

SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E ESTRUTURA CRISTALINA DO 1-FENIL-3-(4-NITROFENIL)TRIAZENO 1-ÓXIDO

Bernardo A. Iglesias^{1*}(IC), Paulo Roberto Martins¹(IC), Aline Joana R.W.A. dos Santos¹(PG), Edegar Ozório da Silva¹(PQ), Herton Fenner¹(PQ), Manfredo Hörner¹(PQ) quimicoufsm@hotmail.com

¹Núcleo de Investigação de Triazenos e Complexos/NITriCo/ Departamento de Química/ UFSM/ Santa Maria/ RS CEP 97110-970

Palavras Chave: triazenos, difração de raios-X.

Introdução

Triazenos 1-óxido são moléculas que apresentam um átomo de oxigênio vinculado ao átomo N₁ da cadeia diazoamínica através de uma ligação covalente dativa. São uma classe de pró-ligantes bidentados que formam “anéis quelatos inorgânicos” (sem carbono), de cinco membros e estáveis, quando coordenados a um centro metálico. A obtenção de triazenos 1-óxido ocorre por rotas sintéticas relativamente simples, envolvendo o acoplamento de hidroxilaminas N-substituídas e sais de diazônio¹. A maior parte destes triazenos 1-óxido apresentam atividade biológica atuando como bacteriostáticos³.

Resultados e Discussão

METODOLOGIA

A molécula 1-fenil-3-(4-nitrofenil)triazeno 1-óxido (**1**) foi obtida através da reação de diazotação da 4-nitroanilina em meio HCl/H₂O, 1:1 e, posterior acoplamento com β-fenilhidroxilamina em meio de ácido acético. O produto é isolado via neutralização controlada com solução a 20% de acetato de sódio.

RESULTADOS

A coleta de dados para o pró-ligante (**1**) foi realizada em um difratômetro Bruker ApexII-CCD, destacando-se em relação à coleta de dados e solução da estrutura cristalina/molecular: Sistema cristalino *Triclínico*, grupo espacial *P*-1, *a* = 7,815(5)Å, *b* = 7,442(5)Å, *c* = 12,362(5)Å, *α* = 74,922(5)°, *β* = 81,798(5)°, *γ* = 68,451(5)°, *Z* = 2, *D_x* = 1,45mg/m³, *R*₁ = 0,083, *wR*₂ = 0,184. Destacam-se os seguintes comprimentos de ligação(Å): N13-N12 = 1,333Å, N12-N11 = 1,276Å, N11-O1 = 1,280Å, C21-N13 = 1,383Å, C11-N11 = 1,446Å, N13-H1 = 0,757Å².

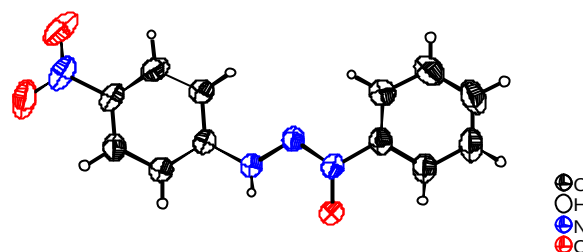


Figura 1. Projeção da estrutura cristalina molecular do pró-ligante (**1**).

A solução da estrutura e o refinamento foram obtidos com SHELXS 97 e SHELXS 97, respectivamente⁴.

Conclusões

As moléculas do pró-ligante (**1**) cristalizam na forma de tautômero 1-óxido, sendo a forma 3-hidroxitriazeno encontrada somente em solução.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FIPE, FAPERGS.

¹ Santos, A.J.R.W.A dos, *Dissertação de Mestrado. UFSM/2005*.

² Sogani, N.C., *Zeitschrift für Naturforschung*; 20b; 853-855; **1965**.

³ Goswami, A.K.; Purohit, D.N. *Analytical Science*; 17, 1789-1791, **2001**.

⁴ Sheldrick, G.M. *SHELXS-97; Program for Crystal Structure Solution*, University of Göttingen, Germany, **1990**.