

ANÁLISE ESTRUTURAL DE PIRIDONAS COM ATIVIDADE ANTIBACTERIANA

NUNES, Rafael Silva¹, LARIUCCI, Carlito².

Palavras chave: Cristalografia, Difração de Raios X.

I. Introdução

O estudo das enaminonas desperta um grande interesse, envolvendo áreas como a Química, Física e Farmácia, suas moléculas podem possuir potencial biológico, ou seja, podem ter atividade antimicrobiana, antifúngica e outras; um outro motivo de importância é a obtenção de amostras que é relativamente fácil, pelos químicos orgânicos.

O estudo cristalográfico, feito por nós físicos, desses cristais é feito com a coleta de milhares de picos de intensidade observadas através do espalhamento de feixes de raios X, incidentes em diferentes planos de Miller, esse processo é chamado de difração de raios X[1, 2]. A partir destas reflexões, elucida-se a estrutura molecular cristalina da amostra.

II. Metodologia

Obtenção e escolha dos monocristais

Esta amostra foi cristalizada pelo Prof. Dr. Sílvio do Desterro Cunha do Instituto de Química da Universidade Federal da Bahia, e levada para o laboratório de cristalografia estrutural, do Grupo de Cristalografia e Materiais do IF/UFG, onde foi selecionado o que achamos ser o melhor monocristal usando uma propriedade da luz, chamada polarização, já que um monocristal funciona como um polarizador; depois de selecionado, o cristal é colocado no difratômetro automático CAD4, é nesse aparelho que é feito a coleta de dados por difração de raios X.

Resolução da estrutura cristalina

Depois de acompanhar a coleta de dados feita pelo difratômetro, analisa-se e interpreta-se os dados coletados; faz-se a verificação de centro de inversão; determina-se o grupo espacial e o sistema cristalino[3]; resolve-se a estrutura; faz-se o refinamento isotrópico e anisotrópico; e coloca-se os hidrogênios, até obter o desenho esperado da molécula; por último gera-se o arquivo *.cif, usado para publicações. Tudo é feito utilizando o pacote de programas WINGX.

III. Resultados e Discussão

A amostra RSL05 possui a seguinte forma molecular: $C_{17}H_{13}N_1O_2$. Esse cristal tinha a forma de um prisma, transparente e dimensões $0,33 \times 0,33 \times 0,33$ mm. Os dados cristalográficos foram obtidos utilizando o difratômetro CAD-4, com feixe de radiação $CuK\alpha$ ($\lambda = 1.54180 \text{ \AA}$). Foram coletadas 1421 reflexões das quais 1339 são únicas.

Obteve-se os seguintes parâmetros cristalográficos para cela unitária:

¹Bolsista de iniciação científica. Instituto de Física, rafael.silvanunes@gmail.com

²Orientador, Instituto de Física, UFG, lariucci@if.ufg.br

- Eixos: $a = 5,039(1) \text{ \AA}$, $b = 10,858(2) \text{ \AA}$, $c = 24,209(4) \text{ \AA}$
- Ângulos: $\alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$
- Volume: $1324,5(4) \text{ \AA}^3$
- Grupo Espacial: $Pna2_1$
- Temperatura Ambiente
- Densidade Calculada: $0,660 \text{ Mg/m}^3$
- Sistema Cristalino: Ortorrômico
- $Z = 4$ moléculas/cela
- Índice R Final: $R1 = 0,0774$

A representação final da molécula com suas respectivas ligações intra e intermoleculares podem ser observadas nas figuras 1 e 2 respectivamente.

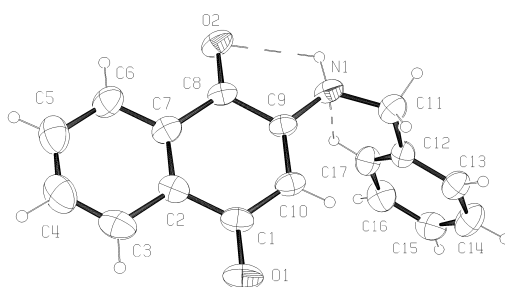


Figura 1: Ligações de hidrogênio intramoleculares

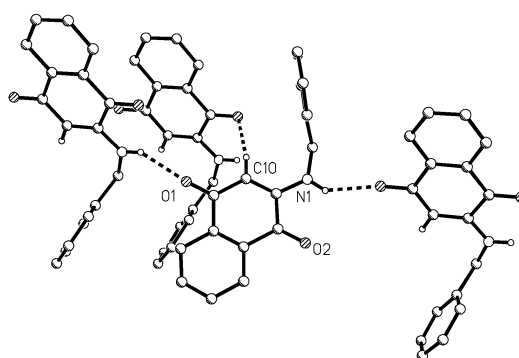


Figura 2: Ligações de hidrogênio intermoleculares

Há duas ligações intramoleculares do tipo $N1-H1 \cdots O2$ [$2,668(7) \text{ \AA}$, $105,7^\circ$] e $C17-H17 \cdots N1$ [$2,921(10) \text{ \AA}$, $100,7^\circ$]. As duas são responsáveis pela planaridade do anel $N1/C9/C8/O2$ e pelo ângulo de $88,2(2)^\circ$ entre os planos de mínimos quadrados através do anel duplo e do fenil.

As moléculas interagem por meio das ligações de hidrogênio $N1-H1 \cdots O1^i$ [2.882(8) Å, 143,3°, operação de simetria: (i) $[x + 1/2, -y + 1/2, z + 1]$ formando uma cadeia unidimensional infinita ao longo das direções $[1\ 0\ 2]$ e $[-1\ 0\ 2]$. Outra ligação de hidrogênio $C10-H10 \cdots O2^{ii}$ [3,307(9) Å, 158,6°, operação de simetria: (ii) $[x - 1/2, -y + 1/2, z]$ conecta uma cadeia a outra paralela.

A formação das ligações de hidrogênio intramolecular e intermolecular são condições favoráveis para que estas substâncias tenham atividade biológica. Os testes para comprovar a possível atividade biológica destas amostras estão sendo realizados e, por isso não temos nenhum resultado concreto até o presente momento.

IV. Conclusão

A síntese e a investigação das relações estruturais de enaminonas é um tema de intensa investigação pelo fato desta classe de compostos estarem sempre presente em uma variedade de substâncias com atividade biológica, tanto natural quanto sintéticas.

A amostra trabalhada neste projeto apresentou bons resultados na coleta de dados através do difratômetro CAD4, a partir dos quais foi possível obter os dados cristalográficos mencionados anteriormente. A estrutura cristalina foi elucidada utilizando o software WINGX.

O conhecimento da estrutura tridimensional, que é possível devido ao uso da difração de raios X, é importante para correlacioná-la com o potencial bioatividade. Na estrutura $C_{17}H_{13}N_1O_2$ encontram-se duas ligações intramoleculares e três ligações intermoleculares. Como já discutimos, estas condições são favoráveis para que estas substâncias tenham atividade biológica. Embora não tenhamos pronto os resultados dos testes de atividade biológica, estamos bastante otimistas, já que essa é uma molécula nova e será submetida a publicação em breve.

Referências

- [1] B. D. Cullity. Elements of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley, 1978.
- [2] Nuffield E. W. X-Ray Diffraction Methods. 1996.
- [3] M. J. Buerger. Introduction to Crystal Geometry. Robert E. Krieger Publishing Company, 1977.

FONTE DE FINANCIAMENTO - CNPq/PIBIC