

4

Experimental

4.1.

Reagentes

- Glutathione – (98%) Sigma-Aldrich
- Penicilamina – (99%) Acros Organics
- Cisplatina – (99%) Quiral Química

4.2.

Equipamentos

- Analisador elementar Thermo Electron EA112
- Balança Termogravimétrica Perkin-Elmer TGA 7
- Espectrofotômetro de Infravermelho Perkin-Elmer FT-IR 2000
- Espectrofotômetro de Raman Perkin-Elmer Raman Station 400
- ICPOES Optima 4300 DV Perkin-Elmer

4.3

Técnicas Analíticas

Segue abaixo a descrição das técnicas analíticas utilizadas para a caracterização dos compostos sintetizados.

4.3.1. Análise Elementar

Os elementos carbono, hidrogênio e nitrogênio foram analisados de forma simultânea a partir da curva de calibração obtida com padrões secos e de alta pureza sob temperatura de 60°C, que é aquela do forno da coluna cromatográfica e 900°C referente ao forno do tubo reacional e com fluxo de gás hélio.

As análises foram realizadas em um analisador elementar (CHN), modelo EA112, da Thermo Electron, pesando-se em balança analítica entre 2 - 3 mg de cada amostra, acondicionadas em cápsulas de estanho. Todas as análises foram feitas em duplicata, fornecendo o percentual de carbono, hidrogênio e nitrogênio.

A platina foi analisada no equipamento ICPOES Optima 4300 DV Perkin-Elmer a partir de duas linhas analíticas: Pt 265,495 nm e Pt 214,423 nm, com os desempenhos instrumentais de, respectivamente, 0,03mg.L⁻¹ e 0,02 mg.L⁻¹. Foram preparadas soluções 0,2 g.L⁻¹ dos respectivos compostos, sendo utilizado, inicialmente, 1 mL de ácido nítrico PA antes de avolumar o sistema com água deionizada. A solução resultante foi diluída em dez vezes e uma alíquota desta foi submetida à análise.

4.3.2. Análise Termogravimétrica (TGA)

Para esta análise, uma massa de aproximadamente 5 mg dos ligantes e dos complexos foi medida e acondicionada em cadinho de platina, em balança Termogravimétrica Perkin Elmer TGA 7 e analisada em equipamento da TA Instruments, um SDT- 2960.

As análises foram realizadas com fluxo de 100 mL.min⁻¹ de nitrogênio, rampa de 20°C.min⁻¹ e faixa de temperatura de aquecimento de 20 a 918°C.

4.3.3. Espectroscopia no Infravermelho (IV)

Foi utilizado um espectrofotômetro de absorção na região do infravermelho modelo 2000 FT-IR da Perkin-Elmer, sendo os dados coletados com intervalos de $0,5\text{cm}^{-1}$, com resolução de 4cm^{-1} cuja velocidade de varredura foi de $0,2\text{cm.s}^{-1}$ e número de varreduras igual a 120.

Foram coletados espectros na região de $4000 - 370\text{ cm}^{-1}$ e $710 - 30\text{cm}^{-1}$ para todos os ligantes e compostos sintetizados. Para a região de $4000 - 370\text{ cm}^{-1}$, foram feitas pastilhas usando brometo de potássio (KBr) e, para a outra região, pastilhas com polietileno.

4.3.4. Espectroscopia Raman

Os espectros foram obtidos entre $3500-100\text{ cm}^{-1}$ a partir do espectrofotômetro modelo Raman Station 400, com as seguintes condições de registro: comprimento de onda do laser de 780 nm, intervalo de dados de 8 cm^{-1} , tempo de exposição igual a 2 s, número de exposições igual a 10 e número de varreduras igual a 30.

4.3.5 Ensaio qualitativo para a determinação de cloreto

Foram preparados dois sistemas, à temperatura ambiente, com 0,0130 g do composto resultante da reação entre a cisplatina e a glutathione, bem como 0,0097 g daquele formado entre a cisplatina e a penicilamina. Aos mesmos foram adicionados 20 mL de água deionizada, com o intuito de preparar soluções com concentração de $1.10^{-3}\text{ mol.L}^{-1}$. Entretanto, como ambos são parcialmente solúveis em água, tal concentração não foi alcançada. Ao sobrenadante foram adicionadas três gotas de solução de nitrato de prata $0,1\text{mol.L}^{-1}$.

4.4.

Síntese dos compostos

Adicionou-se em um bécker com 1 mmol de penicilamina (0,1492g) cerca de 40 mL de água deionizada a temperatura ambiente. Submeteu-se o sistema à ligeira agitação a fim de acelerar a solubilização. Em seguida, aqueceu-se o sistema a 50°C, mantendo-se esta temperatura constante. Então, fez-se a adição gradual de 1 mmol de cisplatina sólida (0,3002g), tomando-se o cuidado de adicionar uma nova porção após a anterior estar completamente solubilizada. Após a completa solubilização da cisplatina, resfriou-se o sistema a temperatura ambiente, não sendo notada a presença de reagente não solubilizado nessa temperatura. Apesar disso, manteve-se a agitação por mais dois dias. Após isso, verificou-se que o sistema permanecia completamente límpido, sem evidência de precipitado. Então, foi feita a evaporação do solvente sendo obtido um pó de aspecto vítreo cor amarelo claro e parcialmente solúvel em água, sendo o rendimento de 50%. O mesmo foi armazenado em dessecador para posterior caracterização.

O mesmo procedimento foi seguido para a síntese do composto com glutathione. No entanto, foi utilizado 1 mmol (0,3047 g) do ligante e foi obtido um composto de aspecto vítreo e cor amarelo ouro, que também era parcialmente solúvel em água, cujo rendimento foi 80%.