

Síntese e caracterização dos compostos intermediários para obtenção de uma ciclodextrina trivalente

Michelle A. Pinheiro^{1,*}(IC), Abdoulaye Mbengue¹ (PQ), Célia M. Ronconi¹(PQ)

michellepinheiro@id.uff.br

¹Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense, Rua Olteiro de São João Batista, s/n, Campus do Valonguinho, Centro, 24020-150 Niterói-RJ, Brasil.

Palavras Chave: Beta - Ciclodextrina, química supramolecular, complexo de inclusão, ciclodextrina modificada, polivalência.

Introdução

O desenvolvimento de compostos supramoleculares artificiais multivalentes requer o controle de interações não covalentes.¹ Conceitos como polivalência e cooperatividade são as diretrizes para o entendimento da complexidade em compostos supramoleculares.² É bem conhecido que ciclodextrinas (CDs) podem formar compostos de inclusão por interações hidrofóbicas com uma grande variedade de compostos.³ A afinidade das CDs por alguns compostos de inclusão pode triplicar quando CDs ditópicas são utilizadas, devido ao efeito de cooperatividade positiva.⁴ Deste modo, o objetivo deste trabalho é a síntese de receptores tritópicos de β -CDs e avaliação dos efeitos de cooperatividade na presença de ligantes monotópicos e tritópicos.

Resultados e Discussão

As β -CDs serão ligadas a um núcleo benzóico, conforme esquema reacional representado na Fig. 1.

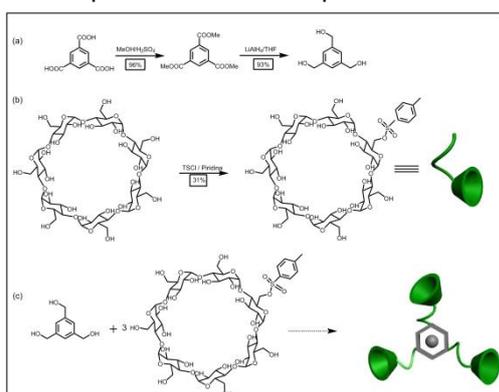


Figura 1. Esquema reacional para obtenção da CD tritópica.

Primeiramente fez-se a esterificação do ácido 1,3,5-tricarboxílico benzênico na presença de MeOH e H₂SO₄. O éster obtido foi, então, reduzido com LiAlH₄ em THF seco, resultando no tri-álcool. Ambos os produtos foram caracterizadas por IV, RMN de ¹H e de ¹³C. No espectro de IV do tri-álcool, observou-se o aparecimento de uma banda larga em 3342

cm⁻¹ referente à (OH) e em 1053 cm⁻¹ à (CH₂-OH), uma vez que ocorreu o desaparecimento das bandas correspondentes ao éster como a de 1732 cm⁻¹ referente à vibração (C=O) e 1249 cm⁻¹ referente à (O-CH₃), confirmando assim a finalização da primeira fase (a). A etapa (b) também já foi realizada, sendo uma S_N2 característica, utilizando *p*-cloreto de tosila e piridina seca, obteve-se a CD modificada, a qual posteriormente na etapa (c) através também de uma S_N2 resultará no receptor tri-tópico desejado. O precursor da etapa (b) também foi caracterizado por IV, RMN¹H e RMN¹³C. No espectro de RMN ¹H da CD tosilada pode-se observar a aparição dos três picos referentes a tosila, um singlete em 2,43 ppm referente a metila e dois dubletos em 7,74 ppm e 7,42 ppm referentes aos metinos, confirmando assim a finalização da segunda etapa do esquema reacional.

Conclusões

Foram sintetizados e caracterizados os dois primeiros precursores para a produção final do ligante trivalente, o qual posteriormente será complexado com ferroceno tri-tópico para estudar as constantes termodinâmicas de multivalência e cooperatividade presentes no sistema.

Agradecimentos

À FAPERJ pela bolsa de iniciação científica a matrícula 2010.5359.0, proc. E-26/ 100.675/ 2011 e ao laboratório multiusuários de RMN e IV pelas análises.

¹Hunter, C. A.; Ihekawaba, N.; Misuraca, M. C.; Segarra-Maset, M. D.; Turega, S. *Chem. Comm.* **2009**, 3964-3966.

²(a) Badjic, J. D.; Ronconi, C. M.; Stoddart, J. F.; Balzani, V.; Silvi, S.; Credi, A. *J. Am. Chem. Soc.* **2006**, *128*, 1489-1499; (b) Ronconi, C. M.; Stoddart, J. F.; Venturi, M.; Balzani, V. *Chem. Eur. J.* **2008**, *14*, 8365.

³ Lyra, M.A.M.; Alves, L.D.S.; Fontes, D. A. F.; Soares-Sobrinho, J. L.; Rolim-Neto, P.J; *Rev Ciênc Farm Básica Apl.*, **2010**, *31*(2):117-124.

⁴ Zhang, B.; Breslow, R *J. Am. Chem. Soc.* **1993**, *115*, 9353.