

SÍNTESE E ANÁLISE ESTRUTURAL DO COMPOSTO TRIAZENO 3-(4-ACETILFENIL)-1-(2-FLUORFENIL)TRIAZENO

Vinícius F. Giglio ^{1*} (PG), Mariana B. Behm ¹ (PG), Estela dos Reis Crespan¹ (PG), Manfred Höerner¹(PQ), Paulo Roberto Martins (IC). vini@mail.ufsm.br

¹Núcleo de Investigação de Triazenos e Complexos – NITriCo, Departamento de Química, UFSM, Santa Maria – RS, CEP 97110-970 (www.ufsm.br/nitrico).

Palavras Chave: triazeno, ligações de hidrogênio intermoleculares, difração de raios-X.

Introdução

São muitas as moléculas orgânicas com potencial de se coordenarem a metais formando complexos e, em especial, este trabalho apresenta um triazeno livre, caracterizado pela cadeia diazoamínica alifática [-N=N-N(H)-]¹. A síntese de 1,3-diariltriazenos substituídos é de grande interesse na exploração das suas propriedades estruturais, onde, em muitos casos, ocorre a formação de arranjos supramoleculares. Neste trabalho é apresentada a síntese, caracterização e discussão estrutural por difração de raios-X em monocristal da molécula 3-(4-acetilfenil)-1-(2-fluorfenil)triazeno (**1**) com arranjo supramolecular através de ligações de hidrogênio clássicas N – H ... O.

Resultados e Discussão

METODOLOGIA

O triazeno (**1**) foi sintetizado a partir da reação de diazotização em meio ácido da 4-aminoacetofenona com nitrito de sódio à 0 °C na proporção 1:1, com posterior acoplamento da 2-fluoranilina. Ponto de fusão: 135-138°. Dados de IR: 3198 cm⁻¹ [MF, ν(N-H)], 1174cm⁻¹ [F, νs(N-N)], 1367 cm⁻¹ [m ν(N=N)]. Um monocristal com as dimensões de 0,47 x 0,13 x 0,10 mm foi fixado em um fio de vidro e submetido à coleta de dados de difração com radiação MoK_α = 0,71073 Å à 20 °C com um difratômetro Bruker Apex II – ccd para a análise estrutural.

RESULTADOS

A coleta de dados e o refinamento da estrutura cristalina e molecular reúnem-se para (**1**):

FM = C₁₄H₁₂FN₃O, **M_r** = 257,27 g/mol, **T** = 293(2) K, grupo espacial **P1̄**, **a** = 8,033(4) Å, **b** = 8,039(5) Å, **c** = 10,022(6) Å, **α** = 93,77(2)°, **β** = 96,86(2)°, **γ** = 97,98(2)°, **Z** = 2, **D_x** = 1,347 mg/m³, **R₁** = 0,0741 e **wR₂** = 0,2547. Solução (Métodos Diretos) e refinamento da estrutura (mínimos quadrados, matriz completa incluindo F²).

Destacam-se os seguintes comprimentos (Å) e ângulos de ligação (°): N(11)-N(12)=1,272(4), N(12)-N(13)=1,326(5), N(13)-H(1)=0,95(6); N(11)-N(12)-N(13)=111,7(3), N(12)-N(11)-C(11)=112,4(3), N(12)-N(13)-C(21)=121,1(3). As moléculas do triazeno

formam uma cadeia infinita e unidimensional ao longo da direção cristalográfica [100] ou seja, ao

longo do eixo cristalográfico **a** através de ligações de hidrogênio clássicas N-H...O [N13...O1' = 2,895(5) Å e N13-H1...O1' = 162(5)°; código de simetria; (') 1+x, y, z]. A **Figura 2** mostra a projeção da cela elementar mostrando as interações intermoleculares.

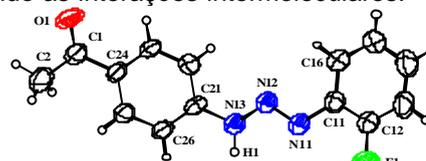


Figura 1 destaca a projeção da estrutura cristalina do triazeno (**1**) com os elipsóides térmicos em nível de probabilidade de 50%.

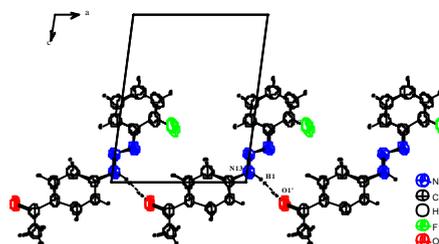


Figura 2: Projeção da cela elementar na direção [010], destacando-se uma cadeia parcial formada por três moléculas de (**1**) ao longo da direção cristalográfica [100].

Conclusões

As distâncias de ligação entre os átomos N(11)-N(12) e N(12)-N(13) caracterizam as ordens de ligação 2,0 e 1,0 respectivamente. Desta forma espera-se hibridização *sp*³ para o átomo N(13) e *sp*² para os átomos N(11) e N(12). As moléculas do triazeno (**1**) associam-se através de ligações de hidrogênio clássicas entre N – H ... O, formando um arranjo supramolecular unidimensional na direção cristalográfica [100].

Agradecimentos

CAPES, FAPERGS

¹ Moore, D.S.; Roson, S.D; *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.*; 30, 1-68, 1986.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² DIAMOND, Version 3.x, CRYSTAL IMPACT, Postfach
1251, 53002 Bonn, Germany.
(URL: <http://www.crystalimpact.com/diamond>).