

Análise Estrutural de etil (2E)-3-(4-hidroxi-3,5-dimetoxifenil)prop-2-enoato (C₁₃H₁₆O₅)

Lóide O. Sallum^{1*} (PG), Jefferson L. F. Silva¹ (PG), William B. Fernandes¹ (PG), Lorraine A. Malaspina² (PG), Carlito Lariucci² (PQ), Gilberto L. B. Aquino¹ (PQ), Hamilton B. Napolitano¹ (PQ)

¹Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, Brasil; ²Instituto de Física, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Brasil.

*loide.sallum@gmail.com

Palavras Chave: dihidroumarina, síntese, cristalografia

Introdução

As dihidroumarinas são substâncias fenólicas e constituem uma classe de metabólitos secundários dos vegetais. Existem relatos que a dihidroumarina possui atividade biológica frente à doença de Alzheimer e outras doenças¹. A hidroarilação de olefinas catalizada por ácido trifluoracético² resulta em moléculas de dihidroumarinas com bom rendimento. Por esta razão, foram realizadas várias reação de Wittig, obtendo como produto, compostos α,β -insaturados que foram usados para reagir com fenóis através da reação por condensação formando a dihidroumarina. Um dos compostos obtidos, etil (2E)-3-(4-hidroxi-3,5-dimetoxifenil)prop-2-enoato (C₁₃H₁₆O₅), mostrou formação de cristais incolores de hábito bem definidos. O composto foi isolado por cromatografia em coluna, usando coluna de vidro de diâmetro apropriado e sílica gel como fase estacionária (230-400 mesh, 60 Å). O monocristal foi obtido pelo método de difusão de vapores usando um sistema de hexano e metanol. O objetivo do estudo consiste na síntese e caracterização estrutural do composto C₁₃H₁₆O₅ por cristalografia de raio X.

Resultados e Discussão

O composto C₁₃H₁₆O₅ foi obtido a partir da reação entre Etoxicarbonilmetileno fosforana e 4-hidroxi-3,5-dimetoxifenil-benzaldeído. A estrutura cristalina foi resolvida por Métodos Diretos, através do programa SHELXS-97, e refinada pelo método dos Mínimos Quadrados, através do programa SHELXL-97, utilizando o pacote de programas WinGX^{3,4}. Os átomos de hidrogênio foram refinados isotropicamente e posicionados geometricamente. O composto cristalizou no sistema cristalino Monoclínico, grupo espacial C2/c, com os seguintes parâmetros cristalográficos: $a = 21.273(1)$ Å, $b = 7.391(1)$ Å, $c = 17.898(1)$ Å, $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 92.640(1)^\circ$; $Z = 8$ e $V = 2811.0(1)$ Å³. Foram medidas 23908 reflexões com 4279 independentes e 2848 observadas [$I > 4\sigma(I)$]. O fator residual final R_1 obtido foi 0,0479 para 181 parâmetros refinados. A estrutura molecular é predominantemente planar

com formação de dímeros no empacotamento, envolvendo duas moléculas de água, conforme ilustrado na Figura 1. Cada molécula na unidade assimétrica está envolvida em três ligações de hidrogênio intermolecular do tipo O—H...O.

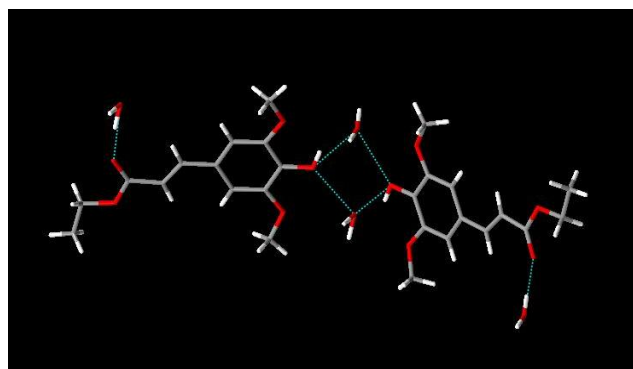


Figura 1. Empacotamento cristalino do composto C₁₃H₁₆O₅

Conclusões

As cumarinas têm conduzido a um interesse químico e bioquímico pelo fato dessas substâncias mostrarem atividades farmacológicas potentes e relevantes. As informações cristalográficas, em nível atômico, são fundamentais no entendimento da relação entre estrutura e atividade para o composto C₁₃H₁₆O₅.

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Carlos Alberto Simone do Departamento de Química da UFAL, pela coleta de dados. Este trabalho foi financiado parcialmente pela CAPES, FAPEG e FUNAPE/UFG.

¹ Barreto, R. A. Design e síntese de novos análogos estruturais da acetilcolina [Dissertação]. Unicamp, Campinas-SP. 2003.

² Li, K. et al. *Journal of Organic Chemistry*. 2005, 70, 7.

³ SLUIS, P. van der. et al. *Acta. Cryst. Section A*. 1990, 46, 194-201.

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