

Síntese, caracterização e determinação da estrutura cristalina por difração de Raios X de monocristal de uma nova dinitrofenil-hidrazona.

Patrícia R. Gomes (IC)*, Antônio L. Soares Jr. (IC), Renata Diniz (PQ), Luiz Fernando C. de Oliveira (PQ), Mauro V. de Almeida (PQ).

* patriciaramosgomes@yahoo.com.br

Departamento de Química -ICE- Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora - MG, 36036-900.

Palavras Chave: hidrazona, estrutura cristalina, difração de Raios X.

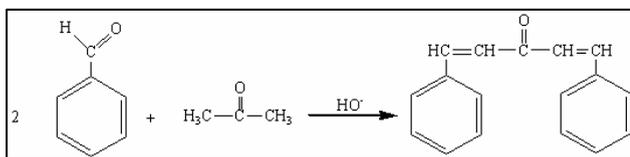
Introdução

Hidrazonas são compostos provenientes da reação de cetonas e hidrazinas onde são caracterizadas pela presença do grupo $C=N-NR_2$. Esta família de compostos pode apresentar atividades biológicas tais como: antiinflamatória, antitrombótica, analgésica, anticonvulsivante, antitumoral e, quando coordenadas a metais, podem ser agentes bacteriostáticos.¹ Além disso, podem ser utilizadas como indicadores ácido-base.²

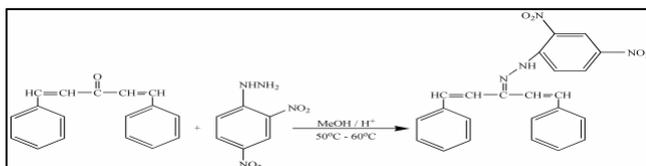
Esse trabalho apresenta a estrutura cristalina de uma nova dinitrofenil-hidrazona, objetivando a identificação das interações intermoleculares presentes no estado sólido.

Resultados e Discussão

Inicialmente, reagimos benzaldeído e propanona em meio básico na razão de 2:1 para obtenção do composto **1** (1,5-difenilpenta-1,4-dien-3-ona) com 98% de rendimento (Esquema 1). Posteriormente, a cetona **1** foi submetida à reação com 2,4-dinitrofenil-hidrazina, em MeOH e meio ácido a 50-60 °C, produzindo o composto **2** [2-(2,4-dinitrofenil)-1-(1,5-difenilpenta-1,4-dieno-3-hidrazona)], com 88% de rendimento (Esquema 2). Monocristais do composto **2** foram obtidos por recristalização em hexano:acetato de etila na razão de 1:2.



Esquema 1.



Esquema 2

O composto **2** cristaliza-se no sistema monoclinico e grupo espacial $P2_1/a$. Os parâmetros estatísticos do refinamento final utilizando 1847 reflexões são $R(F) = 0,053$, $wR(F^2) = 0,110$ e $S = 1,080$. A estrutura cristalina do composto **2** está disposta na Figura 1.

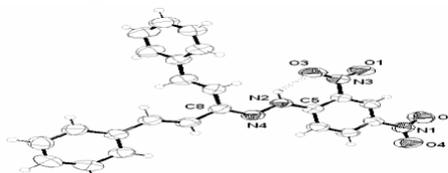


Figura 1. Estrutura cristalina do composto **2**.

Na dinitrofenil-hidrazona (Figura 1) as ligações $C8=N4$, $N4-N2$ e $N2-C5$ são respectivamente 1,308(4), 1,379(3) e 1,369(4)Å. No grupo 2,4-dinitrofenil a distância média das ligações N-O e C-N são 1,237(3) e 1,459(4) Å, respectivamente. Os ângulos formados entre os planos dos anéis aromáticos são iguais a 74,0, 13,5 e 85,9°. Estes ângulos indicam que apenas 1 dos anéis fenil é pouco distorcido em relação ao plano do anel que está ligado a hidrazona. Esta molécula apresenta uma ligação de hidrogênio intramolecular entre o grupo hidrazona e o grupo nitro na posição alfa, cuja distância $N2\cdots O3$ é de 2,627(4)Å. O anel fenil forma interação de empacotamento π com outro anel fenil da molécula adjacente sendo a distância centróide-centróide de 3,982 Å.

Os compostos **1** e **2** foram caracterizados por espectroscopia de Infravermelho, Raman e RMN de 1H e ^{13}C .

Conclusões

Neste trabalho foram sintetizados 2 compostos, sendo um inédito (composto **2**) com rendimentos satisfatórios. Os resultados de difração de raios X do composto **2** mostram que ligações de hidrogênio e de empacotamento π governam o empacotamento cristalino.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

A UFJF e ao LDRX do IF-UFF pelas medidas de difração de raios X.

¹Fontes, A. P. S et al. *Transition Met. Chem.* **2004**, 29, 382.

²Rezende, M. C. et al *Quim. Nova* **2007**, 30, 229.