

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO ESPECTROSCÓPICA DO LIGANTE 5-I-ISATINA-3-TOLUILSULFONOHIDRAZONA E DE SEU COMPLEXO DE NÍQUEL(II).

Autores: VELASQUES, Jecika Maciel; SANTOS, Lucas Pacheco Borges dos; BITTENCOURT, Viviane Conceição Duarte de; GONÇALVES, Bruna Lisboa; BRESOLIN, Leandro
Orientadora: GERVINI, Vanessa Carratu, jecikamaciel@furg.com

Evento: Encontro de Pós-Graduação
Área do conhecimento: Química Inorgânica

Palavras-chave: hidrazonas, níquel, complexo.

1 INTRODUÇÃO

Os compostos de coordenação, ou complexos, possuem notável destaque dentro da pesquisa em química inorgânica, principalmente pela natureza destes compostos refletir em uma ampla gama de aplicações. Como áreas associadas à aplicação destes compostos pode-se citar sua utilização em catálise, desenvolvimento de novos materiais e na busca por novos candidatos a fármacos em Química Medicinal^{1,2}.

Em vista disso, o objetivo deste trabalho é apresentar a síntese e caracterização espectroscópica do novo ligante 5-I-isatina-3-toluilsulfonohidrazona e de seu complexo de Níquel(II).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Compostos derivados de isatinas vem sendo investigados principalmente pela versatilidade sintética e propriedades biológicas importantes que podem apresentar, em destaque a ação antitumoral³. A classe de compostos hidrazonas, de estrutura básica $R_2C=NNR_2$, assim como as isatinas, desperta interesse de estudo em especial pela diversidade de ações biológicas que podem apresentar, como ação anticonvulsante, analgésica, anti-inflamatória, antituberculose, antitumoral, dentre outras⁴.

As possibilidades de modificação nas estruturas destes compostos, além da presença de átomos ricos em elétrons, como N e O, os torna bastantes atrativos do ponto de vista sintético e, em especial, na síntese de complexos por apresentarem-se como ligantes em potencial.

3 MATERIAIS E MÉTODOS (ou PROCEDIMENTO METODOLÓGICO)

Para a síntese do pré-ligante partiu-se de uma relação estequiométrica 1:1 de 5-I-isatina e *p*-toluilsulfonohidrazina. Primeiramente solubilizou a 5-Cl-isatina em 40 mL de metanol, após adicionou-se a *p*-toluilsulfonohidrazina e, sob catálise ácida, a suspensão resultante foi posta em refluxo por 6 horas. Ao término da agitação e após resfriamento, a suspensão resultante foi filtrada a vácuo e um sólido laranja amarelado foi isolado com rendimento de 80 %. Este sólido apresentou ponto de fusão com decomposição em 179 °C e foi caracterizado pela técnica de espectroscopia na região do infravermelho. Ainda com este sólido foram feitos ensaios de cristalização a fim de se obter monocristais para submissão a análise de

difração de raios X.

A reação de formação do complexo de níquel(II) se deu mediante uma relação equimolar entre o ligante 5-I-isatina-3-toluil-sulfonohidrazona e o sal metálico $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Solubilizou-se o ligante em 20 mL de piridina e após desprotonação com uma solução 1% KOH, foi adicionada uma solução do sal metálico em 5 mL de água destilada. A reação foi mantida sob refluxo por 3 horas. Uma solução castanho avermelhada foi obtida e com ela foram feitos ensaios de cristalização frente a diferentes solventes a fim de se obter monocristais adequados a análise por difração de raios X. Após alguns dias formaram-se pequenos cristalitos vermelhos no ensaio puro e assim estes foram retirados da solução e caracterizados por espectroscopia na região do infravermelho.

4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Os ν de onda identificados nas bandas do espectro de infravermelho que caracterizaram o novo ligante foram: $\nu\text{C}=\text{N}$ 1577 cm^{-1} , $\nu\text{C}=\text{O}$ 1695 cm^{-1} , $\nu\text{S}=\text{O}$ $_{\text{as}}1361\text{ cm}^{-1}/$ $_{\text{s}}1168\text{ cm}^{-1}$, $\nu\text{N}-\text{H}$ 3178 cm^{-1} e $\nu\text{C}-\text{S}$ 682 cm^{-1} . Os deslocamentos nos ν de onda do espectro de infravermelho obtido para o complexo que permitiram a sua caracterização foram: $\nu\text{C}=\text{N}$ 1554 cm^{-1} , $\nu\text{C}=\text{O}$ 1693 cm^{-1} , $\nu\text{S}=\text{O}$ $_{\text{as}}1315\text{ cm}^{-1}/$ $_{\text{s}}1184\text{ cm}^{-1}$, $\nu\text{N}-\text{H}$ 3184 cm^{-1} , $\nu\text{C}-\text{S}$ 680 cm^{-1} e νCOO^- 1672 cm^{-1} .

O surgimento da banda característica do estiramento da ligação C=N no espectro do ligante comprova sua síntese efetiva, uma vez que é justamente esta ligação que é formada, conforme o mecanismo previsto para este tipo de reação. Os deslocamentos nos ν de onda das bandas características dos estiramentos das ligações C=N e S=O indicam que os átomos doadores de N e O podem estar envolvidos na coordenação com o centro metálico.

Considerando as condições de reação proposta para a síntese do complexo, as geometrias preferenciais para o Ni(II) e o surgimento de uma banda na região de 1674 cm^{-1} característica do grupo COO^- , pode-se sugerir uma geometria quadrado planar para este complexo, onde o ligante agiria de forma bidentada com a formação de um anel quelato de 5 membros e o acetato completaria a estrutura através da coordenação com os 2 oxigênios.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com os resultados preliminares apresentados pode-se concluir que foi sintetizado um novo ligante derivado de hidrazona e também um novo complexo de Ni(II). É válido destacar que, somente com a obtenção dos resultados da técnica absoluta de difração de raios X se poderão elucidar estas novas estruturas e confirmar ou não os dados aqui apresentados. No momento buscam-se melhores condições para obtenção de monocristais dos compostos mais adequados à análise.

REFERÊNCIAS

- [1] JONES, C. J., *Química dos elementos dos Blocos d e f*. Porto Alegre, Bookman, 2003.
- [2] FARIAS, R. F. *Química de coordenação: fundamentos e atualidades*, Campinas, Átomo, 2009.
- [3] Rosas, M. S. L., *et al. Rev. Virtual Quim.*, Vol 5, No. 2, 243-265, 2013.
- [4] ROLLAS, S., KÜÇÜKGÜZEL, G. S. *Molecules.*, No. 12, 1910-1930.