

SÍNTESE E IDENTIFICAÇÃO DE ACRILAMIDAS

Ana Maria Alves de Souza(PQ)^{1*}, Simone Torres Pádua Walfrido(IC)², Lúcia Fernanda C. da Costa Leite(PQ)³, Maria Carmo Alves Lima(PQ)², Carlos Alberto De Simone(PQ)⁴, Javier Alcides Ellena(PQ)⁴, Suely Lins Galdino(PQ)², José Maria Barbosa Filho(PQ)⁵ e Ivan Rocha Pitta(PQ)².

E-mail: analvesouza@ig.com.br

¹Colégio de Aplicação – UFPE, 50740-530-Recife - PE, Brazil; ²Departamento de Antibióticos - UFPE, ³Departamento de Química - Universidade Católica de Pernambuco, ⁴Instituto de Física – USP, ⁵Laboratório de Tecnologia Farmacêutica – UFPB.

Palavras Chave Benzotiazina, Acrilamida, Síntese.

Introdução

Na Química, a difração de raios-X pode gerar informações valiosas sobre as características da estrutura de um composto e, uma das principais preocupações dos químicos é conhecer a estrutura de moléculas, tanto sintéticas quanto isoladas de fontes naturais. Portanto, é necessário determinar o arranjo dos átomos nas moléculas para entender as propriedades químicas, físicas e biológicas. Há uma variedade de técnicas químicas e físicas, associadas principalmente a métodos espectroscópicos e espectrométricos, usadas para a determinação estrutural dos compostos. Mas, poucos são os recursos disponíveis quando se necessita saber a distribuição espacial relativa dos átomos constituintes de uma dada molécula. Dentre as alternativas existentes, uma das mais frutíferas é a que faz uso da difração dos raios X. Neste trabalho apresentamos os dados cristalográficos de derivado acrilamida, obtido de compostos benzotiazínicos que apresentam importantes propriedades farmacológicas, indicando que 1,4-benzotiazina é um modelo que pode ser usado potencialmente em pesquisas na área de química medicinal e em aplicações terapêuticas¹.

Resultados e Discussão

O presente estudo descreve a obtenção dos compostos substituídos (2E)-N-alkil-N-(2-hidroxi-5-nitrofenil)-3-fenilacrilamidas, (1-3) **Figure 1**.

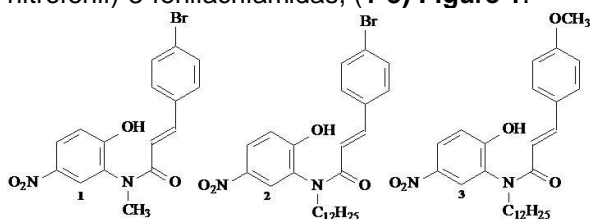


Figura 1: Estruturas dos compostos 1, 2, 3.

Esses compostos foram obtidos devido a presença de água, excesso de aquecimento e do grupo nitro na posição para; tudo isso contribuiu para a formação e ruptura do intermediário 6-nitro-4H-benzo[1,4]-oxazin-3-ona. Constantes de acoplamento de prótons etilênicos no 1H NMR e os dados cristalográficos de **2** demonstram que os compostos **1-3** apresentam a configuração *E*. Na Tabela 1, encontram-se os resultados obtidos das análises realizadas para o composto (**2**). Foram

usados os programas: para a determinação da célula e coleção de dados², redução de dados³, coleção de dados⁴, resolução da estrutura⁵, refinamento⁶, gráfico de apresentação⁷ e material para publicação⁸.

Table 1. Dados cristalográficos do composto **2**.

Empirical formula C ₂₇ H ₃₅ O ₄ N ₂ Br		
Formula weight 531.48	Z 4	Reflections collected 12320
Temperature 120(2) K	Density (calculated) 1.352 Mg/m ³	Independent reflections 8677 [R(int) = 0.0163]
Wavelength 0.71070 Å	Absorption coefficient 1.608 mm ⁻¹	Absorption correction Multiscan
Crystal system Monoclinic	F(000) 1112	Refinement method Full-matrix least-squares on F ²
Space group P2 ₁ /c	Crystal size 0.12 x 0.10 x 0.10 mm	Data / parameters 8677 / 615
Unit cell dimensions a = 11.0421(5) Å b = 7.3059(3) Å β = 91.51(2) c = 32.3832(16) Å	Theta range for data collection 1.26 to 25.0°	Goodness-of-fit on F ² 1.054
Volume 2611.5(2) Å ³	Index ranges -12 ≤ h ≤ 13, -8 ≤ k ≤ 8, -38 ≤ l ≤ 38	Final R indices [I > 2σ(I)] R1 = 0.060, wR2 = 0.1220

Conclusões

A ruptura do anel benzotiazínico favoreceu a formação de derivados fenilacrilamidas com configuração *E*, segundo os resultados das constantes de acoplamento de prótons etilênicos no 1H NMR e os dados cristalográficos do composto **2**.

Agradecimentos

UFPE, CAPES, UFPB, USP.

¹ Fringuelli, R.; Milanese, L.; Schiaffella, F. *Reviews in Medicinal Chemistry* **2005**, 5, 1061.

² Enraf-Nonius – *Diffractometer Kappa-CCD*, Nonius BV, Delft, The Netherlands, 1999.

³ Otwinowski, Z.; Minor, W.; Denzo, H.K.; Scalepack. In *Methods in Enzymology*, 276, Ed. C.W. Carter, Jr. & R.M. Sweet, Academic Press, New York, 1997, pp. 307-326.

⁴ Enraf-Nonius - COLLECT., Nonius BV, Delft, The Netherlands, 1997-2000.

⁵ Sheldrick, G.M.; SHELXS-97. *Program for Crystal Structure Resolution*. Univ. of Göttingen: Göttingen, Germany, 1997a

⁶ Sheldrick, G.M.; SHELXL-97. *Program for Crystal Structures Analysis*. Univ. of Göttingen: Göttingen, Germany, 1997b.

⁷ Farrugia, L.J.; ORTEP3 for Windows. *J. Appl. Cryst.* **1997**, 30, 565

⁸ Farrugia, L.J.; WinGX - Computing publication material. *J. Appl. Cryst.* **1999**, 32, 837.