

7 CARACTERIZAÇÃO

Os complexos sintetizados foram caracterizados com as seguintes técnicas:

- Análise elementar (CHN)
- Espectrometria de absorção atômica (AA)
- Análise condutimétrica
- Análise termogravimétrica (TGA)
- Difração de pó
- Ressonância magnética nuclear de próton (RMN¹H)
- Ressonância magnética nuclear de carbono (RMN ¹³C)
- Infravermelho (IV)

Os procedimentos de cada uma das caracterizações estão descritos a seguir e com os resultados obtidos destas análises, pode-se propor as fórmulas moleculares e possíveis estruturas para os complexos formados.

7.1. Análise elementar (CHN)

Os elementos C, H e N, foram analisados simultaneamente mediante curva de calibração obtida com padrões secos e de alta pureza em condições iguais às das análises, com temperatura de queima de 600 segundos, sob temperatura de 1000⁰C e fluxo de gás de hélio.

As análises foram feitas em um Analisador Elementar (CHN), modelo EA 1110, da CE Instruments, pesando-se em balança analítica com precisão de 10⁻⁴ g entre 2 a 3 mg de cada amostra, acondicionadas em capsula de estanho.

Todas as análises foram feitas em duplicatas e forneceram o percentual de carbono, hidrogênio e nitrogênio. Oxigênio e cloro foram calculados por diferença.

7.2. Espectrometria de Absorção Atômica (AA)

O equipamento utilizado foi um Espectrômetro de Absorção Atômica, modelo A5, da Varian com comprimento de onda de 327 nm e banda espectral de passagem de 0,1 nm.

Foram preparadas soluções dos complexos na concentração de 10^{-3} mol/L em HNO₃ 10%. Os resultados obtidos foram comparados com uma curva analítica do ion Pt(II), construída a partir da análise de soluções deste íon, preparadas em concentrações de 0, 10, 20, 40 e 60 ppm, respectivamente.

Com os resultados obtidos foi possível determinar a concentração de Pt em cada um dos complexos.

7.3. Análise Condutimétrica

A análise condutimétrica foi realizada em um Condutímetro –650- Analyser.

Foram preparadas soluções aquosas com concentração 10^{-3} M para os complexos à partir da suposta fórmula mínima que já havia sido proposta e soluções com esta mesma concentração para os sais NaCl, Na₂SO₄ e Na₃PO₄, que foram utilizados como referência para se analisar os resultados. Os dados obtidos foram comparados com os encontrados na literatura^{7.0}.

Os resultados forneceram informações que permitiram verificar se as estruturas dos complexos formados eram neutras ou tratava-se de moléculas com presença de contra-íons mantendo o equilíbrio.

7.4. Análise termogravimétrica (TGA)

Para as análises termogravimétricas, os complexos foram pesados acondicionados em cadinho de platina, em balança Termogravimétrica Perkin – Elmer TGA 7, e analisadas em equipamento da TA Instruments, um SDT – 2960.

As análises foram feitas com fluxo de 100mL/min de nitrogênio, rampa de 5^oC/min e faixa de temperatura de aquecimento de 20 a 900^o C.

A análise termogravimétrica gera como resultado uma curva de decomposição térmica que fornece os percentuais dos fragmentos de massa perdidos em função da temperatura. As informações obtidas foram importantes para se analisar como ocorreu a coordenação em cada complexo.

7.5. Difração de pó

A cisplatina e os compostos resultantes das duas reações de complexação com Gaa foram submetidos à análise de difração. Como nenhum deles se encontra sob a forma de cristal foi realizada a difração de pó.

Embora a análise de difração de pó não forneça dados sobre a estrutura da molécula, como a difração de raio X feita em cristais, as informações obtidas foram importantes para se comparar o resultado das duas reações de complexação realizadas com o mesmo material de partida. Foi feita também a comparação entre os complexos e a cisplatina. A difração não foi feita para os complexos de arginina com cisplatina.

7.6.

RMN ^1H e RMN ^{13}C

Os espectros de ressonância magnética nuclear de próton (RMN ^1H) e carbono (RMN ^{13}C) foram realizados utilizando um espectrômetro Bruker Avance – 500 MHz. O solvente utilizado tanto para o RMN de ^1H quanto para o de ^{13}C foi água deuterada (D_2O).

Em função de problemas com a solubilidade dos complexos, as análises de RMN só foram feitas para o complexo 1, resultante da interação do Gaa com cisplatina. As informações obtidas comparadas com os espectros de RMN do Gaa ajudaram na proposta de coordenação feita para o complexo formado. O RMN de platina não foi feito para nenhum dos complexos também por problemas de solubilidade.

7.7.

Espectroscopia de Infravermelho (IV)

Utilizou-se um Espectrômetro de Absorção na Região do Infravermelho, modelo 2000 Ft-IR, da Perkin – Elmer, coletando-se os dados com intervalos de $0,5\text{ cm}^{-1}$, com resolução de $4,0\text{ cm}^{-1}$ e varredura de $0,2\text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ e número de scans de 120.

Para todos os complexos foram feitos espectros na região de $4000 - 370\text{ cm}^{-1}$ e $710 - 30\text{ cm}^{-1}$. Preparou-se para a região de alta frequência ($4000 - 370\text{ cm}^{-1}$) pastilhas dos complexos com KBr e para a região de baixa frequência ($710 - 30\text{ cm}^{-1}$) pastilhas dos complexos com polietileno.

Através dos deslocamentos observados nas bandas dos compostos formados, em comparação com as dos materiais de partida pode-se verificar que havia realmente ocorrido à formação dos complexos.

Os resultados obtidos com as demais técnicas, associados às informações fornecidas pelas bandas de infravermelho, permitiram a proposta de algumas estruturas para os complexos formados.