

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO ESPECTROSCÓPICA DO LIGANTE 5-FLÚOR-ISATINA-3-TIOSSEMICARBAZONA E SEU COMPLEXO DE Cu(II)

Autores: BITTENCOURT, Viviane Conceição Duarte de; VELASQUES, Jecika Maciel; ALMEIDA, Vitor Yohan Grosskopf; GONÇALVES, Bruna Lisboa; BRESOLIN, Leandro

Orientadora: GERVINI, Vanessa Carratu
vivi.quimica@yahoo.com.br

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

Palavras-chave: tiossemicarbazona; isatina; complexo

1 INTRODUÇÃO

A Química Inorgânica é conhecida por ser a química voltada para a classe de compostos não-orgânicos, sendo a mesma, estruturada em termos de conceitos de coordenação e estereoquímica. Dentro desse contexto, o complexo será um átomo ou íon metálico central rodeado por um conjunto de ligantes, sendo o ligante, uma molécula que pode existir de forma independente. Assim, um complexo será formado pela combinação de espécies doadoras de elétrons e uma espécie que será receptora desses elétrons. Com base na Química de Coordenação, esse trabalho visa apresentar a síntese do ligante 5-F-isatina-3-tiossemicarbazona e de seu complexo de Cu(II), bem como a caracterização dos mesmos por espectroscopia na região do infravermelho (IV) e ultravioleta-visível (UV-Vis). A caracterização dos compostos aqui mencionados possibilita estudos que evidenciam os átomos doadores de elétrons, bem como viabilizam a identificação da geometria formada.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Tiossemicarbazonas constituem uma classe de compostos com aplicação relevante em síntese orgânica, pois são capazes de sofrer grande variedade de modificações estruturais, gerando novos compostos com propriedades diversas. Como ligantes, formam uma importante classe, com um átomo de enxofre como doador de elétrons, em particular para íons metálicos de transição, devido à sua capacidade de complexação e extensa atividade biológica¹⁻².

Isatinas são conhecidas por suas propriedades biológicas diversificadas, sendo frequentemente empregadas como matéria-prima para a obtenção de compostos, como fármacos. Com base na estrutura-atividade dos derivados de isatina, a halogenação na quinta posição do anel³⁻⁴ e a formação de 3-tiossemicarbazona⁵⁻⁶ se mostra eficaz no aumento das atividades contra várias bactérias, fungos e vírus, bem como a introdução de grupos retiradores de elétrons nas posições 4, 5 e 6 do anel aromático⁷.

3 PROCEDIMENTO METODOLÓGICO

A síntese do ligante 5-F-isatina-3-tiossemicarbazona se deu mediante reação entre 5-F-isatina e tiossemicarbazida (1:1), com etanol como solvente, adição de ácido acético glacial sob refluxo por 4h. Após resfriado, um sólido laranja foi isolado por filtração a vácuo e apresentou ponto de fusão com decomposição em 247-260 °C. A síntese do complexo de Cu(II), se deu mediante reação 1:1, entre o ligante 5-

5-F-isatina-3-tiossemicarbazona, previamente desprotonado com sódio metálico e cloreto de cobre(II) usando uma mistura 1:1 de metanol/acetonitrila como solvente, sob agitação por 3h. Foi isolado por filtração simples, um precipitado castanho, com ponto de fusão acima de 300 °C. Os pontos de fusão foram determinados em um aparelho Fisatom 430D. Os espectros de IV foram obtidos em um aparelho marca Shimadzu-IR PRESTIGE-21, no estado sólido, por técnica de refletância difusa, com leituras em 4000 a 400 cm^{-1} . Os espectros de UV-vis foram obtidos em um espectrofotômetro UV-2550, em cubeta de quartzo com caminho óptico de 1 cm e leituras entre 200 a 800 nm.

4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Espectroscopia na região do IV: Para o ligante: $\nu\text{C}=\text{N}$ 1683 cm^{-1} , $\nu\text{C}=\text{O}$ 1735 cm^{-1} , $\nu\text{C}=\text{S}$ 1051 cm^{-1} , $\nu\text{NH}_{\text{amina prim.}}$ 3169 cm^{-1} , $\nu\text{NH}_{\text{amina sec.}}$ 3425 cm^{-1} , $\nu\text{NH}_{\text{amida}}$ 3263 e $\nu\text{C}=\text{C}_{\text{anel arom.}}$ 1483 cm^{-1} . Para o complexo: $\nu\text{C}=\text{N}$ 1708 cm^{-1} , $\nu\text{C}=\text{O}$ sobreposição de bandas, $\nu\text{C}=\text{S}$ 1062 cm^{-1} , $\nu\text{NH}_{\text{amina prim.}}$ 3149 cm^{-1} , $\nu\text{NH}_{\text{amina sec.}}$ ausência, $\nu\text{NH}_{\text{amida}}$ 3213 e $\nu\text{C}=\text{C}_{\text{anel arom.}}$ 1481 cm^{-1} . Os dados mostram que o ligante se coordena ao íon Cu(II) via N,S-doador, onde pode-se atribuir uma geometria quadrado plano ao complexo. A ausência do νNH no complexo indica a desprotonação do ligante antes da complexação. *Espectroscopia na região do UV-vis:* Para o ligante: 365,20 nm ($n \rightarrow \pi^*$ do anel aromático e anel indol); 274,00 nm ($\pi \rightarrow \pi^*$ do anel aromático ligado a um halogênio); 254,60 nm ($\pi \rightarrow \pi^*$ da carbonila) e 239,60 nm ($\pi \rightarrow \pi^*$ do anel aromático e anel indol). Para o complexo: 366,50 nm (TCML); 275,50 nm ($\pi \rightarrow \pi^*$ intraligante) e 252,00 nm ($\pi \rightarrow \pi^*$ da carbonila). A presença de uma banda acima de 300 nm e uma em 239,60 nm devem-se ao fato da presença de pares de elétrons isolados e de sistemas π na estrutura do ligante. Além disso, como não se observou alguma banda em torno de 600 nm, confirma-se que o complexo pode apresentar uma geometria planar quadrada.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A análise de IV para o ligante indica que o mesmo atua como quelato, coordenando-se ao íon Cu(II) de forma bidentada, via N,S-doador. A ausência do νNH no complexo caracteriza a desprotonação do ligante antes da complexação. O deslocamento do $\nu\text{NH}_{\text{isatina}}$ indica a presença de ligações de hidrogênio na estrutura do complexo, o que possibilita estudos quanto a atividade biológica. Os espectros de UV-vis mostram as devidas transições ocorridas nos compostos, bem como a influência de sistemas π de pares de elétrons presentes na estrutura. Além disso, já foi obtida a estrutura cristalina do ligante 5-F-isatina-3-tiossemicarbazona através de difração de raios X em monocristal. No entanto, espera-se ainda a obtenção de monocristais adequados do complexo para que sejam enviados para análise, a fim de se elucidar a estrutura cristalina do mesmo.

REFERÊNCIAS

- ¹Sousa-Pereira, D. *et al. Ver. Virtual Quim.*, Vol 5, No. 4, 770-785, 2013
- ²Tenório, R. P. *et al. Quim. Nova*, Vol. 28 No 6, 36-46-3652, 2005
- ³Karali, N.; Terzioglu, N. and Gursoy, A. *Arzneim.-Forsch.-Drug. Res.*, V.48, 758-763, 1998
- ⁴Pandeya, S. N., *et al. Arzneim.-Forsch.-Drug. Res.*, V.50, 55-59, 2000
- ⁵Pandeya, S. N., *et al. Eur. J. Pharm. Sci.*, V.9, 25-31, 1999
- ⁶Bal, T. R., *et al. Bioorg. Med. Chem. Lett.*, V. 15, 4451-4455, 2005
- ⁷Karali, N. *Eur. J. Med. Chem.*, V. 37, 909-918, 2002