

# 59º CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA

Menu

## ESTUDO DA REAÇÃO DE CONDENSAÇÃO ENTRE 2-HIDRÓXI-ACETOFENONA E P-ANISALDEÍDO EM MEIO BÁSICO

### Área

ISBN 978-85-85905-25-5

Química Orgânica

### Autores

do Rosário Costa, E. (UFPA) ; B. Albuquerque, C.A. (UFPA) ; Rodrigues Bitencourt, H. (UFPA) ; L. dos Anjos, M. (UFPA) ; P. S. Souza Filho, A. (EMBRAPA) ; A. S. Romero, O. (UFPA) ; J. de Almeida Maciel, C. (UFPA) ; R. Souza Pina, J. (UFPA) ; Ciriaco Pinheiro, J. (UFPA) ; Pantoja P. de Carvalho<sup>1</sup>, L.L. (UFPA)

### Resumo

A busca de substâncias com atividades biológicas tem grande interesse devido a resistência bacteriana frente ao arsenal terapêutico existente. Os flavonóides podem ser uma boa alternativa, pelo fato de serem oriundos de fontes vegetais. Neste trabalho relata-se o estudo da reação da 2-hidróxi- acetofenona com p-anisaldeído, na tentativa de obter a 2-hidróxi-chalcona, um intermediário chave na síntese de flavonóides. Neste estudo analisou-se os produtos formados pela variação das condições de reação, sob refluxo à 90°C, durante 3 horas e 10% de solução de NaOH; à temperatura ambiente, sob agitação e sem aquecimento e 10 % de NaOH; e durante 3 horas de agitação magnética utilizando solução à 50% de NaOH. A mistura reacional foi analisada por HPLC, Espectrometria de massas e RMN de Hidrogênio. ▲

## Introdução

As chalconas, possuem dois anéis aromáticos conectados por uma cadeia insaturada de três carbonos com uma carbonila, sendo intermediárias da rota biossintética dos flavonóides (DIXON e STEEL, 1999). Tanto que, as 2'-hidróxi-chalconas, são utilizadas nas sínteses dos flavonóides, pela ciclização da hidroxila, formando o anel pirânico (NAKANISHI, 1975). Os flavonóides, constituem uma família de diversos compostos que podem ser agrupados em seis subgrupos principais: flavonas, flavonóis, catequinas ou flavanóis, flavanonas, antocianinas e isoflavonas (HOFFMANN-RIBANI e RODRIGUEZ-AMAYA, 2008). Aos flavonóides são atribuídas diversas atividades biológicas (WANG, LI e BI, 2018), como a atividade antimicrobiana de grande importância. Possui atividade antifúngica, inibindo a germinação de esporos de patógenos de plantas, atividade antiviral contra vírus da imunodeficiência humana (HIV) (CUSHNIE e LAMB, 2005) e atividade anti-inflamatória (KIM, et al., 2004), entre outras. A utilização de 2-hidróxi-acetofenona e benzaldeídos derivados, fornecendo a 2-hidróxi-chalcona correspondente, é a principal rota sintética de obtenção de flavonóide (MPHAHLELE e FERNANDES, 2002), entretanto vários outros produtos podem ser obtidos, o que o prejudica o rendimento da chalcona de interesse. Devido a esse problema, foi feito um experimento no qual se variou tempo de reação, concentração do catalisador e temperatura de reação.

## Material e métodos

EQUIPAMENTOS UTILIZADOS: Espectrômetro de massas Waters Acquity TQD, Espectrômetro de RMN Bruker Ascend 400 (400 MHz), Cromatógrafo da linha Alliance e2695 (Waters), (Pós-Graduação em Química/UFGA); PROCEDIMENTO DE REAÇÃO: Foram realizados três procedimentos de reação, A, B e C, seguindo o modelo, em um balão de fundo chato de boca esmerilhada de 250mL acoplado a um condensador de refluxo, foi adicionado 20mL de etanol, 3g de 2-hidróxi-acetofenona e 3mL de p-anisaldeído, Na reação A, 10mL hidróxido de sódio (10%) e mantidos sob agitação magnética a temperatura ambiente. por cerca de 3h, após esse período, foi armazenada em freezer por 24 hs. Na reação B, 10mL hidróxido de sódio (50%) e mantidos sob agitação magnética a temperatura ambiente. por cerca de 3h, após esse período foi armazenada em freezer por 24 hs. Na reação C, 10mL hidróxido de sódio (10%) e mantidos sob agitação magnética, com refluxo (temperatura de 90°C) por cerca de 4h, após esse tempo, foi armazenada em freezer por 24 hs. Após esse período todas as reações foram elaboradas, fornecendo a mistura reacional em quantidades quantitativa, e submetidas a análise por HPLC, Espectrometria de massas e RMN.

## Resultado e discussão

Pela análise dos cromatogramas das reações, verificam-se que nos procedimentos A e B,



existem 3 picos, enquanto que no cromatograma do procedimento C, existem o aparecimento de 5 picos. Pelo tempo de retenção, verifica-se que os 3 picos se encontram nos três Procedimentos, com ligeira diferença de intensidade. Devido possuir uma maior quantidade de picos, foi feito o espectro de RMN de Hidrogênio do procedimento C, pode-se observar a ausência da 2'-hidróxi-chalcona o intermediário necessário para a síntese de flavonóide.

Entretanto, observam-se sinais relativos aos hidrogênios da metila, em 2,68ppm (provavelmente do material de partida; 2-hidróxi-acetofenona), sinal relativo de hidrogênio aldeídico 12,1ppm (provavelmente do material de partida; para-anisaldeído), em maior concentração; e sinais relativo ao sistema ABB` (dd) 5,30; 3,45; e 3,30ppm, provavelmente pela formação da flavanona. Pelo espectro de massas do procedimento C, observa-se a presença de um pico de massa/carga de 254 (100%) e 238 (83%), correspondente a flavanona (C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>); pico de massa/carga 136 correspondente a 2'-hidróxi-acetofenona e para-anisaldeído (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>) e também um de massa/carga em 272 (5%) correspondente ao intermediário de reação, provavelmente de 1-(2'-hidróxi-fenil)-3-hidróxi-3-(4-metóxi-fenil)-propan-1-ona (C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>). Também, não foi observado nenhuma informação com relação a 2-hidróxi-chalcona.

## Conclusões

Pelos resultados obtidos pode-se verificar que a reação de condensação em meio básico, utilizando 2-hidróxi-acetofenona para obtenção de chalcona possui suas limitações. As substâncias obtidas a flavanona e o 1-(2'-hidróxi-fenil)-3-hidróxi-3-(4-metóxi-fenil)-propan-1-ona, ocorrem por meio de reação de condensação, semelhante a obtenção da 2'-hidróxi-chalcona, não obtida. Os métodos utilizados foram bastante elucidativos, uma vez que indicaram em tempo hábil os produtos das reações, bem com as proporções destes nas misturas.

## Agradecimentos

À instituição Universidade Federal do Pará pela infraestrutura e aos alunos e professores envolvidos.

## Referências

CUSHNIE, T. P. T. and LAMB, A. J. Antimicrobial Activity of flavonoids. International Journal of Antimicrobial Agents, 26: 343-356, 2005.

DIXON, R. A. and STEELE, C. L. Flavonoids and isoflavonoids - a gold mine for metabolic engineering. Trends Plant Sci. v. 4, nº 10, p. 394-400, 1999.

HOFFMANN-RIBANI, R. E RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Otimização De Método Para Determinação De Flavonóis E Flavonas Em Frutas Por Cromatografia Líquida De Alta Eficiência Utilizando Delineamento Estatístico E Análise De Superfície De Resposta. Quim. Nova, v. 31, nº 6, p. 1378-1384, 2008.

# 59º CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA

KIM, H. P.; SON, K. H., CHANG, H. W. AND KANG, S. S. Anti-inflammatory Plant Flavonoids and Cellular Action Mechanisms. J Pharmacol Sci v. 96, p. 229- 245, 2004.

Menu

MPHAHLELE, M. J. and FERNANDES, M. A. Isolation and crystal structure of 3-aryl-1-(2-hydroxyphenyl)-3-hydroxy-1- propanones derived from Claisen-Schmidt condensation of 2-hydroxyacetophenone with benzaldehyde derivatives. South African Journal of Chemistry. V. 55, p. 97-110, 2002.

NAKANISHI, K. Natural Products Chemistry. Vol 2. Academic Press. 596 p. 1975.

WANG, T.-Y. W.; LI, Q. AND BI, K.-S. Bioactive flavonoids in medicinal plants: Structure, activity and biological fate. Asian Journal of Pharmaceutical Sciences v. 13, p. 12-23, 2018.

## Patrocinadores



(<http://www.capes.gov.br/>)



(<http://www.cnpq.br/>)



(<http://www.cfq.org.br/>)



(<https://crq19.org.br/>)



(<http://fapesq.rpp.br/>)



## Apoio



(<https://www.ufpb.br/>)



(<https://portal.ufcg.edu.br/>)

Realização

# 59º CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA



## CONTATO

📍 ABQ - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE QUÍMICA | Av. Presidente Vargas, 633 Sala 2208 Centro Rio de Janeiro/RJ  
20071-004

☎ (21) 2224-4480

✉ [abqeventos@abq.org.br](mailto:abqeventos@abq.org.br)

ABQ - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE QUÍMICA (/)

(<http://www.jgi.com.br/>) 

