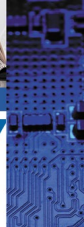


# XXV Congresso de Iniciação Científica da Unicamp

18 a 20 Outubro Campinas | Brasil



## Preparação e caracterização de precursores de sistemas magnéticos moleculares a partir de um ligante derivado carboxílico de oxima fenólica.

William F. Guido\*, Wdeson P. Barros

### Resumo

Este projeto consiste na preparação de sistemas moleculares a partir de íons cobre (II) e íons lantanídeos associados a ligantes do tipo oxamato. Até o presente momento o projeto contemplou a síntese e caracterização do ligante. A síntese se dá através de duas etapas e o reagente de partida é o ácido 4-hidróxibenzóico. A partir da primeira etapa, que consiste em uma reação sob refluxo, foi possível obter um sólido amarelo que, de acordo com a caracterização espectroscópica no infravermelho e de ressonância magnética nuclear de próton (RMN), apresentou o produto de interesse (ácido 3-formil-4-hidroxibenzóico), entretanto, algumas impurezas também foram detectadas. A fim de eliminar tais impurezas foram aplicadas algumas técnicas para purificação da amostra. A recristalização com etanol não promoveu remoção satisfatória, o que foi comprovado após nova caracterização por análises espectroscópicas. Pelo método de coluna cromatográfica verificou-se que ainda se faz necessário alguns ajustes com solventes para que a técnica se torne efetiva e então se obtenha um produto mais puro. Como os resultados são parciais, as ações futuras consistem no controle mais rigoroso da temperatura durante nova aplicação da reação para então dar prosseguimento com a síntese do ligante em si. Posteriormente será possível o uso de íons metálicos de transição e lantanídeos para, em fim, verificar o aparecimento de propriedades magnéticas de acordo com a estrutura dos sistemas. Espera-se, dessa forma, contribuir para o desenvolvimento de novos materiais magnéticos moleculares.

### Palavras-chave:

Magnetismo, complexos, coordenação.

### Introdução

O interesse na preparação e estudo das propriedades de sistemas magnéticos moleculares tem aumentado consideravelmente, uma vez que tais sistemas podem apresentar uma grande variação das suas estruturas, o que permite a exploração de uma gama de propriedades magnéticas, ópticas, eletrônicas, redox, etc.

Para que isso seja possível, estes sistemas podem ser moldados a partir da modificação das unidades orgânicas que interligam os sítios metálicos.

Entre os diversos tipos de ligantes que podem ser utilizados para esta finalidade, as oximas fenólicas mostram um grande potencial devido aos diversos modos de coordenação. Isso é um fator importante no desenvolvimento de sistemas magnéticos moleculares, pois as diferentes formas que dão origem aos diferentes modos de coordenação permitem levar à formação de complexos metálicos polinucleares. Tais modificações estruturais levam a modificações no tipo de interação magnética.

Sendo assim, este projeto visa preparar e caracterizar o ligante oxima de 3-formil-4-hidroxibenzóico e a partir dele preparar complexos homo e heterometálicos contendo metais de transição e íons lantanídeos para então analisar suas propriedades magnéticas. A obtenção destes sistemas pode trazer também uma perspectiva de contribuição significativa para o desenvolvimento de materiais multifuncionais.

### Resultados e Discussão

Até o presente momento o projeto segue na etapa da síntese e caracterização do ligante. A primeira etapa já realizada consiste na formilação do ácido 4-hidroxibenzóico sob refluxo seguido de resfriamento, precipitação de um sólido amarelo em constante agitação, filtração, lavagem e secagem do sólido obtido.<sup>[1]</sup>

Os resultados parciais mostraram que o ácido 3-formil-4-hidroxibenzóico foi obtido, entretanto, os métodos espectroscópicos inferiram a presença de impurezas. O espectro de RMN (500 MHz, DMSO) apontou picos referentes ao produto de interesse (singleto em 10,29 ppm; duplete em 8,24 ppm; duplo duplete em 8,05 ppm e duplete em 7,1) e picos intensos referentes à impurezas (singleto em 10,28 e em 8,52 ppm). Diante do exposto, as técnicas de recristalização e cromatografia em coluna foram aplicadas para obtenção de um material mais puro. Ao se comparar os espectros de RMN da amostra antes e depois de recristalizada foi possível observar que os mesmos sinais de impureza se mantiveram.

As condições em que foi realizada a técnica cromatográfica em coluna, por sua vez, ainda não se mostraram ideais para que se tenha um resultado satisfatório na purificação do material.

### Conclusões

A caracterização por métodos espectroscópicos apontou que a síntese reacional promoveu a formação do produto desejado, entretanto, tal produto não apresentou grau de pureza ideal. Oscilações na temperatura ao decorrer da reação podem contribuir para a presença de impurezas do reagente e para a formação de subprodutos. Sendo assim, como próximo passo, será realizada nova síntese com maior controle sobre a temperatura a fim de se obter um sólido em máximo grau de pureza. Só assim será possível dar continuidade à preparação do ligante e então obter o complexo fazendo uso de metais de transição e íons lantanídeos. Por fim, será verificado o comportamento magnético desses sistemas moleculares.

<sup>1</sup> R. Muhammad, D. Jiang, Z. Sun, D. Lu, P. Du, *Dalton Transactions*. 2016, 45, 12897-12905.