

**Título em Português:** Síntese e caracterização de complexos metálicos com ligantes chalconas e seus derivados

**Título em Inglês:** Synthesis and characterization of metal complexes with chalcone ligands and their derivatives

**Autor:** David Vinícius Arruda

**Instituição:** Universidade de São Paulo

**Unidade:** Instituto de Física de São Carlos

**Orientador:** Javier Alcides Ellena

**Área de Pesquisa /**  
Química Inorgânica

**SubÁrea:**

**Agência Financiadora:** USP - Programa Unificado de Bolsas

## Síntese e caracterização de complexos metálicos com ligantes chalconas e seus derivados.

David Vinícius Arruda

Prof. Dr. Javier Ellena

Dr. Pedro H. O. Santiago

Instituto de Física de São Carlos - Universidade de São Paulo - IFSC/USP  
arrudavid@usp.br

### Objetivos

A realização da síntese e caracterização de chalconas e derivados, utilizando técnicas analíticas de espectroscopia vibracional no infravermelho (FTIR), e técnicas de análises térmicas (TG e DSC). Além disso, a técnica de difração de raios X em monocrystal buscando elucidar a estrutura cristalina do composto. E dessa forma avaliar a viabilidade da síntese de complexos metálicos com possível atividade biológica.

### Métodos e Procedimentos

Foram sintetizados três novas moléculas ao longo do projeto, sendo uma chalcona obtida por meio de uma condensação de Claisen-Schimdt com catálise ácida em refluxo ao longo de 24 horas.

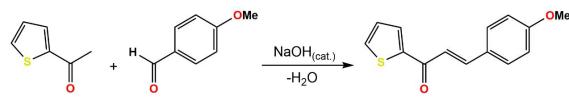


Figura 1: Esquema de síntese da chalcona LCh.

A síntese de duas hidrazonas derivadas de uma chalcona, foram obtidas por meio de uma condensação com duas hidrazidas distintas, com catálise ácida e em refluxo por 3 horas cada. Todos os produtos foram separados pela cristalização via evaporação lenta de solvente, levados para as técnicas de análise disponíveis.

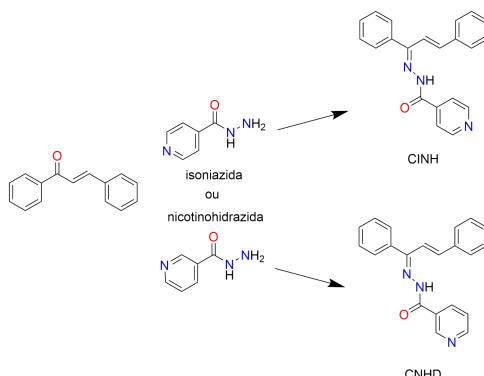


Figura 2: Esquema de síntese das hidrazonas.

### Resultados

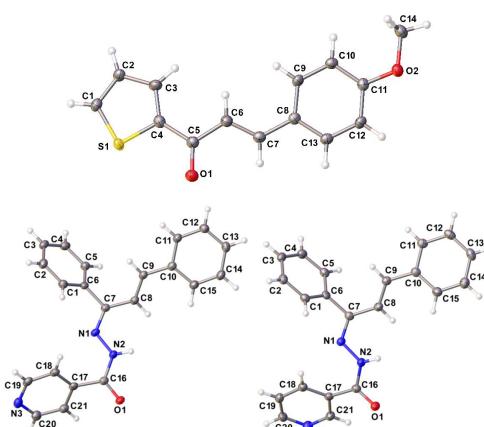


Figura 3: Desenho ORTEP da estrutura da chalcona LCh (cima) e para as hidrazonas CINH (esquerda) e CNHD (direita). Elipsóides térmicos representados com 50% de probabilidade.

Composto	LCh	CINH	CNHD
Fórmula Molecular	C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub> S	C <sub>21</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O	C <sub>21</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O
Sistema Cristalino	Monoclínico	Triclinico	Monoclínico
Grupo Espacial	P2 <sub>1</sub>	P-1	P2 <sub>1</sub> /c
a (Å)	4,0172(1)	7,0078(1)	8,96808(12)
b (Å)	10,0188(2)	9,3614(2)	16,5017(3)
c (Å)	14,4791(3)	13,0704(2)	10,90273(16)
$\alpha$ (Å)	90	92,2590(10)	90
$\beta$ (Å)	92,807(2)	104,1780(10)	96,8414(13)
$\gamma$ (Å)	90	103,0130(10)	90
Z	2	2	4
Temperatura	100 K	100 K	100 K
Radiação	Cu K $\alpha$	Cu K $\alpha$	Cu K $\alpha$
Resolução (Å)	0,82	0,82	0,82

Tabela 1: Dados cristalográficos dos compostos sintetizados.

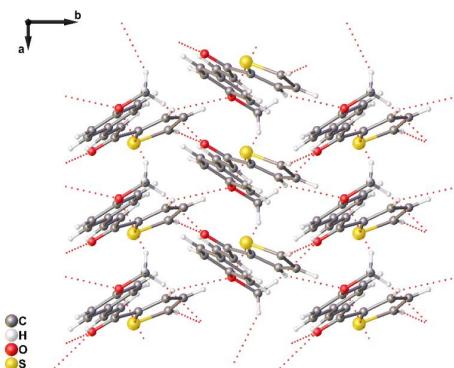


Figura 4: Arranjo supramolecular da estrutura cristalina da chalcona LCh no plano ab.

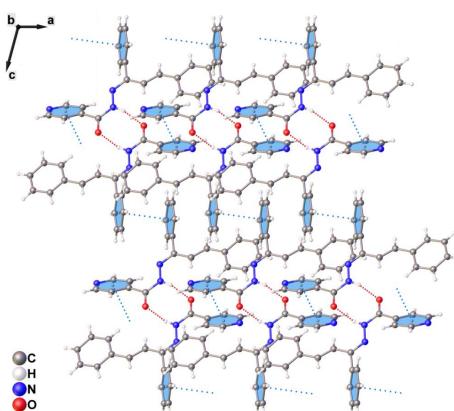


Figura 5: Arranjo supramolecular da estrutura cristalina da hidrazone CINH no plano ac.

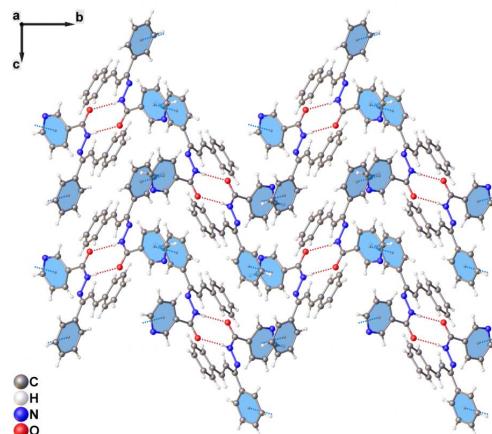


Figura 6: Arranjo supramolecular da estrutura cristalina da hidrazone CNHD no plano bc.

## Conclusões

A chalcona sintetizada foi caracterizada com sucesso, entretanto avaliando sua estrutura é notável que existem poucas regiões favoráveis para a formação de complexos, dessa forma foram sintetizadas duas hidrazonas derivadas de uma segunda chalcona, essas hidrazonas também foram caracterizadas e a presença dos nitrogênios em conjunto com a carbonila torna a molécula mais interessante para trabalhar com a síntese de complexos metálicos com possível atividade biológica, sendo essa a próxima etapa do projeto.

## Referências

- 1- Benite, A. M. C.; et al., Rev. Eletrônica Farmácia. 2007, 4, 131.
- 2- Zhuang, C.; et al., Chem Rev 2017, 117, 7762.
- 3- Mahapatra DK, et al. Eur J Med Chem. 2019 Jul 15;174:142-158.

## Agradecimentos



## Synthesis and characterization of metal complexes with chalcone ligands and their derivatives.

David Vinícius Arruda

Prof Dr. Javier Ellena

Dr. Pedro H. O. Santiago

São Carlos Institute of Physics - University of São Paulo - IFSC/USP

arrudavid@usp.br

### Objectives

The synthesis and characterization of chalcones and derivatives using analytical techniques such as infrared vibrational spectroscopy (FTIR) and thermal analysis techniques (TG and DSC). Additionally, single-crystal X-ray diffraction is used to elucidate the compound's crystal structure. In this way, the viability of synthesizing metal complexes with potential biological activity will be evaluated.

### Materials and Methods

Three new molecules were synthesized throughout the project, one of which is a chalcone obtained through a Claisen-Schmidt condensation with acid catalysis under reflux for 24 hours.

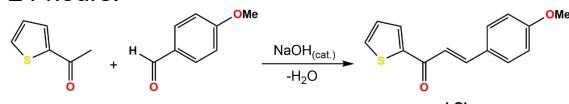


Figure 1: Synthesis scheme of chalcone LCh.

The synthesis of two hydrazones derived from a chalcone was achieved through a condensation with two distinct hydrazides, using acid catalysis under reflux for 3 hours each. All products were separated by crystallization through slow solvent evaporation and subjected to the available analytical techniques.

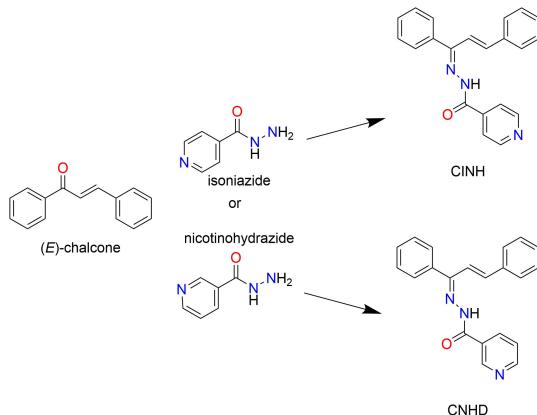


Figure 2: Synthesis scheme of the hydrazones.

### Results

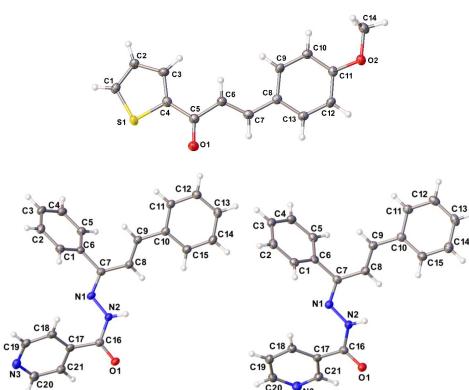


Figure 3: ORTEP drawing of the chalcone LCh structure (top) and for the hydrazones CINH (left) and CNHD (right). Thermal ellipsoids are represented with 50% probability.

Compound	LCh	CINH	CNHD
Chemical Formula	C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub> S	C <sub>21</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O	C <sub>21</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O
Crystal System	Monoclinic	Triclinic	Monoclinic
Space Group	P <sub>2</sub> 1	P-1	P2 <sub>1</sub> /c
a (Å)	4,0172(1)	7,0078(1)	8,96808(12)
b (Å)	10,0188(2)	9,3614(2)	16,5017(3)
c (Å)	14,4791(3)	13,0704(2)	10,90273(16)
$\alpha$ (°)	90	92,2590(10)	90
$\beta$ (°)	92,807(2)	104,1780(10)	96,8414(13)
$\gamma$ (°)	90	103,0130(10)	90
Z	2	2	4
Temperature	100 K	100 K	100 K
Radiation	Cu K $\alpha$	Cu K $\alpha$	Cu K $\alpha$
Resolution (Å)	0,82	0,82	0,82

Table 1: Crystallographic data of the synthesized compounds.

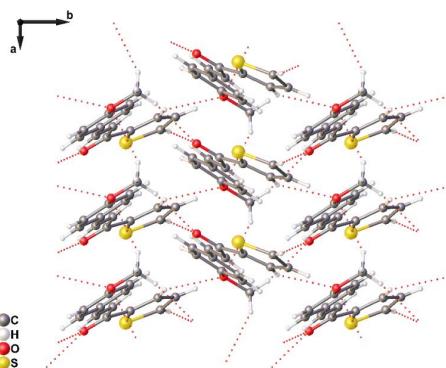


Figure 4: Supramolecular arrangement of the chalcone LCh crystal structure in the ab plane.

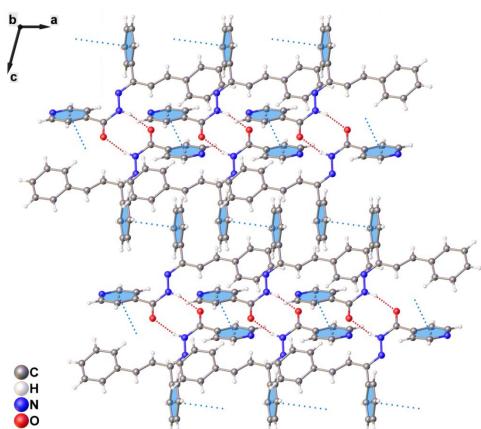


Figure 5: Supramolecular arrangement of the hydrazone CINH crystal structure in the ac plane.

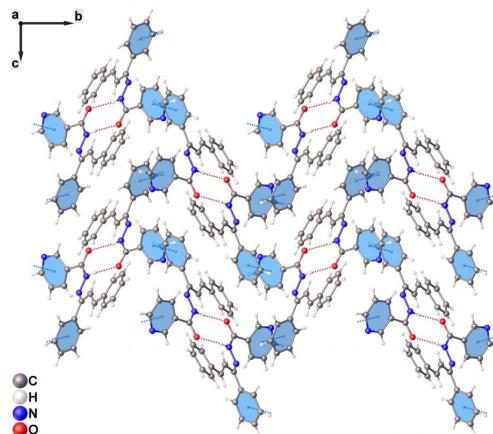


Figure 6: Supramolecular arrangement of the hydrazone CNHD crystal structure in the bc plane.

## Conclusions

The synthesized chalcone was successfully characterized; however, upon evaluating its structure, it is notable that there are few regions rich in electronic density. Consequently, two hydrazones derived from a second chalcone were synthesized. These hydrazones were also characterized, and the presence of nitrogens in conjunction with the carbonyl group makes the molecule more interesting for working with the synthesis of metal complexes with potential biological activity, which is the next step of the project.

## References

- 1- Benite, A. M. C.; et al., Rev. Eletrônica Farmácia. 2007, 4, 131.
- 2- Zhuang, C.; et al., Chem Rev 2017, 117, 7762.
- 3- Mahapatra DK, et al. Eur J Med Chem. 2019 Jul 15;174:142-158.

## Acknowledgements

