

Obtenção e Caracterização Termoanalítica e Espectroscópica de Iminocompostos Ciclopaladados Mono- e Binucleares.

Talita E. Souza* (PG), Gabriela F. Bozza (IC), Paula F. Mendes (IC), Henrique V. R. Silva (IC), Alexandre O. Legendre (PQ), Antonio C. Doriguetto (PQ). * talitaesouza@yahoo.com.br

Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Alfenas – UNIFAL-MG, Alfenas-MG, Brasil.

Palavras Chave: complexos de paládio (II), ciclometalação, termogravimetria, espectroscopia no infravermelho.

Introdução

Os últimos anos evidenciam um crescente desenvolvimento na química dos compostos organometálicos, salientando-se, em particular, os ciclometalados.¹ Esta classe de compostos encontra diversas aplicações e alimenta um campo de pesquisa muito vasto por conta de sua diversidade estrutural e reacional, exibindo propriedades físico-químicas intermediárias entre compostos de coordenação tradicionais e compostos puramente orgânicos.^{2,3}

Dentre estes complexos, a classe dos ciclopaladados tem despertado grande interesse em diversos setores da sociedade, visto que podem encontrar aplicações como cristais líquidos, agentes antineoplásicos e catalisadores.⁴ Visando contribuir com o desenvolvimento deste ramo, neste trabalho são apresentadas a síntese e caracterização termoanalítica e espectroscopia de dois iminocomplexos ciclopaladados, [Pd(L)(μ-Cl)]₂ (**1**) e [Pd(L)(Cl)(PPh₃)] (**2**) (PPh₃ = trifenilfosfina e HL = N,N-dietil-N'-[(4-nitrofenil)metileno]benzeno-1,4-diamina).

Resultados e Discussão

O composto **1** foi preparado pela reação entre quantidades equimolares de [PdCl₂(MeCN)₂], HL e trietilamina utilizando acetona como solvente. A suspensão foi agitada durante 8 h, após as quais o precipitado marrom formado foi filtrado e lavado com acetona (η=48%). Já o complexo **2** foi obtido pela reação entre **1** e PPh₃ (1:1) em clorofórmio durante 2 h (η=61%). Os valores dos resíduos obtidos das curvas termogravimétricas dos compostos, Figura 1, permitiram confirmar suas fórmulas mínimas.

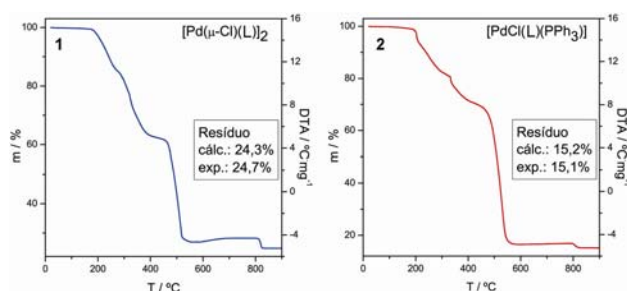


Figura 1. Curvas termogravimétricas de **1** e **2**.

Foram obtidos os espectros vibracionais na região do infravermelho (4000 a 400 cm⁻¹) de HL, **1** e **2**, que apresentaram bandas nas regiões: 3100 a 3070 cm⁻¹ (νCH_{ar}), 2980 a 2930 cm⁻¹ (ν_{as}CH₂ e ν_{as}CH₃), 2980 a 2860 cm⁻¹ (ν_sCH₂ e ν_sCH₃), 1615 cm⁻¹ (νC=N), 1595 a 1560 cm⁻¹ (νC-C_{ar}), 1516 cm⁻¹ (ν_{as}NO₂), 1460 cm⁻¹ (δ_{as}CH₂ e δ_{as}CH₃), 1370 cm⁻¹ (δ_sCH₂ e δ_sCH₃), 1341 cm⁻¹ (ν_sNO₂), 1270 cm⁻¹ (νC=N), 1070 cm⁻¹ (νC-N) e 853 cm⁻¹ (νCN_{nitro}). As posições e formatos das bandas nos espectros são muito semelhantes (Δ<5cm⁻¹), exceto para a banda νCH_{ar}, que sofreu um deslocamento de -12 cm⁻¹, decorrente da coordenação do metal ao anel aromático.

Conclusões

Com base nas curvas termogravimétricas foi possível estabelecer a proporção metal:ligantes. A espectroscopia vibracional no IV, além de indicar formação do anel ciclopaladado pela variação na banda νCH_{ar}, descarta a coordenação do grupo amino ao metal e, assim, pode-se propor as seguintes estruturas para **1** e **2**, Figura 2.

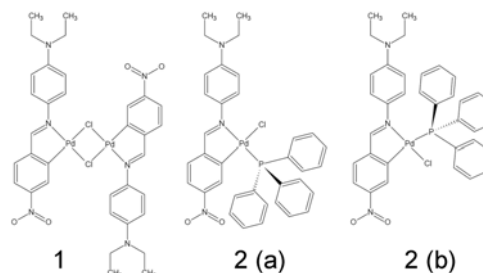


Figura 1. Estruturas propostas para **1** e **2**.

Nota-se que existem dois isômeros possíveis para **2** e, com o intuito de se esclarecer qual deles se formou, bem como para confirmar a coordenação dos grupos cloro em ponte em **1**, serão realizadas medidas de IV em baixa frequência (400 a 200 cm⁻¹) e, para o primeiro caso, medidas de ressonância magnética nuclear de fósforo (RMN ³¹P).

Agradecimentos

UNIFAL, FAPEMIG, Capes e CNPq.

¹ Ananias, S. R. et al. *Eclat. Quím.* **2001**, 26, 87.

² Tusek-Boze, L. et al. *Polyhedron* **2008**, 27, 1317.

³ Melby, P. C. *Curr. Opin. Infect. Diseases*, **2002**, 15, 485.

⁴ Caires, A. C. F. et al. *Quím. Nova* **1999**, 22, 329.