

# A síntese de uma fenilpirazolona e um experimento de equilíbrio ceto-enol monitorado por RMN <sup>1</sup>H

Sebastião F. Fonseca (PQ)

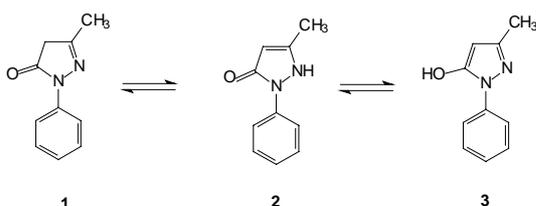
Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas

C.P. 6154, Campinas, SP – 13083-970, sfonseca@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: fenilpirazolona, equilíbrio ceto-enol, RMN <sup>1</sup>H

## Introdução

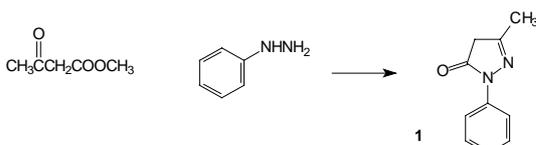
Pirazolonas podem ser sintetizadas a partir de compostos carbonílicos e hidrazinas. Uma fenilpirazolona que pode ser sintetizada facilmente pela reação do acetoacetato de etila e fenil-hidrazina, com a formação de um anel pirazólico substituído, é a 3-metil-1-fenilpirazol-5-ona (**1**) que pode existir em outras duas formas formas tautoméricas (**2 e 3**).



Dois dos tautômeros existem preferencialmente em soluções de CHCl<sub>3</sub> e dimetilsulfóxido (DMSO) e isso pode ser confirmado por espectroscopia de RMN<sup>1</sup>H. Um experimento para disciplinas de graduação de cursos de química ou farmácia envolve a síntese da fenilpirazolona **1** e o estudo de seu equilíbrio ceto-enol, através de seus espectros de RMN <sup>1</sup>H em CDCl<sub>3</sub> e DMSO deuterado.

## Resultados e Discussão

A fenilpirazolona **1** foi sintetizada pelo refluxo de uma solução de acetoacetato de etila e fenil-hidrazina (*Figura 1*) em tetraidrofurano durante uma hora, com uma pequena adaptação do procedimento da literatura.



**Figura 1.** Síntese da fenilpirazolona.

A mistura reacional foi concentrada em placa de aquecimento até formar um óleo

viscoso, que foi resfriado e tratado com éter etílico e deu origem a um material sólido.

A filtração desse material em funil de Buchner, e lavagem com éter etílico, forneceu um produto sólido de cor bege clara (65% de rendimento). A cromatografia em camada delgada mostrou apenas uma mancha bem definida e ponto de fusão 122-125°C, compatível com o do produto esperado.

O espectro da fenilpirazolona **1** em CDCl<sub>3</sub> mostrou sinais em δ 2,1 (s, 3H) 3,4 (s, 2H) e 7,0-8,0 (m, 5H), correspondentes à forma tautomérica **1**, enquanto que as absorções observadas no espectro em DMSO deuterado em δ 2,1 (s, 3H), 5,5 (s, 1H) e 7,0-8,0 (m, 5H) são compatíveis com a forma tautomérica **3**.

## Conclusões

A síntese da fenilpirazolona pode ser realizada pela reação do acetoacetato de etila e fenil-hidrazina em solução de tetraidrofurano, e sua purificação pode ser feita por tratamento com éter dietílico e filtração a vácuo.

Os espectros de RMN <sup>1</sup>H do produto em soluções de clorofórmio e dimetilsulfóxido deuterados indicam uma forma tautomérica preferencial em cada solvente.

O experimento possibilita abordagens sobre reações de compostos carbonílicos, em particular β-cetoésteres, com nucleófilos nitrogenados, formação de anel pirazólico e deslocamento de equilíbrio ceto-enol monitorado por RMN <sup>1</sup>H.

O experimento pode ser aplicado em cursos de graduação em química ou farmácia, com a seleção de algumas amostras para obtenção dos espectros de RMN <sup>1</sup>H.

## Agradecimentos

O autor agradece o apoio dos estagiários de capacitação docente (PEDs) do Instituto de Química nas aulas em que o experimento foi desenvolvido.