

## 13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

### SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO ESPECTROSCÓPICA DO LIGANTE 5-CLORO-ISATINA-3-TIOSSEMICARBAZONA E SEU COMPLEXO DE Pb(II)

**Autores:** PIRES, Fabrício Carvalho; BITTENCOURT, Viviane Conceição Duarte de; GONÇALVES, Bruna Lisboa; BRESOLIN, Leandro  
**Orientadora:** GERVINI, Vanessa Carratu  
fabricio\_carvalho\_pires@hotmail.com

**Evento:** Congresso de Iniciação Científica  
**Área do conhecimento:** Química Inorgânica

**Palavras-chave:** tiossemicarbazona; isatina; complexo

#### 1 INTRODUÇÃO

A Química de Coordenação é comumente estudada por ser a Química que estuda os complexos e seus ligantes. Dentro deste contexto, um complexo existe de forma própria e única, e não perde sua identidade quando dissolvido em água. A molécula ligante possui, pelo menos, um átomo com um par isolado de elétrons e é este par de elétrons que permite a interação entre o ligante e o metal.

Com base na Química de Coordenação, esse trabalho tem como objetivo apresentar a síntese e a caracterização por espectroscopia na região do infravermelho (IV) do ligante 5-cloro-isatina-3-tiossemicarbazona<sup>1</sup> e de seu complexo de Pb(II). A caracterização por IV possibilita estudos que evidenciam os átomos doadores de elétrons, bem como viabilizam a sugestão da geometria apresentada.

#### 2 REFERENCIAL TEÓRICO

As tiossemicarbazonas fazem parte de uma classe importante de compostos com relevante aplicação em síntese orgânica, uma vez que se mostram capazes de sofrer variedade de modificações em sua estrutura, gerando novos compostos com diversas propriedades<sup>2</sup>. Além disso, esses compostos despertam grande interesse devido a recentes descobertas farmacológicas, inclusive com aplicação no combate a doenças como a tuberculose. A sua atividade biológica está diretamente ligada a sua estrutura, pois a mesma possui átomos de N e S com hibridização  $sp^2$ , o que confere deslocalização eletrônica direcionada para estes átomos, permitindo assim, a coordenação a metais de transição<sup>3</sup>.

As isatinas apresentam uma grande versatilidade sintética, o que conduz uma vasta utilização desses compostos em síntese orgânica. Essa versatilidade sintética se origina do interesse pelas propriedades biológicas e farmacológicas de seus derivados<sup>4</sup>. A isatina é uma molécula que possui um núcleo indólico, o que permite sua utilização como matéria-prima para a obtenção de diferentes substâncias bioativas. Além disso, derivados de isatina halogenadas, possuem atividade anticâncer e geralmente são mais ativas que seus análogos não halogenados<sup>5-6</sup>.

#### 3 PROCEDIMENTO METODOLÓGICO

Sintetizou-se o ligante 5-cloro-isatina-3-tiossemicarbazona a partir da reação entre 5-cloro-isatina e tiossemicarbazida (1:1), solubilizados em etanol e adição de

## 13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

ácido acético glacial. O sistema foi colocado sob refluxo por 4h. Após resfriado, um sólido laranja amarelado foi isolado por filtração a vácuo e apresentou ponto de fusão com decomposição em 254-270 °C.

A síntese do complexo de Pb(II), se deu mediante reação 2:1, entre o ligante 5-cloro-isatina-3-tiossemicarbazona, previamente desprotonado com sódio metálico e acetato de chumbo(II) usando uma mistura 1:1 de metanol/acetonitrila, sob agitação por 3h. Foi isolado por filtração simples, um precipitado laranja, 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 espectrômetro Shimadzu-IR PRESTIGE-21, no estado sólido, por refletância difusa, com leituras entre 4000 e 400  $\text{cm}^{-1}$ .

### 4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

As principais bandas obtidas para o ligante são:  $\nu_{\text{C=N}}$  1687  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{C=O}}$  1759  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{C=S}}$  1049  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{N-H}}$ amina prim. 3167  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{N-H}}$ amina sec. 3414  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{N-H}}$ amida 3265 e  $\nu_{\text{C=C}}$ anel arom. 1479  $\text{cm}^{-1}$ . Para o complexo, foram obtidas as bandas:  $\nu_{\text{C=N}}$  1708  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{C=O}}$  1757  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{C=S}}$  1058  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{N-H}}$ amina prim. 3219  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{N-H}}$  ausência,  $\nu_{\text{N-H}}$ amida 3360 e  $\nu_{\text{C=C}}$ anel arom. 1473  $\text{cm}^{-1}$ .

Os dados de IV evidenciam que o ligante se coordena ao íon metálico de forma bidentada através dos átomos de N e S. Já a ausência do  $\nu_{\text{N-H}}$  no complexo indica a desprotonação do ligante antes da complexação ao metal.

### 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O surgimento do  $\nu_{\text{C=N}}$  no espectro de IV para o ligante comprova a síntese do mesmo. Além disso, os dados obtidos indicam que o ligante atua como quelato, coordenando-se ao íon Pb(II) de forma bidentada, via,N,S-doador, formando dois anéis quelatos de cinco membros, o que ajuda na estabilidade do complexo. A ausência do  $\nu_{\text{N-H}}$  no complexo caracteriza a desprotonação do ligante antes da complexação ao íon metálico central. Os deslocamentos das bandas N-Hamina e N-Hamina prim. indicam a presença de ligações de hidrogênio na estrutura do complexo, o que viabiliza posteriores estudos quanto a atividade biológica.

Uma vez que já foi obtida a estrutura cristalina do ligante 5-cloro-isatina-3-tiossemicarbazona, como perspectivas futuras, espera-se o envio para análise de difração de raios X os monocristais obtidos para o complexo de Pb(II) aqui relatado, a fim de se elucidar a estrutura cristalina do mesmo.

### REFERÊNCIAS

- <sup>1</sup>BITTENCOURT, V. C. D., *et al.* *Acta Cryst.* E70, o64-o65, 2014
- <sup>2</sup>SOUSA-PEREIRA, D. *et al.* *Rev. Virtual Quim.* Vol 5, Nº 4, 770-785, 2013
- <sup>3</sup>CUNHA, S., SANTOS, A. O. e SILVA, T. L. *Rev. Processos Químicos.* Artigo geral 5, Jan/Jun 2011
- <sup>4</sup>SILVA, J. F. M.; GARDEN, S. J. and PINTO, A. J. *Braz. Chem. Soc.* Vol. 12, Nº 3, 273-324, 2001.
- <sup>5</sup>ROSAS, M. S. L. *et al.* *Rev. Virtual Quim.* Vol 5, Nº 2, 243-265, 2013
- <sup>6</sup>SILVA, B. N. M. *et al.* *Quim. Nova.* Vol 33, Nº 10, 2279-2282, 2010