

## Síntese de novos 3,5-diaril-4,5-diidro-1H-amidinopirazóis promovida por ultrassom.

Lucas Pizzuti<sup>1,2</sup> (PQ)\*, Paula L. G. Martins<sup>1</sup> (PG), Dalila Venzke<sup>3</sup> (PG), Stanley N. S. Vasconcelos<sup>1</sup> (IC), Alex F. C. Flores<sup>4</sup> (PQ), Frank H. Quina<sup>2</sup> (PQ) e Cláudio M. P. Pereira<sup>3</sup> (PQ). [lucas.pizzuti@gmail.com](mailto:lucas.pizzuti@gmail.com)

<sup>1</sup> Centro de Capacitação e Pesquisa em Meio Ambiente (CEPEMA-USP), Universidade de São Paulo, Cubatão, SP.

<sup>2</sup> Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP.

<sup>3</sup> Departamento de Química e Geociências, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS.

<sup>4</sup> Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS.

Palavras Chave: 4,5-diidropirazóis, síntese limpa, ultrassom, heterociclos

### Introdução

Pirazóis e derivados são subestruturas presentes em uma gama enorme de compostos que possuem importantes atividades biológicas e propriedades farmacológicas.<sup>1</sup> Por outro lado, o uso da irradiação de ultrassom para ativar reações orgânicas tem tomado nova dimensão. Reações como oxidações, reduções, abertura de epóxidos, aminação de aldeídos e síntese de líquidos iônicos são realizadas com ótimos rendimentos e seletividades.<sup>2</sup>

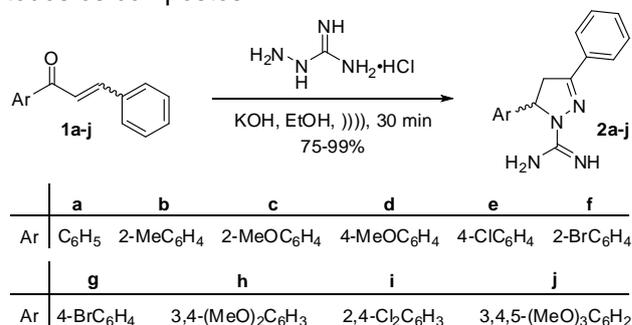
Por ser conhecido o benefício do ultrassom, é de grande interesse a aplicabilidade na síntese de novos derivados de pirazóis. Para o preparo do núcleo pirazol uma análise dos métodos previamente relatados, revelou graves inconvenientes sintéticos como a mistura de produtos, tempo longo de reação, altas temperaturas e o uso de catalisadores. Com o aumento da consciência ambiental desencadeou a busca de novos produtos e processos de menor impacto. Neste sentido, em continuidade ao nosso trabalho de obtenção de compostos heterocíclicos em ultrassom, descrevemos aqui a síntese de 3,5-diaril-4,5-diidro-1H-amidinopirazóis através da ciclocondensação de chalconas com cloridrato de aminoguanidina.

### Resultados e Discussão

Rigorosas restrições legislativas sobre a exposição da poluição têm forçado a aplicação de solventes biorrenováveis na prática.<sup>3</sup> Neste esforço, sintetizamos novos 3,5-diaril-4,5-diidro-1H-amidinopirazóis **2** pela reação de chalconas **1** com cloreto de aminoguanidina catalisada por KOH em etanol (Esquema 1). A mistura de reagentes foi sonicada fazendo-se uso de uma sonda de ultrassom por 30 minutos. Em nossos estudos descobrimos que o etanol foi o solvente mais apropriado para estas reações, dando os melhores resultados.<sup>4</sup>

O progresso das reações foi monitorado por cromatografia gasosa e os produtos foram isolados por uma filtração simples no funil de Büchner para excluir o excesso de cloreto de aminoguanidina, 33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

seguida pela dissolução em água e extração com acetato de etila. Os produtos **2** foram caracterizados por RMN <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C e as estruturas confirmadas por análises de massas com erro menor que 5 ppm para todos os compostos.



Esquema 1. Síntese dos 3,5-diaril-4,5-diidro-1H-amidinopirazóis.

### Conclusões

Em resumo, relatamos uma forma muito simples, rápida e ambientalmente correta para a síntese de novos 3,5-diaril-4,5-diidro-1H-amidinopirazóis por simples mistura dos reagentes em etanol sob irradiação ultrassônica. Vantagens significativas do método assistido por ultrassom incluem o fato de que a reação é simples de se executar, os produtos são isolados com bons rendimentos, o tempo de reação é curto (30 minutos), recristalização ou cromatografia em coluna não são necessárias para a purificação, os produtos são obtidos com excelente grau de pureza (>99%).

### Agradecimentos

FAPESP, CNPq (310472/2007-5, 475575/2008-3), INCT Estudos do Meio Ambiente/CNPq (573.667/2008-0) e CAPES pelo apoio financeiro.

<sup>1</sup> Elguero, J.; Goya, P.; Jagerovic, N.; Silva, A. M. S. *Targets in Heterocyclic System* **2002**, Italian Society of Chemistry, Roma.

<sup>2</sup> Manson, T. J. *Chem. Soc. Rev.* **1997**, *26*, 447.

<sup>3</sup> Sheldon, R. A. *Green Chem.* **2007**, *9*, 1273. Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.

<sup>4</sup> Pizzuti, L.; Martins, P. L. G.; Ribeiro, B. A.; Quina, F. H.; Pinto, E.; Flores, A. F. C.; Venzke, D.; Pereira, C. M. P. *Ultrason. Sonochem.* **2010**, *17*, 34.