

PESQUISA/INICIAÇÃO CIENTÍFICA - PESQUISA/ INICIAÇÃO CIENTÍFICA

**OTIMIZAÇÃO DA SÍNTESE DO COMPLEXO CE–CELECOXIBE EM REATOR
HIDROTÉRMICO: AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS E RENDIMENTO**

Eduardo Da Silva Bueno (dudu.bueno13@gmail.com)

Tiago Andre Denck Colman (tiagocolman@ufgd.edu.br)

Stéphanie Schiavo Romko (stephanieromko@gmail.com)

Para validar a efetividade da rota de síntese, foram realizados experimentos prévios utilizando metais de fácil acesso: carbonato de bismuto, nitrato de cromo nonahidratado, cloreto de cobalto hexahidratado e cloreto de zinco. Como ligantes, foram empregados três ácidos isômeros derivados do ácido piridincarboxílico: ácido picolínico (ácido 2-piridincarboxílico), ácido nicotínico (ácido 3-piridincarboxílico) e ácido isonicotínico (ácido 4-piridincarboxílico). Os rendimentos das sínteses prévias foram: carbonato de bismuto com ácido nicotínico, 65,6%; nitrato de cromo nonahidratado com ácido picolínico, 68%; cloreto de cobalto hexahidratado com ácido isonicotínico, 88,8%; cloreto de zinco com ácido nicotínico, 72%. O desenvolvimento de metalofármacos com terras raras apresenta potencial para melhorar propriedades físico-químicas e farmacológicas de fármacos convencionais. O presente trabalho, vinculado ao PIBIC/UFGD, teve como objetivo otimizar a síntese do complexo Ce–celecoxibe, utilizando planejamento experimental que variou temperatura, pH e tempo de reação em reator hidrotérmico de 10 mL confeccionado em aço inox com câmara interna de vidro. As soluções de $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e celecoxibe foram preparadas em etanol e/ou DMSO, e o pH ajustado com HNO_3 diluído ($0,01 \text{ mol L}^{-1}$) ou NH_4OH de mesma concentração, monitorado com pH-metro

de bancada FiveEasy Plus FP20-Micro-Kit. As células de reação foram mantidas em temperaturas de 25, 42,5 e 60 °C por tempos de 1,0; 3,5 ou 6,0 h, com pH inicial de 4,5; 6,5 ou 8,5, monitoradas com termopar tipo K (0–270 °C). Ao término, o precipitado foi filtrado, lavado com etanol frio e seco em estufa a 45 °C até massa constante. Cada ensaio foi calculado para produzir 50 mg de produto. O rendimento molar máximo obtido foi de 65,2% no ensaio 9 (42,5 °C; pH 6,5; 3,5 h), seguido de 63,8% no ensaio 10, com mesma condição. Rendimentos intermediários variaram entre 47,6% (60 °C; pH 4,5; 6 h) e 31,7% (60 °C; pH 4,5; 1 h), enquanto os menores valores ocorreram em pH extremos com tempos curtos, como 18,9% (25 °C; pH 8,5; 1 h). A confirmação da complexação foi feita por FTIR, comparando-se os espectros do produto com os dos reagentes puros. Deslocamentos na banda de estiramento C=O e nas bandas associadas ao grupo sulfonamida (S=O), juntamente com absorções atribuídas a ligações metal–oxigênio na região 400–600 cm⁻¹, indicaram coordenação do ligante ao centro metálico. Os resultados indicam que condições moderadas de temperatura e pH, associadas a tempo intermediário, favorecem tanto a formação quanto a pureza do produto. O protocolo desenvolvido mostra potencial de aplicação para síntese reprodutível de complexos de Ce³⁺ com ligantes farmacologicamente ativos, servindo como base para estudos futuros de caracterização e avaliação biológica.

Palavras-chave: ftir; rendimento de síntese; metalofármacos.