

DESENVOLVIMENTO DE UM AGENTE QUELANTE PARA ZIRCÔNIO(IV) VISANDO APLICAÇÃO NA MEDICINA NUCLEAR

Guilherme Perez Slompo

Victor Maia Miranda, Julyanna Cândido Dutra de Andrade

Victor Marcelo Deflon

Instituto de Química de São Carlos/Universidade de São Paulo

Gui.p.slompo@usp.br

Objetivos

Este trabalho teve como objetivo a síntese do ligante abreviado como H₆L, sua posterior caracterização e a complexação com o zircônio(IV), almejando-se obter um complexo octacoordenado.

Métodos e Procedimentos

Para a síntese do ligante H₆L, faz-se a reação entre o composto 3-((bis(2-hidroxi-etil)amino)metil)-2-hidroxi-5-metilbenzaldeído (H₃L₃) (composto 1, Figura 1), o qual possui a síntese elucidada na literatura e é utilizada no Grupo de Química Inorgânica Estrutural e Biológica (GQIEB), e a dietanolamina, para a formação de uma imina, também denominada como uma base de Schiff¹. A reação ocorre em metanol anidro, sob refluxo por 24 horas. Depois, adiciona-se boroidreto de sódio à solução, obtendo-se um sólido amarelo após a secagem do solvente em rotaevaporador (composto 3, Figura 1). Em sequência, o sólido amarelo é dissolvido em metanol e, na solução, adiciona-se uma solução metanólica de ácido oxálico, para a precipitação do oxalato do ligante H₆L, obtendo-se um sólido branco (composto 4, Figura 1). Após este procedimento, reagiu-se o oxalato do ligante H₆L com bicarbonato de sódio (NaHCO₃) para a neutralização do composto (composto 5, Figura 1). Na Figura 1 pode ser observada a rota de síntese do

procedimento descrito. Para a caracterização do ligante, foi utilizada a técnica de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) tanto de Hidrogênio (¹H) quanto de Carbono (¹³C).

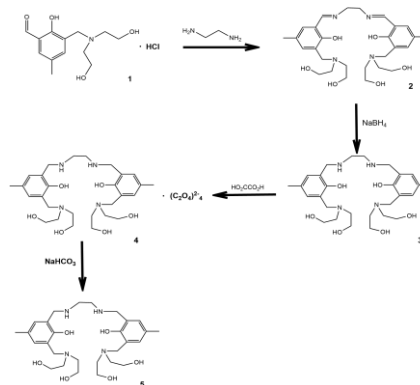


Figura 1: Rota de síntese do ligante H₆L.

Resultados

Para verificar a formação ou não do ligante e a sua pureza fez-se a análise por RMN ¹H e ¹³C do composto 4 (Figura 1). A Figura 2 mostra o espectro de RMN ¹H do composto 4, dissolvido em água deuterada (D₂O).

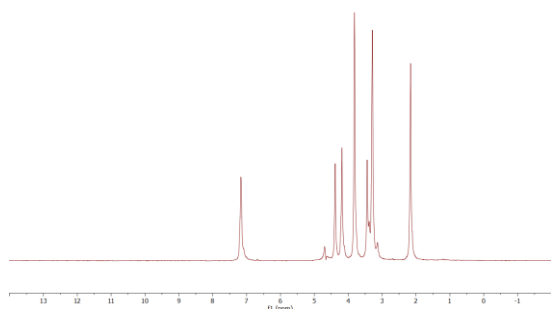


Figura 2: RMN ^1H do composto 4.

Como é possível observar, o espectro de RMN ^1H do composto 4 possui as bandas alargadas, pois o oxalato do ligante H_6L é um sal, o que atrapalha na definição do espectro^{2,3}. Porém, o ligante H_6L é uma molécula simétrica, desta forma, espera-se a aparição de oito sinais de hidrogênio no espectro e, nota-se, na Figura 2, sete picos relacionados aos hidrogênios da molécula, com destaque para o pico em torno de 7 ppm, correspondente aos dois hidrogênios aromáticos do ligante, que deveria aparecer como dois, mas devido ao efeito de alargamento apareceu como um só. Sendo assim, a conta de hidrogênios é condizente com o esperado. Desta forma, partiu-se para a análise de RMN ^{13}C para a contagem de carbonos. O espectro pode ser visto na Figura 3.

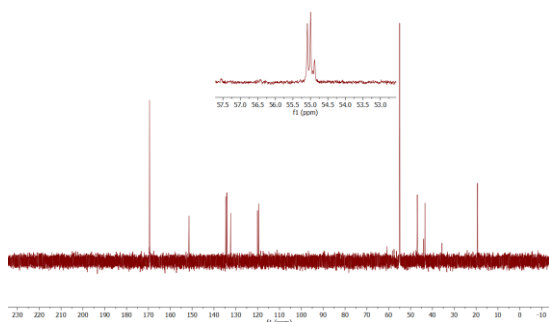


Figura 3: RMN ^{13}C do composto 4.

Como mostrado na Figura 3, obteve-se um espectro de carbono promissor, sendo esperado, pela simetria do ligante H_6L , a aparição de doze sinais de carbonos, o que foi encontrado, com exceção do pico em torno de 170 ppm, que corresponde aos carbonos do íon oxalato. Sendo assim, as análises indicam que a síntese do ligante H_6L foi bem sucedida.

Para a obtenção de espectros mais definidos deve-se neutralizar o ligante, por meio da reação com NaHCO_3 , porém esta etapa ainda está em execução.

Conclusões

Portanto, até o momento, as análises indicaram que a precipitação com ácido oxálico foi bem sucedida para se obter o ligante H_6L com maior grau de pureza, porém, ainda é necessário de espectros de RMN mais bem definidos para a melhor caracterização do ligante. Desta forma, após a completa caracterização do ligante H_6L , partirá-se para a reação de complexação com o zircônio(IV).

Agradecimentos



Referências

- [1] CHANDRASEKHAR, V.; BAG, P.; COLACIO, E. Octanuclear $\{\text{Ln}(\text{III})_8\}$ ($\text{Ln} = \text{Gd}, \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Ho}$) Macrocyclic Complexes in a Cyclooctadiene-like Conformation: Manifestation of Slow Relaxation of Magnetization in the $\text{Dy}(\text{III})$ Derivative. **Inorganic Chemistry**, v. 52, n. 8, p. 4562–4570, 28 mar. 2013.
- [2] KELLY, A. E. et al. Low-Conductivity Buffers for High-Sensitivity NMR Measurements. **Journal of the American Chemical Society**, v. 124, n. 40, p. 12013–12019, 13 set. 2002.
- [3] VOEHLER, M. et al. Performance of cryogenic probes as a function of ionic strength and sample tube geometry. v. 183, n. 1, p. 102–109, 1 nov. 2006.