

Síntese, purificação e elucidação estrutural por difração de Raios-X do análogo de chalcona $C_{20}H_{22}O_3N_1$.

Caridad Noda Pérez¹ (PQ)*, Hamilton Barbosa Napolitano¹ (PQ), William Borges Fernandes¹ (PG)

¹ Unidade Universitária de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Goiás, Br 153, Km 98, Caixa postal 459, 75001-970, Anápolis-GO - *e-mail:carynoda@yahoo.com.br

Palavras Chave: Chalconas, cristalografia de Raios-X.

Introdução

Chalconas são compostos orgânicos que pertencem ao grupo dos metabólitos secundários dos flavonóides e são obtidos pela reação de condensação de Claisen-Schmidt entre cetonas e aldeídos aromáticos na presença de catalisadores hidróxidos alcalinos em água ou etanol^{1,2}. São compostos de grande interesse farmacológico e químico por possuírem diversas atividades biológicas, sendo que várias delas já foram reportadas na literatura, como ação antiinflamatória, antimultagênica, antimalarial, antileishmanial dentre outras^{2,3}. Neste trabalho foi realizada a síntese, purificação e caracterização estrutural por difração de raios X do análogo de chalcona do tipo retinóide (1E,4E)-1-(4-nitrofenil)-5-(2,6,6-trimetilciclohex-1-enil)-penta-1,4-dien-3-ona.

Resultados e Discussão

O análogo de chalcona $C_{20}H_{22}O_3N_1$ foi obtido a partir da reação equimolar entre a β -ionona e o p-nitrobenzaldeído solubilizado em metanol, utilizando como catalisador, 2,2% de hidróxido de lítio em relação à massa de β -ionona. A reação se processou a temperatura ambiente com agitação magnética por 90 minutos tendo um rendimento médio de 81,2%. A separação do produto da mistura reacional foi realizada por extração líquido-líquido, utilizando diclorometano como solvente. O produto obtido da fração orgânica, foi precipitado em etanol e depois filtrado. O composto foi purificado por recristalização utilizando etanol, tendo sua pureza determinada por cromatografia gasosa em um CG VARIAN, modelo 3900. Após sucessivas purificações por recristalização em etanol, teve-se o crescimento de monocristal por meio de difusão indireta de vapor utilizando um sistema de hexano e metanol a temperatura ambiente. Os dados cristalográficos foram coletados no difratômetro Kappa CCD, utilizando a radiação $K\alpha$ de Molibdênio, com comprimento de onda igual à 0,71071Å. A estrutura foi resolvida pelos Métodos Diretos e refinada pelo método dos Mínimos Quadrados. Todos os cálculos foram feitos utilizando o pacote de programas WINGX^{4,5}. Foram obtidos os seguintes dados cristalográficos: $a = 11,593(2)$ Å, $b = 11,715(2)$ Å, $c = 14,202(2)$ Å, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ e $\beta = 110,0^\circ$, sistema cristalino monoclinico, e grupo

espacial $P2_1/c$, $Z = 4$, volume de cela igual à $1810,8(2)$ Å³, sendo coletados 17572 reflexões sendo 3211 reflexões únicas. Os fatores residuais obtidos foram $R_1 = 0,042$ e $wR_2 = 0,131$. A estrutura molecular do composto elucidado está representada na Figura 1.

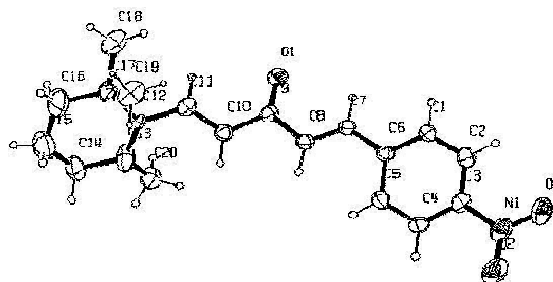


Figura 1. Representação do análogo de chalcona utilizando software ORTEP⁶ com elipsóides a um nível de 30% de probabilidade.

Conclusões

O análogo de chalcona $C_{20}H_{22}O_3N_1$ obtido na forma de cristais com elevado teor de pureza, via reação de condensação de Claisen-Schmidt, foi elucidado por difração de raios-X comprovando a obtenção do composto esperado pela rota de síntese utilizada. Este mesmo composto será enviado para testes farmacológicos posteriores.

Agradecimentos

A CAPES pela bolsa de mestrado a WBF e pela bolsa de estágio posdoutoral a HBN. À *American Crystallographic Association Summer Course in Small Molecule Crystallography*, realizado na Indiana University of Pennsylvania em julho de 2009, pela coleta de dados.

¹ Climent, M. J.; Corma, A.; Iborra, S.; et al. *Journal of Catalysis*, **1995**, *156*, 60-66.

² Dominguez, J. N.; Charris, J. E.; Lobo, G.; et al. *European Journal of Medicinal Chemistry*, **2005**, *66*, 555-560.

³ Nowakowska, Z. *European Journal of Medicinal Chemistry*, **2007**, *42*, 125-137.

⁴ Farrugia, L. J. *Journal Appl. Cryst.* **1999**, *32*, 837-838.

⁵ Sheldrick, G. M. *SHELXS97 and SHELXL97*, **1997**, University of Gottingen, Germany.

⁶ Farrugia, L. J. *Journal Appl. Cryst.* **1997**, *30*, 565.