

(11a)-11-hidroxilup-20(29)-en-3-ona: elucidação estrutural por meio de difração de raios-X

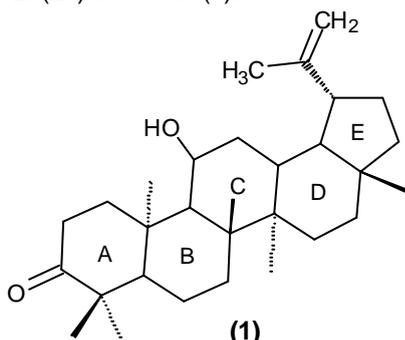
Rodrigo de Souza Corrêa* (IC)¹, Sílvia R. S. Silva (PG)², Grácia D. F. Silva (PQ)², Luiz C. A. Barbosa (PQ)³, Lucienir Pains Duarte (PQ)², Javier Ellena (PQ)⁴, Antônio C. Doriquetto (PQ)¹

¹ Lab. de cristalografia, Depart. de Ciências Exatas – Unifal-MG, 37130-000, Alfenas, MG; ² Depart. de Química, ICEX, UFMG, 31270-901, Belo Horizonte, MG; ³ Depart. de Química, UFV, 36570-000, Viçosa, MG; ⁴ Instituto de Física de São Carlos - USP, Cx. P. 369, 13560-970, São Carlos, SP. e-mail: rodrigoquimic@yahoo.com.br

Palavras Chave: (11a)-11-hidroxilup-20(29)-en-3-ona, Difração de raios X, estrutura cristalina.

Introdução

Maytenus é o mais conhecido gênero da família da celastrácea e destaca-se por apresentar uma diversidade de metabólitos secundários entre os quais os terpenóides.^[1] Os Triterpenos pentacíclicos (TPPC) compõem uma classe de compostos químicos que têm sido frequentemente isolados da *Maytenus imbricata*. A partir dos ramos e talos dessa planta foi obtido, por exemplo, o lupano (11a)-11-hidroxilup-20(29)-en-3-ona (1).^[2]



Entre os lupanos, apesar serem bastante conhecidos e bem caracterizados por técnicas espectroscópicas, existem poucas substâncias com estrutura cristalina determinada. No banco de dados cristalográfico da Cambridge (CSD) estão depositadas apenas 14 estruturas. Assim, o objetivo do presente trabalho é descrever, pela primeira vez, a estrutura cristalina de (1) determinada a partir de dados de difração de raios-X (DRX).

Resultados e Discussão

Os monocristais de (1) para o experimento de DRX foram obtidos em mistura de hexano e acetato de etila 1:1. A estrutura cristalina foi determinada por métodos diretos e refinada por mínimos quadrados de matriz completa em F^2 , usando os programas SHELXS-97 e SHELXL-97, respectivamente. Os principais parâmetros cristalográficos são: Grupo Espacial = $P2_1$; $a = 13,444 \text{ \AA}$, $b = 14,446 \text{ \AA}$, $c = 13,522 \text{ \AA}$; $\alpha = \gamma = 90,00^\circ$, $\beta = 99,70^\circ$; $V = 2588,6 \text{ \AA}^3$; $Z = 2$; Densidade = $1,131 \text{ Mg/m}^3$; Reflexões Coletadas = 6917; Reflexões Independentes = 4880 [$R(\text{int}) = 0,1841$]; Numero de Parâmetros = 580;

$R1[>2\sigma(I)] = 0,0969$; $wR^2[>2\sigma(I)] = 0,2279$; $R1[\text{Total}] = 0,1499$; $wR^2[\text{Total}] = 0,2630$; $S = 1,067$.

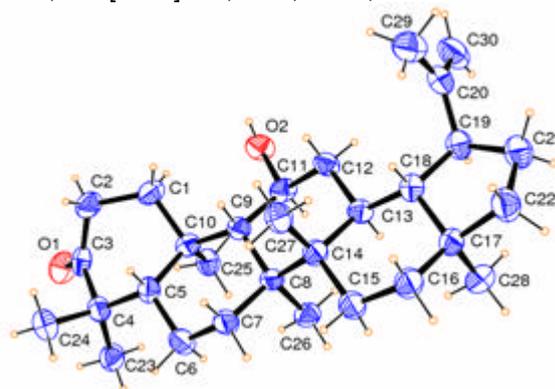


Figura 1: Representação ORTEP-3 de (1)

A Fig. 1 mostra uma representação do ORTEP-3 de (1) com os átomos de oxigênio rotulados e com elipsóides a 50% de probabilidade. A estrutura cristaliza no grupo espacial $P2_1$ com duas moléculas na unidade assimétrica. Na Fig. 1 apenas uma das moléculas é ilustrada. Uma análise da geometria intra-molecular de (1) foi realizada por meio do MOGUL e revelou que todos os comprimentos e ângulos de ligação, bem como ângulos diédros, estão dentro da média dos valores esperados para as duas moléculas independentes por simetria presentes. Observa-se ainda que não há nenhuma diferença intra-molecular significativa entre as duas moléculas. Com relação à análise das interações inter-moleculares observa-se que o empacotamento cristalino é estabilizado por ligações de hidrogênio moderadas envolvendo os grupos alcoólicos e carboxílicos das duas moléculas na unidade assimétrica. São formadas duas cadeias unidimensionais infinitas ao longo da direção $[010]$.

Conclusões

A estrutura cristalina do TPPC isolado da *Maytenus imbricata*, (11a)-11-hidroxilup-20(29)-en-3-ona, foi determinada inambiguamente por meio de DRX.

Agradecimentos

Ao CNPq, FINEP e FAPEMIG. Ao PIBIC/CNPq pela bolsa de IC à RSC.

¹ Brünning R, Wagner H. *Phytochemistry* **1978**, 17 (11), 1821.

² Souza e Silva, S. R. et al. *Helv. Chim. Acta*, **2005**, 88, 1102-1109.