

Síntese e caracterização de ditio e tritio carbimatos de níquel.

Rodrigo A. e Castro¹(PG)*, Lígia M. M. Vieira¹(PG) e Marcelo R. L. Oliveira¹(PQ). rodrigo.castro@ufv.br

¹Centro de Ciências Exatas – Departamento de Química – Universidade Federal de Viçosa

Palavras Chave: Níquel, ditio carbimatos, tritio carbimatos.

Introdução

Ditio carbimatos de zinco apresentam grande importância, tanto biológica, por possuírem atividade fungicida, quanto industrial, na vulcanização da borracha¹. Ditio carbimatos de zinco e de níquel análogos apresentam as mesmas propriedades^{2,3}. O estudo destes compostos é importante, pois pode gerar substâncias mais ativas e ajudar na compreensão dos mecanismos de ação.

Tritio carbimatos de zinco podem ser obtidos pela reação de ditio carbimatos com enxofre^{4,5}. O mesmo não ocorre com ditio carbimatos de níquel.

Este trabalho consiste na síntese e caracterização de ditio e tritio carbimatos de níquel de fórmula geral: $(\text{Bu}_4\text{N})_2[\text{Ni}(\text{RSO}_2\text{N}=\text{CS}_n)_2]$ $n = 2$ [R = CH₃ (**1**); R = CH₃C₆H₄ (**2**)] e $n = 3$ [R = CH₃ (**3**); R = CH₃C₆H₄ (**4**)] a partir de ditio e tritio carbimatos de zinco. Os complexos com ditio carbimatos não são inéditos. A literatura descreve sua síntese por uma rota diferente da utilizada neste trabalho^{6,7}.

Resultados e Discussão

Os compostos foram obtidos a partir de 0,38 mmol dos compostos de zinco adicionados a 12 mL de clorofórmio. A 12 mL de água foram adicionados 0,38 mmol de sulfato de níquel hexa-hidratado. As duas soluções foram misturadas e deixadas sob agitação por 4 horas. A mistura foi separada e a fase orgânica lavada com água. Depois foi evaporada e o pasta obtida foi misturada com éter de petróleo e deixada em dessecador até a obtenção de sólidos verdes. O composto **4** continuou pastoso. Os rendimentos foram em torno de 80%. As faixas de fusão: 123,9-124,3 (**1**), 131,4-132,2 (**2**) e 94,9-95,4 (**3**) indicam que os compostos estão puros. O ponto de fusão do composto (**4**) não foi determinado.

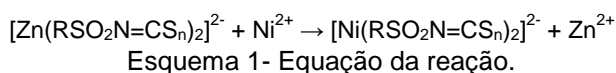


Tabela 1. Resultado da análise elementar.

Complexo	%C Exp/Teo	%H Exp/Teo	%N Exp/Teo
1	48,64/49,02	9,36/8,91	6,47/6,35
2	55,26/55,74	8,48/8,38	5,45/5,42
3	45,11/45,70	8,53/8,31	5,69/5,92
4*	-	-	-

*Não foi obtido na forma sólida

Os dados espectroscópicos dos compostos **1** e **2** foram consistentes com os da literatura^{6,7}, indicando que a nova rota de síntese é satisfatória. Nos espectros vibracionais de **3** e **4**, bandas entre 1300 e 1370 cm⁻¹ indicam a presença de C=N e, entre 900 a 1000, do grupo SCS (**3** e **4**). Os espectros de RMN foram típicos de substâncias diamagnéticas indicando que a geometria em torno do átomo de níquel é quadrática plana. As curvas de integração dos espectros de RMN¹H estão consistentes com a proporção de 1:2 cátion tetrabutilamônio:ânion complexo. Nos espectros de RMN¹³C além dos sinais correspondentes ao cátion tetrabutilamônio foram observados os seguintes sinais:

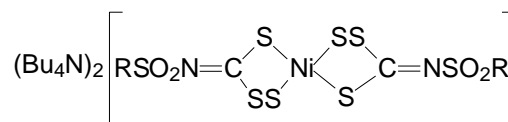
Composto **3** (δ): 206 e 218 (C=N), 41 e 40 (CH₃).

Composto **4** (δ): 207 e 218 (C=N), 142, 128, 145, 144 (anel aromático), 21 (CH₃).

A duplicação de alguns sinais sugere a possibilidade de isomeria cis-trans.

Conclusões

Pode-se concluir que os compostos propostos foram sintetizados, e que a nova metodologia de síntese é satisfatória. A figura 1 mostra a possível estrutura para os compostos inéditos **3** e **4**. Como os complexos são quadráticos existe a possibilidade de isomeria cis-trans.



R = CH₃ (**3**); CH₃C₆H₄ (**4**)

Figura 1. Possível estrutura dos compostos **3** e **4**

Agradecimentos

A FAPEMIG e DEQ/UFV

¹ Hogarth, D.; *Prog. Inorg. Chem.* **2005**, 53, 71.

² L.C. Alves *Et Al.*, *Journal Of Inorganic Biochemistry* **2009**, 103, 1045–1053

³ L.M. Gomes Cunha *Et Al.*; *Polyhedron* **2010**, 29, 2278–2282

⁴ Oliveira, M. R. L., Perpétuo, G. J., Janczak, J., Rubinger, M. M. M., *Polyhedron*, **2007**, 26, 163.

⁵ C. G. Vieira; M. R. L. Oliveira.; G. J. Perpétuo.; J. Janczak. CD de resumos do XLVII Congresso Brasileiro de Química, **2007**.

⁶ OLIVEIRA, M. R. L. ; DE BELLIS, V. M. ; FERNANDES, N. G. *Struct. Chem* 8, n. 3, p. 205-210, **1997**.

⁷ OLIVEIRA, M. R. L. ; GRAÚDO, J. E. J. C. ; SPEZIALI, N. L. ; DE BELLIS, V. M. *Struct. Chem.* v. 10, n. 1, p. 41-45, **1999**.