 2,9$ Hz, $J = 8,8$ Hz, 1H); 5,67 (d, $J = 8,8$ Hz, 1H); 7,18-7,25 (m, 5H). **RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3)**, δ : 3,0; 4,2; 13,4; 20,0; 20,3; 20,4; 21,0; 25,0; 34,2; 46,4; 49,3; 49,8; 76,6; 125,7; 127,2; 128,2; 143,7; 173,7. **RMN ^{125}Te (157,79 MHz, CDCl_3)**, δ : 212,0.

4.20.24. 2-(butilselanilmetil)-3-(hidróxi-*N,N*-diisopropil-3-fenilpropanamida (3.51)



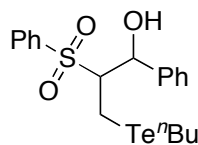
RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3), δ : 0,88 (t, $J = 7,5$ Hz, 3H); 0,97 (d, $J = 6,5$ Hz, 3H); 1,27 (d, $J = 6,5$ Hz, 3H); 1,33 (d, $J = 6,5$ Hz, 3H); 1,34 (qt, $J = 7,5$ Hz, 2H); 1,43 (d, $J = 6,5$ Hz, 3H); 1,51-1,58 (m, 2H); 2,42-2,54 (m, 2H); 2,79 (dd, $J = 4,0$ Hz, $J = 12,0$ Hz, 1H); 3,00 (dd, $J = 11,0$ Hz, $J = 12,0$ Hz, 1H); 3,20 (dt_{aparente}, $J = 4,0$ Hz, $J = 11,0$ Hz, 1H); 3,42 (Salargado, 1H); 4,15 (hept, $J = 6,5$ Hz, 2H); 4,90 (d, $J = 4,0$ Hz, 1H); 7,24-7,40 (m, 5H). **RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3)**, δ : 13,5; 20,5; 20,6; 20,7; 20,8; 20,9; 22,9; 24,9; 32,5; 46,3; 49,2; 50,3; 75,2; 126,2; 127,5; 128,3; 141,7; 173,7. **RMN ^{77}Se (95 MHz, CDCl_3)**, δ : 144,4.

4.20.25. 3-(butilselanil)-1-(fenil-2-(fenilsulfonil) propan-1-ol (3.49)



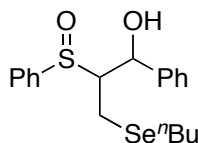
RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,76 (t, $J = 7,5$ Hz, 3H); 1,04-1,25 (m, 4H); 1,93-2,08 (m, 2H); 2,89 (t_{aparente}, $J = 6,6$ Hz, 2H); 2,89 (t_{aparente}, $J = 6,6$ Hz, 2H); 3,53-3,57 (m, 1H); 5,62 (s, 1H); 7,27-7,37 (m, 5H); 7,59-7,75 (m, 3H); 7,98-8,00 (m, 2H). **RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3)**, δ : 13,5; 13,6; 22,9; 25,6; 25,7; 32,1; 69,6; 73,8; 125,7; 128,0; 128,6; 129,0; 129,6; 134,4; 137,5; 139,5. **RMN ^{77}Se (95 MHz, CDCl_3)**, δ : 220,9. **IV (filme, cm^{-1})**: 689; 734; 1319; 1448; 1700; 1774; 1816; 2871; 2927; 2956; 3505. **EMAR-ESI**: Calc. para ($\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{O}_3\text{TeNa}$): 435,0509; exp: 435,0510.

4.20.26. 3-(butiltelanyl)-1-fenil-2-(fenilsulfonyl)propan-1-ol (3.50)



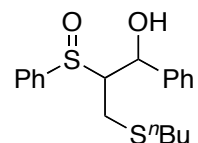
RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,78 (t, $J = 7,2$ Hz, 3H); 1,12 (sext, $J = 7,2$ Hz, 2H); 1,36 (qt, $J = 7,2$ Hz, 2H); 2,19 (t, $J = 7,2$ Hz, 2H); 2,79 (dd, $J = 5,1$ Hz, $J = 13,2$ Hz, 1H); 3,02 (dd, $J = 6,6$ Hz, $J = 13,2$ Hz, 1H); 3,56 (d_{alargado}, $J = 2,7$ Hz, 1H); 3,71 (t, $J = 6,6$ Hz, 1H); 5,53 (Salargado, 1H); 7,28-7,33 (m, 5H); 7,52-8,10 (m, 5H). **RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3), δ :** 6,1; 13,3; 24,9; 33,7; 69,5; 75,2; 125,7; 128,5; 128,6; 128,9; 129,5; 133,7; 134,3; 137,2; 139,3. **RMN ^{125}Te (157,9 MHz, CDCl_3), δ :** 379,5. **IV (filme, cm^{-1}):** 689; 746; 1305; 1447; 2870; 2926; 2956; 3503. **EMAR-ESI:** Calc. para ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{O}_3\text{STeNa}$): 485,0406; exp: 485,0404.

4.20.27. 3-(butilselanyl)-1-fenil-2-(fenilsulfinil)propan-1-ol (3.47)



RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,82 (t, $J = 7,0$ Hz, 3H); 1,12 (m, 3H); 1,37 (qt, $J = 7,0$ Hz, 2H); 2,28-2,39 (m, 4H); 3,38 (dt, $J = 5,5$ Hz, $J = 9,0$ Hz, 1H); 5,20 (d, $J = 9,0$ Hz, 1H); 7,30-7,43 (m, 5H); 7,54-7,56 (m, 3H); 7,83-7,85 (m, 2H). **RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3), δ :** 25,8; 55,5; 120,7; 124,0; 124,7; 126,9; 129,2; 129,3; 129,4; 130,0; 131,1; 131,2; 142,8; 143,0; 143,3. **RMN ^{77}Se (95 MHz, CDCl_3), δ :** 154,4. **EMAR-ESI:** Calc. para ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{SSeNa}$): 419,0560; exp: 419,0548.

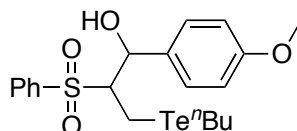
4.20.28. 3-(butilsulfanyl)-1-fenil-2-(fenilsulfinil)propan-1-ol (3.46)



RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,85 (t, $J = 7,2$ Hz, 3H); 1,30-1,35 (m, 4H); 2,34-2,42 (m, 2H); 2,65-2,69 (m, 1H); 2,88 (dd, $J = 3,0$ Hz, $J = 14,7$ Hz, 1H); 3,22 (dd, $J = 10,8$ Hz, $J =$

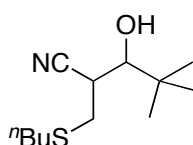
14,7 Hz, 1H); 5,27 (s, 1H); 7,04-7,06 (m, 2H); 7,23-7,32 (m, 3H); 7,61-7,77 (m, 5H).
RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3), δ : 13,5; 21,8; 25,5; 31,3; 32,3; 70,2; 70,8; 124,4; 125,2;
 127,5; 128,4; 129,6; 131,3 140,3; 141,7. **EMAR-ESI:** Calc. para ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{SSeH}$):
 349,1296; exp: 349,1287.

4.20.29. 3-(butiltelanil)-1-(4-metóxiifenil)-2-(fenilsulfonil)propan-1-ol ()



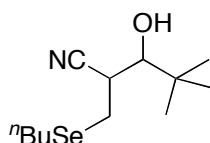
RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,78 (t, $J = 7,2$ Hz, 3H); 1,13 (sext, $J = 7,5$ Hz, 2H); 1,38
 (qt, $J = 6,7$ Hz, 2H); 2,22 (t, $J = 7,5$ Hz, 2H); 2,76 (dd, $J = 5,2$ Hz, $J = 13,1$ Hz, 1H); 3,02 (dd,
 $J = 6,8$ Hz, $J = 13,1$ Hz, 1H); 3,41 (d_{aparente} , $J = 2,3$ Hz, 1H); 3,66 (t, $J = 5,2$ Hz, 1H); 3,78 (s,
 3H); 5,46 (s, 1H); 6,85 (d, $J = 8,8$ Hz, 2H); 7,18 (d, $J = 8,8$ Hz, 2H); 7,52-7,98 (m, 5H).
RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3), δ : -11,9; 6,0; 13,3; 25,0; 33,8; 55,3; 69,3; 75,1; 114,0; 126,9;
 128,9; 129,5; 131,1; 134,3; 137,4; 159,5. **RMN ^{125}Te (157,9 MHz, CDCl_3), δ :** 380,1.

4.20.30. 2-(butilsulfanilmetil)-3-hidróxi-4,4-dimetilpentanonitrila (3.21a)



RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,92 (t, $J = 7,2$ Hz, 3H); 1,02 (s, 9H); 1,42 (sext, $J = 7,2$ Hz,
 2H); 1,58 (qt, $J = 7,2$ Hz, 2H); 2,60 (t, $J = 7,2$ Hz, 3H); 2,88-2,97 (m, 3H); 3,50 (s, 1H).
RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3), δ : 13,6; 21,8; 26,0; 31,5; 32,4; 34,0; 34,3; 35,5; 77,5; 119,7.

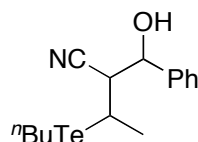
4.20.31. 2-(butilselanilmetil)-3-hidróxi-4,4-dimetilpentanonitrila (3.21)



RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,95 (t, $J = 7,3$ Hz, 3H); 1,02 (s, 9H); 1,42 (sext, $J = 7,3$ Hz,
 2H); 1,66 (qt, $J = 7,3$ Hz, 2H); 2,51 (s_{alargado} , 1H); 2,68 (t, $J = 7,3$ Hz, 2H); 2,88-3,00 (m,

3H); 3,46 (s, 1H). **RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3)**, δ : 13,5; 22,8; 24,8; 25,1; 26,0; 32,4; 35,0; 35,6; 78,6; 119,8. **RMN ^{77}Se (95 MHz, CDCl_3)**, δ : 163,5.

4.20.32. 3-(butiltelanil)-2-(hidróxi(fenil)metil)butanonitrila (3.56)



RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3), δ : 0,93 (qt_{aparente}, $J = 7,5$ Hz, 3H); 1,31-1,45 (m, 2H); 1,67-1,86 (m, 5H); 1,69-2,83 (m, 2H); 3,08 (dd, $J = 5,1$ Hz, $J = 7,2$ Hz, 1H); 3,19 (qt, $J = 1,0$ Hz, $J = 7,2$ Hz 1H); 3,32-3,48 (m, 1H); 5,11 (d, $J = 5,1$ Hz, 1H); 7,46-7,50 (m, 5H). **RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3)**, δ : 4,2; 4,5; 10,2; 12,3; 13,3; 13,4; 20,9; 22,4; 25,1; 34,1; 50,8; 51,2; 73,4; 74,3; 118,2; 118,3; 125,9; 126,5; 128,9; 129,0; 129,1; 140,1; 140,3. **RMN ^{125}Te (157,9 MHz, CDCl_3)**, δ : 454,6; 472,4. **IV (filme, cm^{-1})**: 701; 762; 1025; 1042; 1454; 2240; 2870; 2925; 2957; 3455. **EMAR-ESI**: Calc. para ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{O}_3\text{STeNa}$): 384,0583; exp: 384,0569.