

# [Pd(PPh<sub>3</sub>)(ap4p)]·NO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O: Primeira Estrutura Cristalina de um Complexo Catiônico de Paládio Contendo um Ligante Tiossemicarbazona com o Fragmento Pd(PPh<sub>3</sub>)<sup>2+</sup>

Pedro Ivo da S. Maia (PG)<sup>1\*</sup>, Victor M. Deflon (PQ)<sup>2</sup>, Sebastião S. Lemos (PQ)<sup>1</sup>, Javier Ellena (PQ)<sup>3</sup>, Eduardo E. Castellano (PQ)<sup>3</sup>, Alzir A. Batista (PQ)<sup>4</sup>. \*pedovivo@yahoo.com.br

<sup>1</sup>Instituto de Química - Universidade de Brasília - Brasília (DF)

<sup>2</sup>Instituto de Química de São Carlos – Universidade de São Paulo – São Paulo (SP)

<sup>3</sup>Instituto de Física de São Carlos - Universidade de São Paulo – São Paulo (SP)

<sup>4</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos (SP)

Palavras Chave: Complexos de Paládio(II), Tiossemicarbazonas, Estrutura Cristalina

## Introdução

Complexos de platina estão entre as drogas mais usadas para o tratamento de câncer. Por outro lado, o complexo de coordenação clássico, cisplatina, tem uma grande desvantagem devido à ocorrência de resistência primária ou adquirida. Para superar esta desvantagem, muito esforço tem sido colocado no desenvolvimento de novos compostos de coordenação com atividade antitumoral.<sup>1</sup> Neste sentido, os complexos de paládio com tiossemicarbazonas (Tscs) têm se mostrado muito efetivos em inibir a proliferação de várias linhas de células tumorais resistentes à cisplatina.<sup>2</sup> Este trabalho relata a síntese e a caracterização estrutural de um novo complexo de Pd(II) com o ligante 2-acetilpiridina-N<sup>4</sup>(fenil)-tiossemicarbazona (Hap4p).

## Resultados e Discussão

Para sintetizar o complexo feito primeiramente um refluxo uma solução 1:2 de [PdCl<sub>2</sub>(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] e AgNO<sub>3</sub> em MeOH. Após refluxo, a solução foi filtrada para se retirar o AgCl formado. Feito isto, uma solução contendo Hap4p em MeOH foi adicionada à esta e mantida sob refluxo por 2 horas. Por fim, a solução resultante foi evaporada lentamente formando cristais alaranjados de [Pd(PPh<sub>3</sub>)(ap4p)]·NO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O. Microanálises CHNS (enc./calc): C 53,44 / 53,53; H 3,34 / 4,21; N 10,12 / 9,75; S 8,54 / 4,46 %.

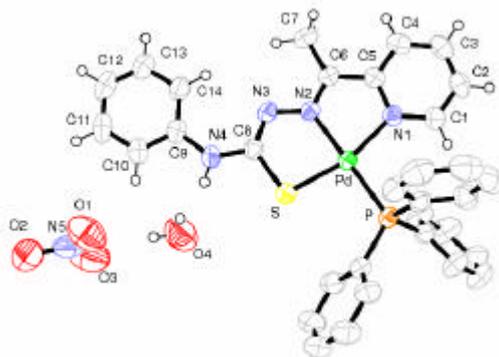


Figura 1. Estrutura Cristalina do Complexo.

No espectro de IV do complexo as bandas relativas à  $\nu(\text{C}=\text{N})$ ,  $\nu(\text{N}-\text{N})$  e  $\nu(\text{C}=\text{S})$ , em 1578, 978 e 801  $\text{cm}^{-1}$  para o Hap4p livre, aparecem em 1600, 998 e 782  $\text{cm}^{-1}$ . Bandas características da PPh<sub>3</sub> coordenada aparecem em 1099 e 694  $\text{cm}^{-1}$ .

O espectro de <sup>1</sup>H-RMN apresenta integrações e multiplicidades de acordo com a estrutura apresentada na figura 1. O espectro de <sup>31</sup>P-RMN em CD<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> apresenta apenas um pico em 28,2 ppm, consistente a presença de uma única PPh<sub>3</sub>.

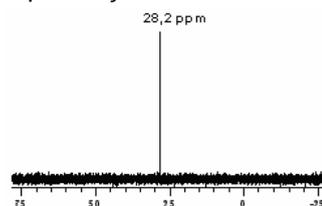


Figura 2. Espectro de <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-RMN do complexo.

Cristais obtidos de uma solução foram analisados por difração de raios X. O sistema cristalino é o ortorrômbico e grupo espacial Pbc<sub>a</sub>, a = 1027,16(10) pm, b = 1970,01(3) pm, c = 3095,18(5) pm,  $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ , Z = 1, S = 1,075, R<sub>1</sub> = 0,0377, wR<sub>2</sub> = 0,0947 [ $I > 2s(I)$ ].

## Conclusões

Embora exista um número considerável de complexos de Pd(II) com Tscs na literatura, este é o primeiro complexo com o fragmento Pd(PPh<sub>3</sub>)<sup>2+</sup>. A tiossemicarbazona atua como ligante tridentado monoaniônico, ligando-se ao centro metálico quadrado-planar através dos átomos de nitrogênio N1 e N2, e do átomo de enxofre, o quarto sítio é ocupado pelo neutro PPh<sub>3</sub>, formando um complexo monocatiônico, que se apresenta como potencial agente antitumoral.

## Agradecimentos

CAPES, FAPESP e FINEP (CT Infra 0970/01).

<sup>1</sup>Genova, P.; Varadinova, T.; Ana I. Matesanz, A. I.; Marinova, D.; Souza, P.; *Toxicology and Applied Pharmacology* **2004**, *197*, 107– 112.

*Sociedade Brasileira de Química (SBQ)*

<sup>2</sup>Matesanz, A. I.; Perez, J. M.; Navarro, P.; Moreno, J.M.; Colacio, E.; Souza, P.; *Journal of Inorganic Biochemistry* 1999, 76, 29.