

Eclética Química

Print version ISSN 0100-4670 *On-line version* ISSN 1678-4618

Eclet. Quím. vol.23 São Paulo 1998

<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-46701998000100002>

Síntese e caracterização de compostos diorganoestânicos com ácido *dl*-mandélico

Vilma Reis TERRA*

Roberto Santos BARBIÉRI**

Pedro de Azevedo CASTELO BRANCO**

Anuar ABRAS***

RESUMO: Por reação de quantidades equimoleculares de R_2SnO ou R_2SnCl_2 ($R = -CH_3$; $-C_4H_9$) com ácido *dl*-mandélico, $C_6H_5CH(OH)COOH$, em meio de etanol, foram obtidos novos compostos formulados como $[(LR_2Sn)_2O]$ [$L = C_6H_5CH(OH)COO^-$], nos quais o átomo de estanho é pentacoordenado, com o ligante L estabelecendo uma ligação bidentada através dos átomos de oxigênio dos grupos ácido e hidroxila alcoólica. Nas mesmas condições, nenhum produto obtido a partir da reação de $(C_6H_5)_2SnO$ ou $(C_6H_5)_2SnCl_2$ pode ser identificado. No entanto, quando da reação de $(C_6H_5)_2SnCl_2$ com ácido *dl*-mandélico, em meio de acetonitrila, foi preparado um composto dimérico hexacoordenado formulado como $[L(C_6H_5)_2SnCl]_2$. Este composto não pode ser isolado de forma pura e está misturado com 7% de impurezas não identificadas, cujos parâmetros de interação hiperfina sugerem tratar de estanho tetravalente octaedricamente coordenado por oxigênio. Os compostos obtidos foram caracterizados por determinação de ponto de fusão, microanálise e espectroscopias i.v. e Mössbauer. **PALAVRAS-CHAVE:** Estanho; complexos de estanho; compostos diorganoestânicos; compostos diorganometálicos; *a*-hidroxicarboxilatos; *dl*-mandelatos.

Introdução

Os carboxilatos organoestânicos constituem ampla classe de compostos que têm sido alvo de estudos detalhados. Para um grande número destes compostos, são conhecidas suas estruturas, obtidas por difratometria de raios X.^{19,23,27,30,31} A literatura pertinente, também, inclui extenso

estudo das propriedades dos carboxilatos organoestânicos, com o envolvimento de praticamente todas as técnicas instrumentais de análise.^{17,20,22,28} Suas aplicações práticas são variadas: podem ser utilizados como catalisadores na indústria^{7,12}; como biocidas em agricultura;^{4,25,29} como antitumorais em medicina^{14,15} etc. No tocante a compostos diorganoestânicos com ácidos α -hidroxicarboxílicos, somente são conhecidos a síntese e estudos de infravermelho de derivados tri- e diorganoestânicos do ácido benzílico.²¹

Neste trabalho, descrevem-se a preparação e a caracterização de novos compostos diorganoestânicos derivados da reação de ácido *dl*-mandélico, $C_6H_5CH(OH)COOH$, com R_2SnCl_2 e R_2SnO ($R = -CH_3$; $-C_4H_9$; $-C_6H_5$). Os compostos obtidos foram caracterizados por determinação de pontos de fusão, análise elementar de carbono e hidrogênio, análise termogravimétrica; espectroscopia vibracional no infravermelho e espectroscopia Mössbauer.

Material e método

a. Instrumental

Os pontos de fusão, sem correção, foram determinados em um sistema Leitz Wetzlar-Dialux 247.

As análises elementares de carbono e hidrogênio foram realizadas no equipamento CHN da Mettler.

As curvas TG, para cálculo dos conteúdos de Sn dos complexos estudados, no intervalo 50-850°C, foram obtidas em uma termobalança TG-50 do sistema Mettler TA4000. Foram usadas amostras com massas menores que 10 mg e a velocidade de aquecimento foi de 20°C min⁻¹. Os estudos foram conduzidos em atmosfera ar estático sob pressão ambiente.

A identificação dos resíduos da análise termogravimétrica foi feita por medidas de fluorescência de raios X realizadas num espectrômetro multicanal Rigaku, modelo Geigerflex, equipado com tubo de cobre (tempo de irradiação: 60 s; voltagem do tubo: 40 kV; corrente do tubo: 30 mA; atmosfera: ar).

Os espectros de infravermelho dos complexos, na região 4000-200 cm⁻¹, foram obtidos no espectrofotômetro Perkin-Elmer 283B, usando-se pastilhas de CsI.

Os espectros Mössbauer de ¹¹⁹Sn, a 85 K, foram obtidos usando um espectrômetro de aceleração constante movendo uma fonte de CaSnO₃ mantida à temperatura ambiente. As amostras foram analisadas na temperatura de nitrogênio líquido. Todos os espectros foram ajustados computacionalmente assumindo linhas lorentzianas simples. Os valores de deslocamento isomérico (**d**) foram obtidos com relação a uma fonte de CaSnO₃.

b. Reagentes

Todos os reagentes e solventes de grau analítico foram usados sem prévia purificação. O ácido *dl*-mandélico foi preparado por método descrito na literatura.³⁴ Os óxidos diorganoestânicos R_2SnO ($R = -CH_3$; $-C_4H_9$; $-C_6H_5$) foram obtidos pela adição de solução etanólica de NH_4OH a soluções etanólicas de R_2SnCl_2 ; os precipitados obtidos foram filtrados, lavados com etanol e éter e secos sob

vácuo.²⁵

c. Preparação dos complexos $[(LR_2Sn)_2O]$ ($L = C_6H_5CH(OH)COO^-$; $R = -CH_3, -C_4H_9$)

i. Preparação de $\{L(CH_3)_2Sn\}_2O$

Dissolvem-se 0,200 g (1,21 mmoles) de $(CH_3)_2SnO$ {ou 0,265g (1,21 mmoles) de $(CH_3)_2SnCl_2$ } e 0,184 g (1,21 mmoles) de ácido *dl*-mandélico em meio de etanol e mantém-se o sistema sob refluxo por 6 horas. Filtra-se a suspensão e o sólido obtido é isolado por filtração, lavado com etanol e éter e seco sob vácuo.

ii. Preparação de $\{L(C_4H_9)_2Sn\}_2O$

Dissolvem-se 0,300 g (1,21 mmoles) de $(C_4H_9)_2SnO$ {ou 0,368g (1,21 mmoles) de $(CH_3)_2SnCl_2$ } e 0,184 g (1,21 mmoles) de ácido *dl*-mandélico em meio de etanol e procede-se como descrito em i.

d. Preparação de $[L(C_6H_5)_2SnCl]_2$

Dissolvem-se 0,416 g (1,21 mmoles) de Ph_2SnCl_2 e 0,184 g (1,21 mmoles) de ácido *dl*-mandélico em 30 mL de acetonitrila e mantém-se o sistema sob refluxo por 24 horas. Reduz-se o volume pela metade, resfria-se e mantém-se a solução sob resfriamento a $-10^\circ C$, até formação de precipitado, que é filtrado, lavado com acetonitrila e seco sob vácuo.

Resultado e discussão

A [Tabela 1](#) apresenta os dados analíticos e os pontos de fusão dos *dl*-mandelatos diorganoestânicos preparados. Os teores de estanho dos compostos foram determinados a partir das massas dos resíduos da análise termogravimétrica, identificados como SnO_2 por difratometria de fluorescência de raios X.

Tabela 1 - Dados analíticos e pontos de fusão dos *dl*-mandelatos diorganoestânicos ($L = C_6H_5CH(OH)COO^-$)

Complexos	Ponto de fusão (°C)	Experimental (%)			Calculado (%)		
		C	H	Sn	C	H	Sn
A: $\{[L(CH_3)_2Sn]_2O\}$	323-326	40,19	3,61	39,07	39,14	4,10	38,61
B: $\{[L(C_4H_9)_2Sn]_2O\}$	177-179	49,14	6,19	30,41	49,08	6,31	30,31
C: $[L(C_6H_5)_2SnCl]_2$	148-150	51,07	3,27	23,68	52,28	3,73	25,83

Na síntese dos compostos, todos de cor branca, pode-se observar ao microscópio, que os sólidos

obtidos apresentavam natureza microcristalina. No entanto, para nenhum deles foi conseguida condição que permitisse a obtenção de monocristais com características adequadas à determinação de estruturas por difratometria de raios X. Os complexos, que são estáveis ao oxigênio atmosférico quando no estado sólido, durante as várias tentativas de recristalização, sofriam decomposição, mesmo sob atmosfera inerte, produzindo cristais dos respectivos óxidos diorganoestânicos R_2SnO ($R = -CH_3; -C_4H_9; -C_6H_5$).

Nos espectros de infravermelho dos complexos estudados, são de interesse a região da frequência de estiramento da carboxila, $1.720-1.290\text{ cm}^{-1}$; a região baixa do espectro, de 200 a 800 cm^{-1} , associadas aos estiramentos Sn-Cl, Sn-C, Sn-O e Sn-O-Sn; bem como a região da frequência de 3.400 cm^{-1} , relativa aos estiramentos O-H. As frequências associadas com estas vibrações são mostradas na [Tabela 2](#) e as atribuições foram feitas por comparação com frequências de carboxilatos organoestânicos e complexos descritos na literatura.^{6,10,24,26,32}

Tabela 2 - Frequências relevantes de i. v. (cm^{-1}) para o ácido *dl*-mandélico e *dl*-mandelatos diorganoestânicos ($L=C_6H_5CH(OH)COOH$) (pastilhas de CsI)

Ligante/Complexos	$\nu(OH)$	$\nu_a(OCO)$	$\nu_s(OCO)$	$\nu(SnO)$	$\nu(SnCl)$
$C_6H_5CH(OH)COOH$	3400	1720	1290	-	-
A: $[L(CH_3)_2Sn]_2O$	3400	1650 1630	1340	360* 680**	-
B: $[L(C_4H_9)_2Sn]_2O$	3400	1610	1370	360* 680**	-
C: $[L(C_6H_5)_2SnCl]_2$	3400	1590 1560	1425	420*	270

* Sn-O; ** Sn-O-Sn

Da comparação dos espectros dos compostos preparados, com o do ácido *dl*-mandélico livre, pode-se verificar um deslocamento da banda 1720 cm^{-1} , atribuída ao estiramento assimétrico da carboxila, $\nu_{COO(as)}$, no ácido livre, para $1640-1500\text{ cm}^{-1}$, nos complexos. Ocorre ainda o aparecimento de banda intensa a $1340-1415\text{ cm}^{-1}$, atribuída ao estiramento simétrico da carboxila, $\nu_{COO(sim)}$, nos complexos. Essas observações são consideradas evidências para a formação dos complexos.^{1,2,3,5} Além disso, nos espectros dos *dl*-mandelatos observa-se um alargamento da banda intensa a 3.400 cm^{-1} , atribuída à hidroxila alcoólica no ácido livre, evidenciando sua participação na coordenação ao estanho, de forma protonada.^{16,18} A [Figura 1](#) apresenta os espectros de infravermelho do ácido *dl*-mandélico e dos novos *dl*-mandelatos diorganoestânicos preparados.

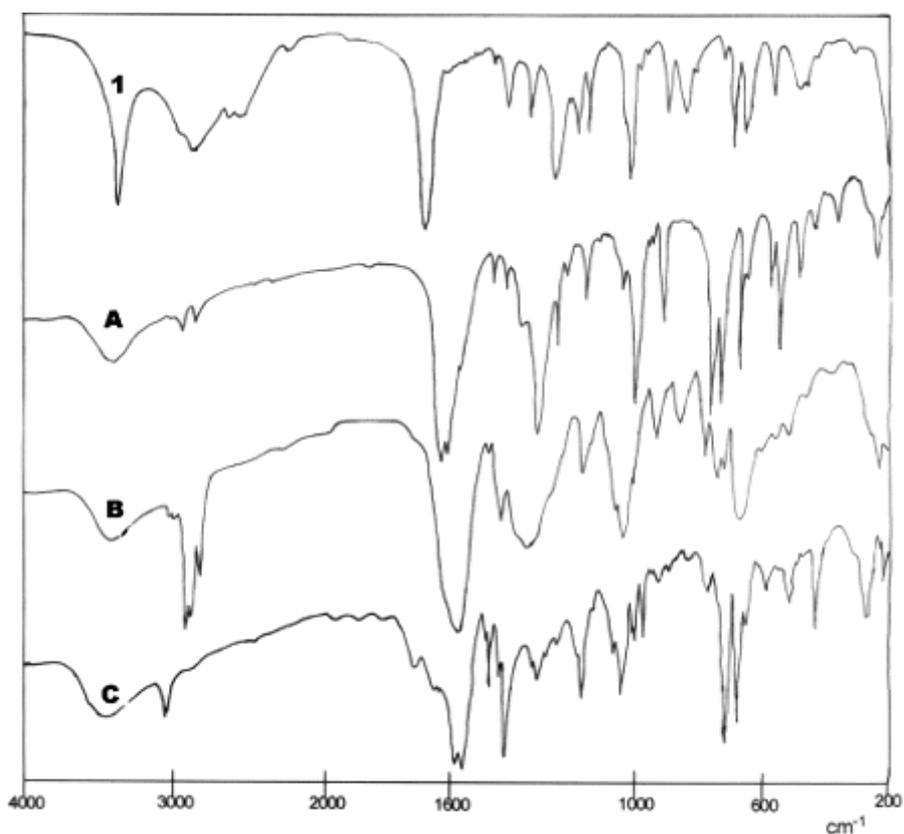
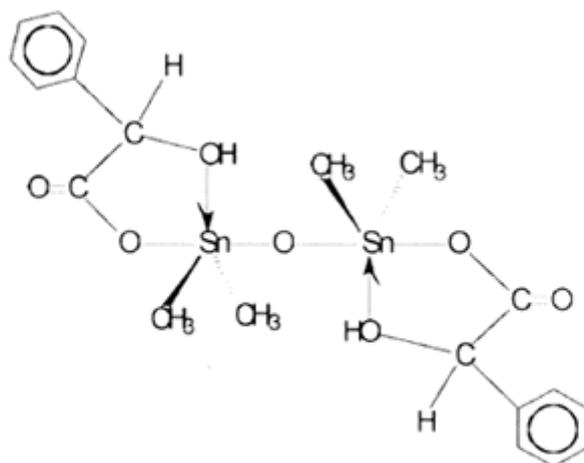
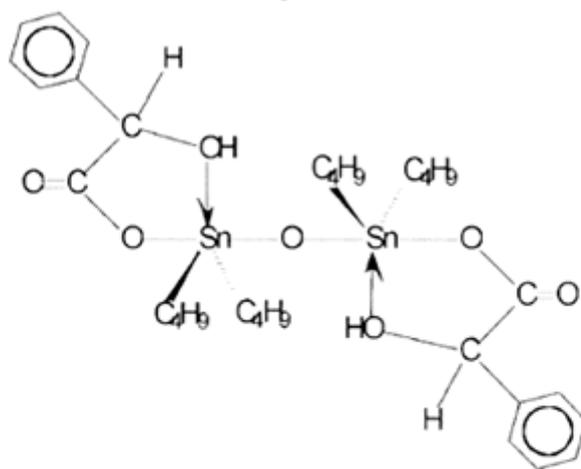


FIGURA 1 - Espectros de infravermelho para os compostos 1: ácido *dl*-mandélico, A: $[\{L(CH_3)_2Sn\}_2O]$, B: $[\{L(C_4H_9)_2Sn\}_2O]$ e C: $[L(C_6H_5)_2SnCl]_2$ ($L = C_6H_5CH(OH)COO^-$).

Pela natureza dos reagentes de partida, com base nos dados de análise elementar e nas inferências dos espectros de infravermelho, foi possível estabelecer as seguintes formulações para os *dl*-mandelatos diorganoestânicos que foram preparados neste trabalho: $[\{L(CH_3)_2Sn\}_2O]$ (composto A), $[\{L(C_4H_9)_2Sn\}_2O]$ (composto B) e $[L(C_6H_5)_2SnCl]_2$ (composto C) $\{L = C_6H_5CH(OH)COO^-\}$. Para os compostos A e B, foi possível fazer tentativa de proposição das estruturas indicadas na [Figura 2](#). Estas estruturas, contendo oxigênio ligado em ponte, são consistentes com a observação de bandas nos espectros de infravermelho, a 780 cm^{-1} , para os compostos A e B respectivamente, atribuídas especificamente a este tipo de ligação.^{20,21,22}



Composto A



Composto B

FIGURA 2 - Estruturas propostas para os compostos A: $[\{L(CH_3)_2Sn\}_2O]$ e B: $[\{L(C_4H_9)_2Sn\}_2O]$ ($L = C_6H_5CH(OH)COO^-$).

Para o composto contendo o grupo fenila, não foi possível propor uma estrutura semelhante. Durante as sínteses, os compostos A e B foram preparados pela reação direta de R_2SnCl_2 ou R_2SnO ($R = -CH_3; -C_4H_9$) com ácido *dl*-mandélico, em meio de etanol e sob refluxo. Pelo mesmo procedimento, utilizando-se $(C_6H_5)_2SnCl_2$ ou $(C_6H_5)_2SnO$, o produto da reação mostrou-se uma mistura complexa da qual não pode ser isolado nenhum composto. Apesar de ser uma mistura, o respectivo espectro de infravermelho indicava a presença de *dl*-mandelato coordenado. Tentativas de extração com solventes usuais levavam sempre a cristais brancos que eram identificados como $(C_6H_5)_2SnO$, demonstrando que qualquer eventual composto formado sofria decomposição, mesmo sob condições de atmosfera inerte.

O composto C, $[(C_6H_5)_2SnLCl]$ ($L = C_6H_5CH(OH)COO^-$), só pode ser obtido em acetonitrila e a partir de $(C_6H_5)_2SnCl_2$, de acordo com o procedimento descrito na parte experimental, depois de várias tentativas de adequação das condições de síntese e natureza do solvente. Em seu espectro de infravermelho não foi observada banda a 780 cm^{-1} , relativa ao estiramento da ligação de oxigênio em ponte com átomos de estanho, como nos casos dos compostos A e B. No entanto, foi verificada

a existência de banda a 420 cm^{-1} , atribuída ao estiramento Sn-O, bem como pode ser observada uma banda nítida de média intensidade, a 270 cm^{-1} , atribuída ao estiramento Sn-Cl¹⁸. É inusitado que um dos átomos de cloro ainda permaneça coordenado no complexo preparado, pois o meio básico durante a reação deveria atuar como agente facilitador para a substituição total dos cloretos do reagente de partida, $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SnCl}_2$.

Os *dl*-mandelatos foram também estudados por espectroscopia Mössbauer. Os espectros de Mössbauer de ¹¹⁹Sn são mostrados na [Figura 3](#) e os melhores parâmetros ajustados estão sumarizados na [Tabela 3](#).

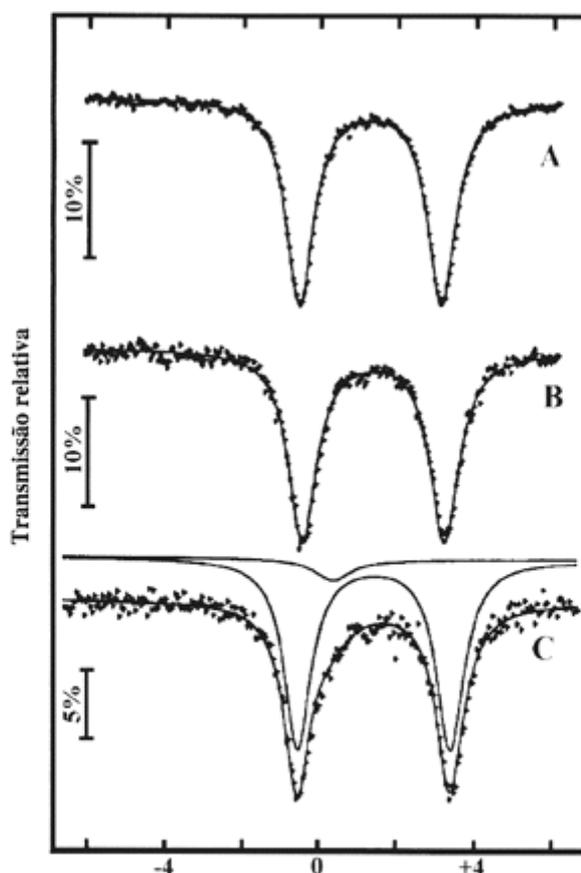


FIGURA 3. Espectros Mössbauer obtidos a $T = 85\text{ K}$ usando-se uma fonte de CaSnO_3 à temperatura ambiente para os compostos A: $[(\text{L}(\text{CH}_3)_2\text{Sn})_2\text{O}]$, B: $[(\text{L}(\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{Sn})_2\text{O}]$ e C: $[\text{L}(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SnCl}]_2$ ($\text{L} = \text{C}_6\text{H}_5\text{CH}(\text{OH})\text{COO}^-$).

Tabela 3 - Parâmetros Mössbauer de ^{119}Sn a 85 K para os *dl*-mandelatos diorganoestânicos ($\text{L} = \text{C}_6\text{H}_5\text{CH}(\text{OH})\text{COO}^-$).

Complexos	δ (mm s^{-1})	Δ (mm s^{-1})	Γ (mm s^{-1})	AR(100)
A: $[\{\text{L}(\text{CH}_3)_2\text{Sn}\}_2\text{O}]$	$1,27 \pm 0,01$	$3,65 \pm 0,01$	$0,88 \pm 0,01$	100
B: $[\{\text{L}(\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{Sn}\}_2\text{O}]$	$1,37 \pm 0,01$	$3,65 \pm 0,01$	$0,90 \pm 0,01$	100
C: $[\text{L}(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SnCl}]_2$	$1,41 \pm 0,01$ $0,35 \pm 0,07$	$3,91 \pm 0,01$ 0	$0,85 \pm 0,01$ $1,17 \pm 0,09$	93 7

δ : deslocamento isomérico relativo ao CaSnO_3 ; Δ : desdobramento quadrupolar; Γ : largura da linha e AR: área relativa sob a curva de ressonância.

Da [Figura 3](#) e da [Tabela 3](#), fica evidenciado que os compostos A e B apresentam somente um sítio ao redor do estanho, enquanto que, para o composto C, dois sítios são observados.

Os valores do desdobramento quadrupolar, **D**, para A e B sugerem geometria trigonal bipiramidal, com os radicais alquila em posição *trans*-distorcida.^{8,9,13,25} Estes resultados estão em concordância com os dados de análise elementar e de infravermelho, confirmando as estruturas propostas para os compostos.

O sítio principal do composto C, cuja contribuição é de 93% da área total sob a curva de ressonância, é típico, também, para $\text{Sn}(\text{IV})$. A área remanescente, relativa a 7%, é devida a impurezas, cujos parâmetros são característicos para estanho tetravalente octaédricamente coordenado por oxigênio, sendo que a largura de linha, **G**, apresentada por este sítio indica um desdobramento quadrupolar não-resolvido, devido a distorções moderadas do octaedro.¹¹

Para o composto C, o valor de **D** indica geometria octaédrica distorcida ao redor do estanho, com os grupos fenila em posição *trans*.^{8,9,13,25} Estes resultados, conjuntamente com os dados de análise elementar e infravermelho, permitem propor, para o composto C, a estrutura indicada na [Figura 4](#).

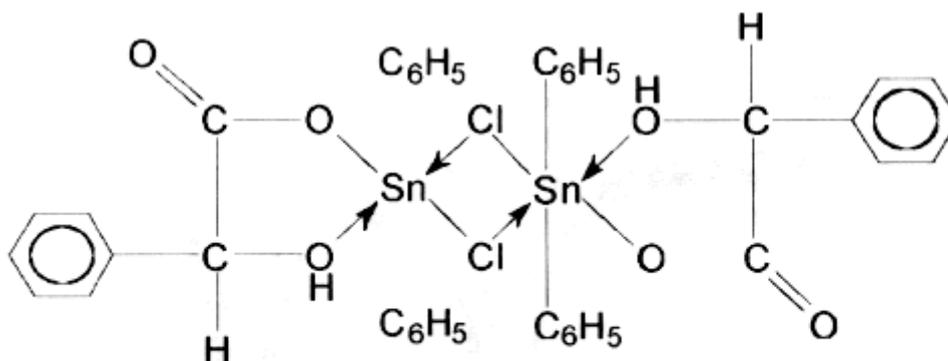


FIGURA 4 - Estrutura proposta para o complexo $[\text{L}(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SnCl}]_2$ ($\text{L} = \text{C}_6\text{H}_5\text{CH}(\text{OH})\text{COO}^-$).

Conclusão

Os compostos descritos neste trabalho puderam ser caracterizados como espécies com geometrias bipirâmide trigonal com átomos de oxigênio em ponte (compostos A e B) ou octaédrica com átomos de cloro em ponte (composto C). Estes resultados são bastante distintos daqueles descritos para os únicos compostos diorganoestânicos derivados de um ácido *a*-hidroxicarboxílico, o ácido benzílico – $(C_6H_5)_2C(OH)COOH$, que se mostraram espécies octaédricas e monoméricas do tipo $[R_2SnB_2]$ $\{R = -CH_3, -C_2H_5, -C_4H_9; R = C_6H_5CH(OH)COO^-\}$.²¹

Agradecimentos

À CAPES e FAPEMIG pelo suporte financeiro; ao Prof. Carlos Alberto Filgueiras (UFMG) pelo uso de seus laboratórios e cessão de reagentes e ao Sr. Wellerson Fonseca Ribeiro (UFMG) pelo apoio na parte experimental.

TERRA, V. R. et al. Synthesis and characterization of diorganotin(IV) compounds with *dl*-mandelic acid. *Ecl. Quím.*, (São Paulo), v.23, p.17-30, 1998.

ABSTRACT: Equimolecular reactions between R_2SnO or R_2SnCl_2 ($R = -CH_3; -C_4H_9$), in ethanol medium, with *dl*-mandelic acid, $C_6H_5CH(OH)COOH$, led to new compounds formulated as $[(LR_2Sn)_2O]$ ($L = C_6H_5CH(OH)COO^-$) in which the tin atom is pentacoordinated, with the ligand L performing a bidentate bonding mode through the both oxygen of acid and alcoholic hydroxylic groups. In the same conditions, any reaction product obtained from $(C_6H_5)_2SnO$ or $(C_6H_5)_2SnCl_2$ could be identified. However when the reaction is performed with $(C_6H_5)_2SnCl_2$, in acetonitrile medium, a hexacoordinated compound formulated as $[L(C_6H_5)_2SnCl]_2$ is obtained in mixture with hydrated $SnCl_4$. The reaction products were characterized by melting point, microanalysis, thermogravimetric analysis, infrared and Mössbauer spectroscopy. **KEYWORDS:** Tin; tin complexes; diorganotin compounds; diorganometallics compounds; *a*-hydroxycarboxylates; *dl*-mandelates.

Referências

- 1 BARBIÉRI, R. S.; KLEIN, S. I.; MARQUES NETTO, A. Time differential perturbed angular correlation (TDPAC) study of some hafnium glycolate complexes. *Polyhedron*, v. 7, p. 2165, 1988.
- 2 BARBIÉRI, R. S.; TERRA, V.R.; MARQUES NETTO, A.; ROCHA, J. C. Infrared study of zirconium and hafnium *a*-hydroxycarboxylates. *Ecl. Quím.*, v. 19, p. 129, 1994.
- 3 BARBIÉRI, R. S.; TERRA, V.R.; MARQUES NETTO, A.; ROCHA, J. C. Contribution to the

- study of zirconium and hafnium α -hydroxycarboxylates. *Quím. Nova*, v. 18, p. 40, 1995.
- 4 BLUNDEN, S. J.; CHAPMAN, A. *Organotin compounds in the environment. Organometallic compounds in the environment*; CRAIG, P. J., Ed. Harlow: Longman, 1986.
- 5 BOLARD, J. Infrared absorptions spectra of simple hydroxy acids. *J. Chem Phys.*, p. 887, 1965.
- 6 CEFALU, R.; BOSCO, R.; BONATI, R.; MAGGIO, F.; BARBIERI, R. Spectroscopic studies on complexes of diorganotin(IV) moieties with SNO and ONO tridentate ligands. *Z. Anorg. Allg. Chem.*, v.376, p. 180, 1970.
- 7 DAVIES, A.G.; KARPEL, S. *Comprehensive organometallic chemistry*. Oxford: Pergamon Press, v. 1, 1982.
- 8 DAVIES, A.G.; MILLEDGE, H.J.; PUXLEY, D.C.; SMITH, P.J. Crystal structure and Mössbauer spectrum of dimethyltin dichloride. *J. Chem. Soc.(A)*; p. 2862, 1970.
- 9 DAVIES, A.G.; SMITH, P.J.; *Comprehensive organometallic chemistry*. Oxford: Pergamon Press, 1982. v.2.
- 10 DEBYE, N. W. G.; FENTON, D. E.; ULRICH, S. E.; ZUCKERMAN, J. ^{119}Sn Mössbauer and N.M.R. study of trialkyltin acetates. *J. Organomet. Chem.*, v. 28, p.339, 1971.
- 11 DENES, G.; LAOU, E.; MUNTASAR, A. Reactions of stannous fluoride in hydrogen peroxide. *Hyp. Int.*, v.90, p.429, 1994.
- 12 EVANS, C.J.; KARPEL, S. *Organotin compounds in modern technology, J. Organomet.Chem. Library 16*. Amsterdam: Elsevier, 1985.
- 13 FORD, B.F.E.; LIENGME, B.V.; SAMS, J.R. Organotin carboxylates. I. Mössbauer and infrared study of triphenyltin carboxylates and novel compounds $\text{RSn}(\text{O})\text{OCOR}'$. *J. Organomet. Chem.*, v. 19, p. 53, 1969.
- 14 GIELEN, M. *Tin as a vital nutrient: implications in cancer prophylaxis and other physiological process*; CARDARELLI, N. F., Ed. Boca Raton: C. R. C. Press., 1986.
- 15 HAIDUA, I.; SILVESTU, C. Metal compounds in cancer chemotherapy. *Coord. Chem. Rev.*, v. 99, p. 253, 1990.
- 16 HAMILTON, W.C.; IBERS, J.A. *Hydrogen bonding in solids*. New York: Benjamin, 1968.
- 17 HOLECEK, J.; NADVORNIK, M.; HANDLIR, K.; LYCKA, A. ^{13}C and ^{119}Sn NMR spectra of di-*n*-butyltin(IV) compounds. *J. Organomet. Chem.*, v. 315, p. 299. 1986.
- 18 LARSEN, E. M., HOMEIR, E. H. Zirconium(IV) and hafnium(IV) complexes of α -hydroxy carboxylates, lactates, mandelates, and isopropylmandelates. Stereo-specificity in eight-coordinate complexes. *Inorg. Chem.*, v.11, p.2687, 1972.
- 19 LOCKART, T. P.; MANDERS, W. F.; HOLT, E. M. Solution and solid-state molecular structures of $\text{Me}_2\text{Sn}(\text{OAc})_2$ (I) and its hydrolyzate, $([\text{Me}_2\text{Sn}(\text{OAc})]_2\text{O})_2$ (II), by solution and solid-state ^{13}C NMR. X-ray diffraction study of II. *J. Am. Chem. Soc.*, v. 108, p. 6611, 1986.
- 20 MESUBI, M. A. Infrared spectra of triphenyltin substituted benzoates. *Spectrochimica Acta*, v.

32A, p. 1327, 1976.

21 _____. Synthesis and infrared studies of tri and diorganotin(IV) derivatives of benzilic acid. *Spectrochimica Acta*, v. 38A, p.989, 1982.

22 MESUBI, M. A.; OLATUNJI, G. A. A study of the thermal decomposition of some triphenyltin carboxylates. *Termochimica Acta*, v. 67, p. 307, 1983.

23 MOKAL, V. B.; JAIN, V.K.; TIEKINK, E. R.T. Structural chemistry of organotin carboxylates. IX. Synthesis and characterization of n-butyltin carboxylates: $[\text{}^n\text{BuSn}(\text{O})(\text{O}_2\text{CR}')]_6$, $\text{R}' = \text{}^i\text{Pr}$ or $\text{}^t\text{Bu}$, and the crystal structure of the latter. *J. Organomet. Chem.*, v. 407, p. 173, 1991.

24 OKAWARA, R.; WADA, M. Structural aspects of organotin compounds. *Adv. Organomet. Chem.*, v.5, p.137, 1967.

25 OMAE, I. *Organotin chemistry, J. Organomet. Chem. Library 21*. Amsterdam: Elsevier, 1989.

26 OTERA, J.; KAWASAKI, Y.; TANAKA, T. Long range spin-spin coupling in kojato complexes of tin(IV) and their infrared spectra. *Inorg. Chim. Acta*, v. 1, p. 294, 1967.

27 PARULEKAR, C. S.; JAIN, V.K., DAS, T.K.; GRUPTA, A. R. Structural chemistry of organotin carboxylates. II. The crystal structure of the dicarboxylato tetraorganodistannoxane $\{[\text{}^n\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{O}_2\text{CC}_5\text{H}_4\text{N})_2]\}_2$. *J. Organomet. Chem.*, v. 372, p. 193, 1989.

28 SANDHU, G. K.; BOPAROY, N.S. Preparation and $^{119\text{m}}\text{Sn}$ Mössbauer studies of diorganotin(IV) derivatives of nicotinic acid and nicotine acid N-oxide. *J. Organomet. Chem.*, v. 420, p. 23, 1991.

29 SANDHU, G. K.; HUNDAL, R. Structural chemistry of organotin carboxylates. XVII. Diorganotin(IV) derivatives of N-phthaloyl-DL-valine. *J. Organomet. Chem.* v. 430, p. 15, 1992.

30 SANDHU, G.K.; VERMA, S.P.; TIEKINK, E.R.T. Structural chemistry of organotin carboxylates. IV. X-ray crystal structure of polymeric trimethylstannyl thiophene-2-carboxylate. *J. Organomet. Chem.*, v. 393, p. 195, 1990.

31 TIEKINK, E. R. T. Structural chemistry of organotin carboxylates. XI. X-ray crystal structure of dimethyltin dibenzoate. *J. Organomet. Chem.*, v. 408, p. 323, 1991.

32 VAN DER BERGHE, E.V.; VAN DER KELEN, G. P.; ALBRECHT, J. A study of the structure of trimethyltinhaloacetates by N.M.R. and I.R. spectroscopy. *Inorg. Chim. Acta*, v. 2, p. 89, 1968.

33 VAN DER KELEN, G. P., VAN DER BERGHE, E. V., VERDONCK, L. *Organotin halides. Organotin compounds*. SAWYER, A. K. (Ed.) New York: Marcel Dekker, 1971.

34 VOGEL, A. *Textbook of practical organic chemistry: qualitative organic analysis*. New York: Longman, 1978. 4.ed.

Recebido em 10.06.1997.

Aceito em 03.12.1997.

* Departamento de Química - Universidade de Brasília - 70910-900 - Brasília - DF

** Departamento de Química - Centro de Ciências Exatas - Universidade Federal de Viçosa - 36570-000 - Viçosa - MG

*** Departamento de Física - Instituto de Ciências Exatas - Universidade Federal de Minas Gerais - 31270-901 - Belo Horizonte - MG