

ANÁLISE ESTRUTURAL DA MOLÉCULA $C_{17}H_{17}N_3O_2$

Bruno V. da Luz.¹(IC)*, Kleber da S. Moreira.²(PG) Hamilton B. Napolitano.³(PQ)

brunno.v.l._@hotmail.com

¹ Unidade Universitária de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Goiás, 75132-903, Anápolis Goiás, Brasil

² Unidade Universitária de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Goiás, 75132-903, Anápolis Goiás, Brasil

³ Unidade Universitária de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Goiás, 75132-903, Anápolis Goiás, Brasil

Resumo: A metodologia mais adequada, para obter informações sobre a estrutura tridimensional de uma molécula, é a cristalográfica. Essa metodologia permite conhecer a estrutura do cristal, as interações atômicas da matéria, os ângulos de ligações, os ângulos conformacionais e a sua natureza, desde que este esteja no estado sólido cristalino. O conhecimento do arranjo tridimensional molecular é uma das principais e mais importante informação para as Ciências Moleculares. Devido à importância da molécula $C_{17}H_{17}N_3O_2$ na área farmacológica e biológica, justifica-se a necessidade de compreender o processo cristalográfico para a caracterização estrutural deste composto. Nesta metodologia, se observa a matéria de forma indireta em seu estado cristalino, por difração de raios X. Esta técnica será utilizada para a finalidade proposta, devido ao comprimento de onda da sua radiação possuir a mesma dimensão das distâncias interatômicas ($\approx 1 \text{ \AA}$ (angstrom) = 10^{-10} m). Neste trabalho foi aplicado as principais etapas do trabalho cristalográfico, começando com a coleta de dados, a solução e o refinamento da estrutura.

Palavras-chave: Cristalografia. Composto químico. Difração de Raios-X. Hidrazona.

Introdução

As hidrazonas são compostos pertencentes às iminas derivadas da reação de hidrazinas com aldeídos ou cetonas nas condições apropriadas, que contém o esqueleto $R_1R_2C=N-NR_3R_4$ e apresentam uma variedade de aplicações químicas e farmacológicas (MANIKANDAN, 2011). Em geral as hidrazonas possuem diversas atividades biológicas como antibacterianas, antitumorais, tripanossomicidas (CUNHA et al, 2009), antimicrobianas, antituberculares, anticonvulsivantes, antiinflamatórias, citotóxicas e vasodilatadoras, entre várias outras funções (DESPAINGNE et al, 2010).

Material e Métodos

O trabalho de determinação da estrutura tridimensional através da cristalografia de raios X envolve as seguintes etapas: (1) cristalização (2) coleta de dados, (3) processamento dos dados, (4) resolução da estrutura, (5) refinamento, (6) validação e análise do modelo cristalográfico e (7) depósito no banco de dados apropriado. Essa metodologia a partir da lei de Bragg fornece o conhecimento tridimensional da estrutura molecular a nível atômico para compostos no estado cristalino. (FERNANDES *et al.*, 2010)

Resultados e Discussão

Os resultados foram obtidos em parceria com o grupo de Química Teórica e Estrutural de Anápolis (QTEA), durante o andamento do projeto, totalizando 480 horas (12 meses de projeto), alguns resultados foram atingidos conforme os objetivos específicos planejados em relação ao início da vigência do projeto, podendo-se citar:

- 1- Revisão bibliográfica, fundamentação teórica e formação de conceitos necessários para o entendimento e estudo do trabalho.
- 2- Análise da estrutura caracterizada e ilustrada $C_{17}H_{17}N_3O_2$ em relação aos dados cristalográficos conforme exposto na Figura 1, Figura 2 e Tabela 1.

Figura 1. Representação ORTEP com elipsoides a 50% do composto $C_{17}H_{17}N_3O_2$.

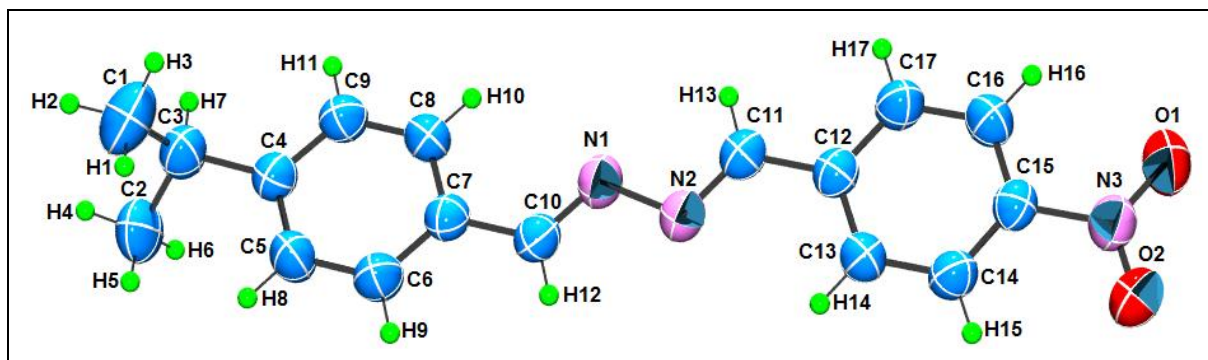


Figura 2. Empacotamento do composto $C_{17}H_{17}N_3O_2$ na cela unitária.

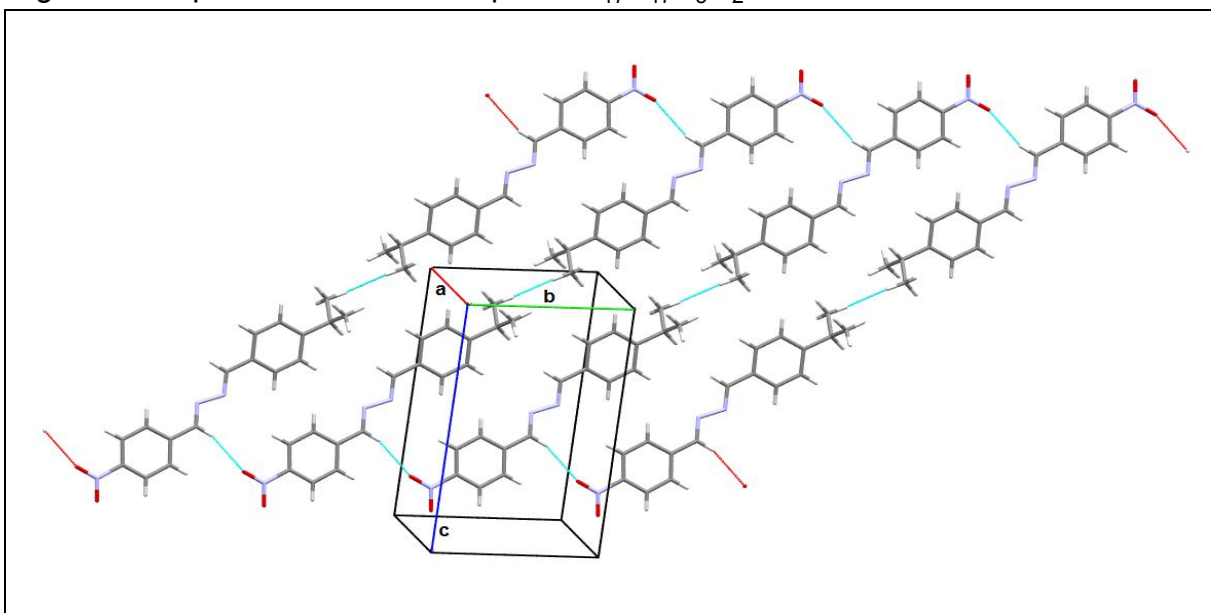


Tabela 1 - Dados cristalográficos e do refinamento da estrutura $C_{17}H_{17}N_3O_2$.

Fórmula molecular	$C_{17}H_{17}N_3O_2$
Massa molecular / coloração do cristal	295,33 / amarela
Temperatura da coleta (K)	293 (2)
Sistema cristalino / Grupo espacial	Triclínico / $P\bar{1}$
a (Å)	7.1953
b (Å)	8.1592
c (Å)	13.5753
α (°) / β (°) / γ (°)	94.9600 / 112.526 / 93.741
Volume (Å ³) / Z/Z'	772.75 / 2 / 1
Densidade calculada (Mg/m ³)	1.269
Coeficiente de Absorção (mm ⁻¹) / F(000)	0.85 / 312
Intervalo de θ para coleta de dados (°)	2,977 a 24,996
Intervalo dos índices limites	$-8 \leq h \leq 8$, $-10 \leq k \leq 10$, $0 \leq l \leq 16$
Reflexões coletadas / independentes / R_{int}	3140 / 3140 / N/A
Completeza para $\theta_{m\acute{a}x} = 24.99^\circ$	99,5 %
Dados /restrições/parâmetros	2712 / 0 / 228
Goodness-of-fit on F^2 (Goof)	1,048
Índices $R_{(obs)}$ [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0,0535$; $wR2 = 0,1407$
Índices $R_{(todos\ os\ dados)}$	$R1 = 0,0723$; $wR2 = 0,1528$

Considerações Finais

Na estrutura cristalizada o grupo espacial é o $P\bar{1}$, corresponde ao sistema cristalino triclinico que possui os parâmetros de rede $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$ que são os ângulos formados pelos vetores \vec{a} , \vec{b} e \vec{c} . Assim sendo o $Z = 2$ (unidade assimétrica por cela unitária), e o $Z' = 1$ (Números de moléculas cristalográficas independentes por unidade assimétrica). Os valores do $G_{oof} = 1,048$ e $R_{(obs)} = 0,0535$ estão de acordo com os valores recomendados, indicando que a estrutura apresenta uma considerável exatidão e precisão no modelo construído.

Agradecimentos

Ao Professor Doutor Hamilton Barbosa Napolitano por aceitar me orientar, ao Mestrando Kleber da Silveira Moreira, que juntos, tornaram possível o presente trabalho. Ao grupo de Química Teórica e Estrutural de Anápolis (QTEA), ao apoio financeiro da CAPES, a PRP e ao apoio da Universidade Estadual de Goiás (CCET) por fazer parte significativa do desenvolvimento do projeto.

Referências

ALTOMARE, A. A.; CASCARANO, G.; GIACOVAZZO, C.; GUAGLIARDI, A. Sir92: **a program for crystal structure solution.** *Journal of Applied Crystallography*, [s.l.], v.26, p. 343-350, 1993.

ATKINS, P. & PAULA, J. *Físico-Química*. v.2, 8ª ed. Rio de Janeiro:LTC,
CARVALHO, S. P.; SALLUM, O. L.; CIDADE, F. A.; AQUINO, L. B.;
NAPOLITANO, B. H.(E)-1-(4-Methoxyphenyl)3-(3,4,5-trimethoxyphenyl)prop-2-en-1-one.*Acta Crystallographica Section*, [s.l.], v. 67, p. 2126, 2011.

CUNHA, Silvio et al. Guanylation of Thiosemicarbazones: **A New Synthetic Routeto Polysubstituted Guanylhydrazones with Antimicrobial Activity.**

Journal of Brazilian Chemical, Brasil, v. 20, n.4, p. 627-634, mar. 2009.

DESPAIGNE, Angel A. R., et al. **Organotin (IV) Complexes with 2-Acetylpyridine Benzoyl Hydrazones: Antimicrobial Activity. of Brazilian Chemical**, Brasil, v. 00, n. 00, p.1247-1257, 2010

DESIRAJU, G. R.; **“The C-H...O hydrogen bond in crystals: what is it?”**. Acc.Chemical Res., v. 24, p. 290-296, 1991.

CLEGG, W.; **Crystal Structure Analysis: Principle and Practices**. New York: IUCr – Oxford University Press, 2^a ed., 2009.

ECHEVERRÍA, J. et al. **Dihydrogen contacts in alkanes are subtle but not faint**. Nat Chem, v. 3, n. 4, p. 323–330, abr. 2011.

FERNANDES, William B. et al. **Aplicações Tecnológicas da Metodologia Cristalográfica. Processos Químicos**, Anápolis, Goiás, v. 4, n. 7, p.19-32, jan. 2010.

ROBERTSON, K. N.; KNOP, O.; CAMERON, S. **C-H...H-C Interactions in organoammonium tetraphenylborates: another look at dihydrogen bonds**. Can. J. Chem, v. 81, p. 727-743, 2003.

STEINER, T. **Unrolling the hydrogen bond properties of C–H...O interactions**. Chem. Commun, p. 727-734, 1997.

STOUT, G. H.; JENSEN, L. H. **X-Ray structure determination**. 2nd ed. Washington: Wiley, 1989. 452 p.

SHELDRIK, G, M. A short history of shelx. **Acta Crystallographica Section** , [s.l.], v. 64, p. 112-122, 2008.