

8 RESULTADOS

8.1. Síntese

Foram obtidos quatro complexos diferentes, dois deles como resultado da reação do ácido guanidoacético com a cisplatina e os outros dois como produto da reação da arginina com a cisplatina, conforme procedimento de síntese descrito no capítulo 6.

A tabela 8-1 fornece as principais características observadas em cada complexo formado.

Tabela 8-1 Características dos complexos formados

Nome	Gaa + Cisplatina		Arginina + Cisplatina	
	Complexo 1	Complexo 2	Complexo 3	Complexo 4
Forma	Pó fino	Pó fino	Pó fino	Pó fino muito higroscópico
Cor	Castanho claro	Amarelo claro	Amarelo	Branco
Solubilidade Em água	Moderada	baixa	moderada	Boa

8.2. Análise elementar (CHN) e Espectrometria de Absorção Atômica

A tabela 8-2 mostra os resultados da espectrometria de absorção atômica, que nos forneceu o percentual de platina existente em cada complexo, e os valores teóricos posteriormente calculados.

Tabela 8-2 Dados de absorção atômica para os complexos 1, 2, 3 e 4

Composto	% Pt Experimental	% Pt Teórico
Complexo 1	50,50	51,13
Complexo 2	52,92	52,22
Complexo 3	40,52	41,15
Complexo 4	40	-

A tabela 8-3 apresenta os resultados das análises elementares dos complexos 1, 2 e 3, juntamente com os valores teóricos calculados para cada elemento. A partir destes resultados foi possível propor uma fórmula empírica para cada um deles que se encontra na tabela 8-4. Para o complexo 4 não foi possível a realização da análise elementar por ele ser muito higroscópico.

Tabela 8-3 Análise elementar dos complexos 1, 2 e 3

Composto	% C Experimental (calculado)	% H Experimental (calculado)	%N Experimental (calculado)
Complexo <u>1</u>	9,84 (9,43)	3,53 (3,41)	18,53 (18,34)
Complexo <u>2</u>	9,19 (9,64)	3,02 (2,94)	15,35 (14,99)
Complexo <u>3</u>	14,00 (15,18)	4,00 (4,22)	16,00 (17,72)

Para os três complexos os valores teóricos calculados, para todos os elementos, estão coerentes com os resultados obtidos na análise elementar e absorção atômica de cada um deles. A massa molecular e fórmula empírica proposta para cada complexo se encontra na tabela 8-4. O oxigênio e cloro foram calculados por diferença.

Tabela 8-4 Massa molecular e fórmula empírica para os complexos 1, 2 e 3

Composto	Massa Molecular	Fórmula empírica
Complexo <u>1</u>	381,60	Pt C ₃ H ₁₃ N ₅ O ₂ Cl
Complexo <u>2</u>	747,20	Pt ₂ C ₆ H ₂₂ N ₈ O ₅ Cl ₂
Complexo <u>3</u>	474,10	Pt C ₆ H ₂₀ N ₆ O ₂ Cl ₂

8.3. Análise Condutimétrica

A tabela 8-5 mostra os valores condutimétricos encontrados para os complexos formados e para os sais utilizados como referência para comparação.

Tabela 8-5 Dados da Análise condutimétrica

Amostras analisadas	Valores obtidos μs
NaCl	274
Na ₂ SO ₄	533
Na ₃ PO ₄	1120
Complexo <u>1</u>	0041
Complexo <u>2</u>	0084
Complexo <u>3</u>	366
Complexo <u>4</u>	280

Pelos resultados obtidos pode-se propor que apenas os complexos 1 e 2 são moléculas neutras, o que não foi observado para os complexos 3 e 4.

8.4. Análise Termogravométrica (TGA)

A tabela 8-6 mostra os valores obtidos para a curva de decomposição térmica dos complexos 1, 2 e 3.

Tabela 8-6 Valores obtidos na curva de decomposição térmica

	Temp. Faixa °C	Perda de massa %	Exp. g	Teórico g	Provável Fragmento perdido
Complexo 1	261,93	16,12	61,51	59,0	CH ₂ COOH
	343,03	10,89	41,55	43,0	CN ₂ H ₃
	639,94	18,00	68,68	69,5	2 (NH ₃), Cl
	resíduo	54,99	209,84	209,1	Pt, NH
Complexo 2		2,0	15,00	18,00	H ₂ O
	308,66	16,2	121,04	118,0	2 (CH ₂ COOH)
	352,65	11,53	86,15	86,0	2 (CN ₂ H ₃)
	602,03	17,81	133,1	135,0	2 (NH ₃ , Cl, NH)
	52,46	391,98	390,2	2 Pt	
Complexo 3	352,0	35,16	166,69	165,5	CN ₃ H ₄ , 2(CH ₂), COOCl
	487,8	7,58	35,94	35,5	Cl
	529,8	8,95	42,43	43,0	NH ₂ CHCH ₂
	854,9	7,06	33,47	34,0	2(NH ₃)
	41,25	195,56	195,1	Pt	

Os valores calculados para as massas a partir de cada fragmento perdido são coerentes com as quebras propostas teoricamente para cada uma das prováveis estruturas, como mostrou a tabela 8-6.

8.5. Difração de Pó

Esta técnica foi utilizada apenas para os complexos 1 e 2 formados a partir do mesmo material de partida. As figuras 8-1, 8-2 e 8-4 mostram os espectros de difração de pó da cisplatina e dos complexos 1 e 2 separadamente. As figuras 8-3 e 8-5 comparam os complexos formados com a cisplatina.

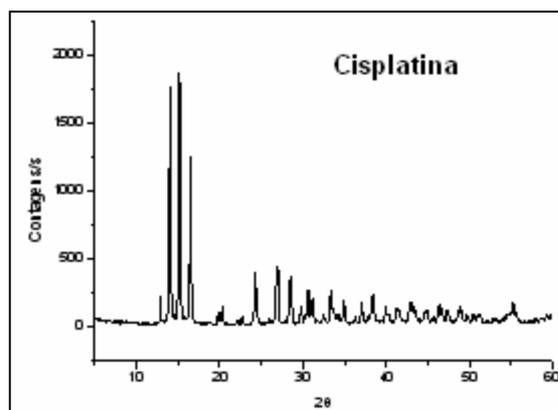


Figura 8-1 Difração de pó da Cisplatina

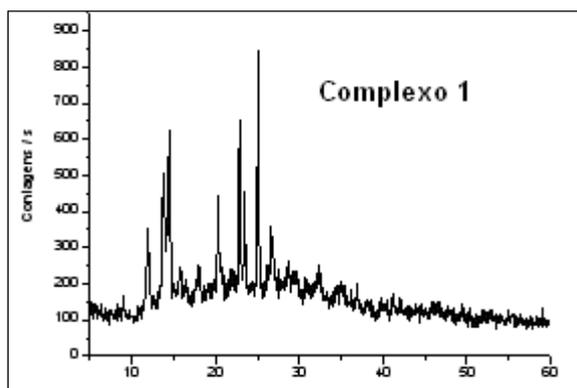


Figura 8-2 Difração de pó do complexo 1

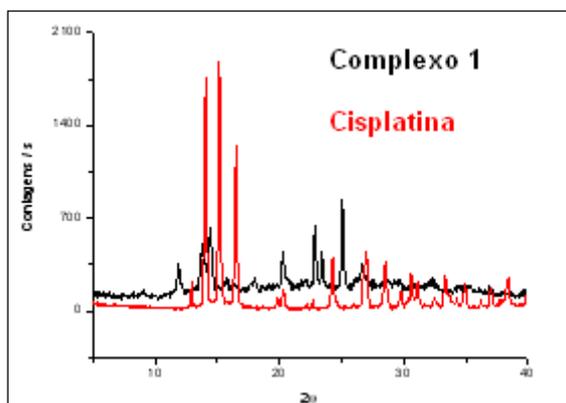


Figura 8-3 Difração de pó da cisplatina com o complexo 1

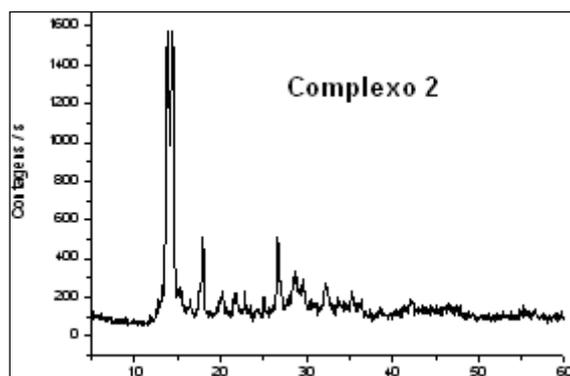


Figura 8-4 Difração de pó do complexo 2

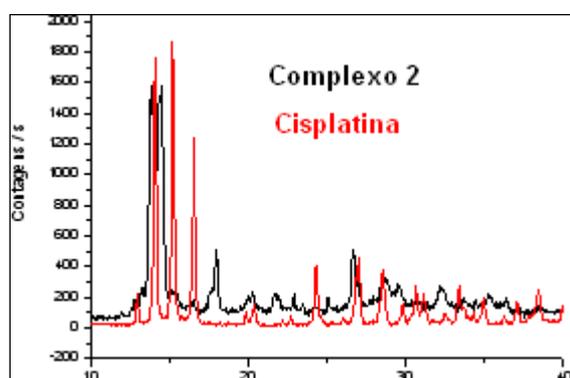


Figura 8-5 Difração de pó da cisplatina com o complexo 2

A figura 8-6 compara o complexo 1 com o complexo 2.

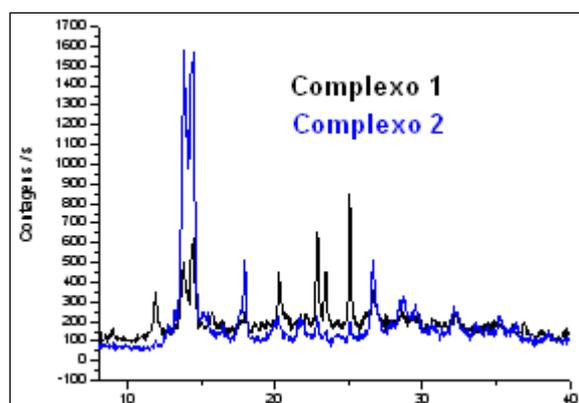


Figura 8-6 Difração de pó dos complexos 1 e 2

Observando as figuras 8-3 e 8-5, é possível perceber pelos deslocamentos que houve a formação dos dois complexos.

Pela figura 8-6 não se vê diferenças significativas entre os deslocamentos dos dois complexos, havendo diferenças apenas nas intensidades.

**8.6.
RMN ¹H**

A figura 8-7 mostra o RMN ¹H do complexo 1. A tabela 8-7, faz uma comparação entre os sinais de RMN ¹H do complexo 1 com os sinais dos prótons do Gaa em solução no pH 7 e pH 8,3.

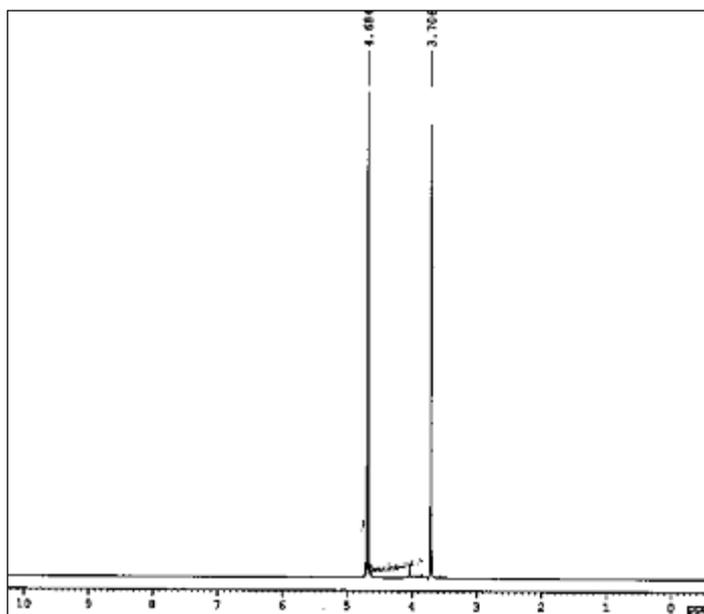


Figura 8-7 RMN ¹H do complexo 1

Tabela 8-7 RMN ¹H do Complexo 1 e do Gaa

RMN ¹ H			
Gaa			
<chem>NC(=O)NC(O)C(=O)O</chem> <p>The chemical structure of Gaa is shown with three protons labeled: H3 is the amino group proton (H₂N), H2 is the amide proton (NH), and H1 is the methylene proton (CH₂).</p>			
	H1 (δppm)	H2 (δppm)	H3 (δppm)
Complexo <u>1</u>	3,71	---	---
Gaa em H₂O/D₂O pH7	3,75	6,67	7,14
Gaa em H₂O/D₂O pH 8,3	3,82	6,71	7,7

8.7. RMN¹³C

A figura 8-8 mostra o RMN¹³C do Gaa e a figura 8-9 o RMN¹³C obtido para o complexo 1.

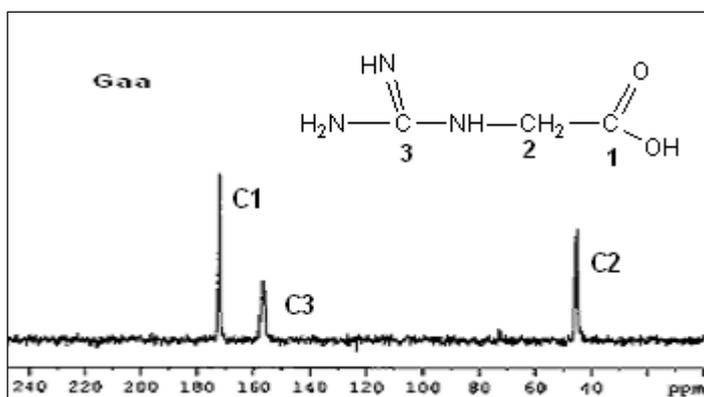


Figura 8-8 RMN¹³C do Gaa sólido

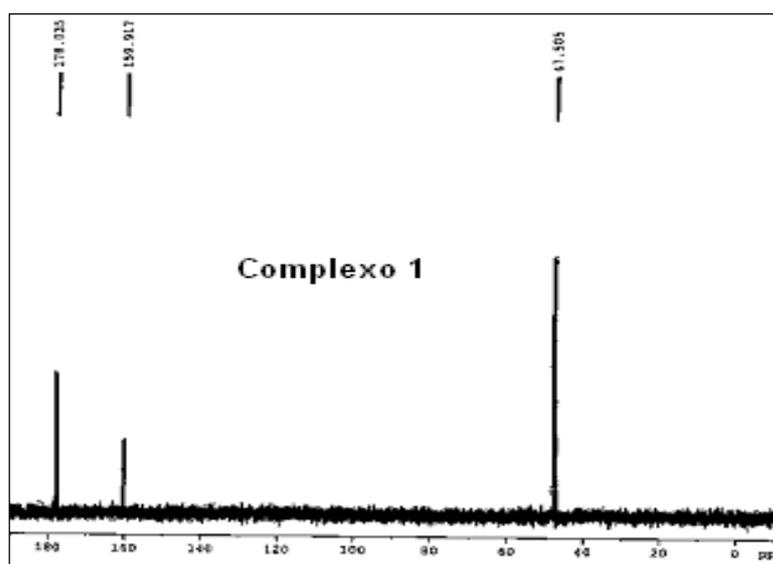


Figura 8-9 RMN ¹³C do complexo 1

A tabela 8-8 compara os valores das absorções dos carbonos do complexo 1 com os carbonos do Gaa sólido.

Tabela 8-8 RMN¹³C do Gaa e do complexo 1

RMN ¹³ C			
	C 1 (δ ppm)	C 2 (δ ppm)	C 3 (δ ppm)
Complexo 1	178	47,5	159,9
Gaa (sólido)	175	43	158

8.8. Infravermelho

8.8.1. Complexos de Gaa e Cisplatina

A tabela 8-9 mostra as principais bandas de infravermelho características do Gaa e da cisplatina que foram analisadas consultando a literatura. Foram consultados livros de referência^{8.0} sobre o assunto e artigos publicados^{8.1, 8.2}. Encontra-se também na tabela 8-9 as atribuições referentes às bandas mais importantes para caracterização dos complexos obtidos, nas regiões do infravermelho médio e afastado ($4000-300\text{cm}^{-1}$ e $700-30\text{cm}^{-1}$, respectivamente).

Tabela 8-9 Principais bandas de infravermelho para os complexos 1 e 2.

Bandas	Gaa	Cisplatina	Complexo <u>1</u>	Complexo <u>2</u>
ν NH	3386	3286	3385	3385
ν NH	3303	3204	3289	3287
ν NH	3172	–	3177	3175
ν_{as} C=O	1574	–	1580	1576
ν_{s} C=O	1410 1372	–	1411 1375	1411 1371
C=N (guanidino)	1671	–	1669	1669
C=N (guanidino) + δ NH ₂	1625	–	1627	1622
ν Pt-N	–	540 509	549 566	563 575
ν Pt-Cl	–	319	320	322
ν Cl-Pt-Cl	–	197-172	–	151

Pode-se observar na tabela 8-9, pelos deslocamentos das principais bandas características do Gaa e pela presença de bandas metal-ligante, que os complexos 1 e 2 foram formados.

8.8.2. Complexos de Arginina-cisplatina

A tabela 8-10 mostra as principais bandas de infravermelho características da arginina e da cisplatina que foram analisadas consultando literatura. Foram consultados livros de referência^{8.0}. Encontra-se também na tabela 8-10 as atribuições referentes às bandas mais importantes para a caracterização dos complexos obtidos, nas regiões de alta e baixa energia ($4000-300\text{cm}^{-1}$ e $700-30\text{cm}^{-1}$, respectivamente).

Tabela 8-10 Principais bandas de infravermelho para os complexos 3 e 4.

Bandas	Arginina	Cisplatina	Complexo <u>3</u>	Complexo <u>4</u>
ν NH	3290	3286	3282	3385
ν NH	3097	3204	3174	3177
ν_{as} C=O	1609 1560	–	1543	1546
ν_s C=O	1421 1377	–	1413 1343	1412 1343
C=N (guanidino)	1683	–	ombro	1670
C=N (guanidino) + δ NH ₂	1645	–	1622	1652
ν Pt-N	–	540 509	537	535
ν Pt-Cl	–	321	325	327

Pode-se observar na tabela 8-10, pelos deslocamentos das principais bandas de infravermelho da arginina e pela presença de bandas metal-ligante na região de baixa energia, que os complexos 3 e 4 foram formados.