

SÍNTESE E ANÁLISE ESTRUTURAL DO COMPLEXO *cis*-Bis[1,3-(4-BROMOFENIL)TRIAZENIDO](PIRIDINA)}Ni(II)

Mariana B. Behm ^{*1} (PG), Vinícius F. Giglio¹ (PG), Estela dos Reis Crespan¹ (PG), Manfredo Hörner¹(PQ)
behm@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, complexo Triazenido de Ni(II), ligações de hidrogênio intermoleculares, difração de raios-X.

Introdução

Triazenos são moléculas que possuem cadeia diazoamínica alifática, -N=N-N(H)-, que atuam como bases de Lewis quando desprotonadas e coordenadas à íons metálicos¹. Justifica-se a pesquisa de triazenos devido aos seus diferentes usos, que vão desde a química medicinal, agroquímicos, até a química fina como reagentes para determinação de metais em química analítica, intermediários de reações orgânicas e arranjos supramoleculares. A síntese de 1,3-diariltriazenos é de especial interesse para a química de coordenação dadas suas propriedades químicas, eletrônicas e estruturais, obtendo-se complexos metálicos mono ou multinucleares. Neste trabalho relata-se a caracterização por I.V. e difração de raios-X do complexo de Ni(II) com o ligante 1,3-(4-bromofenil)triazenido, evidenciando fracas ligações de hidrogênio não-clássicas intermoleculares C-H...Br.

Resultados e Discussão

METODOLOGIA

Obteve-se o complexo *cis*-Bis[Ni(BrC₆H₄NNNC₆H₄Br)₂(C₅H₅N)₂] (**1**) reagindo-se o pró-ligante 1,3-(4-bromofenil)triazeno previamente desprotonado em KOH com cloreto de níquel (II) em MeOH, na proporção 2:1, e posterior adição de piridina. Monocristais adequados para a análise por difração de raios-X foram obtidos a partir da evaporação lenta da solução-mãe. Um monocristal com as dimensões de 0,13 x 0,12 x 0,12 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* = C₃₄H₂₆Br₄N₈Ni, *M_r* = 924,98 g/mol, *T* = 293(2) K, grupo espacial *P*2₁/*c*, *a* = 10,4677(5) Å,

b = 19,6783(9) Å, *c* = 17,5083(9) Å, *b* = 94.053(5)°, *a* = *g* = 90°, *Z* = 2, *D_x* = 1,704 mg/m³, *R*₁ = 0,0367 e *wR*₂ = 0,0924. Solução (Métodos Diretos) e

refinamento da estrutura (mínimos quadrados, matriz completa incluindo *F*²). Destacam-se os seguintes comprimentos (Å) e ângulos de ligação (°): Ni-N11=2,085(3), Ni-N13=2,110(3), Ni-N61=2,105(3); N11-N12-N13=107,3(3), N11-Ni-N13=60,35(13), N11-Ni-N21=89,48(13).

A **Figura 1** destaca a estrutura cristalina do complexo (**1**), demonstrando moléculas operadas por um eixo axial de rotação-translação 2₁ paralelo a direção [010], resultando em cadeias através de fracas ligações de hidrogênio não-clássicas intermoleculares C-H...Br. Esta operação de simetria está relacionada ao grupo espacial *P*2₁/*c* (nº 14 – *International Tables for Crystallography*).

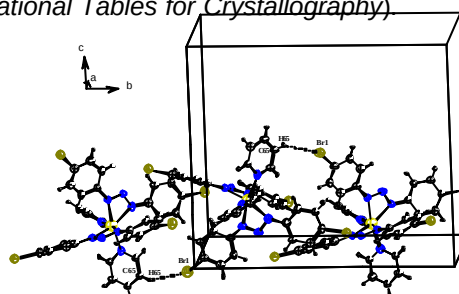


Figura1. Projeção da cela unitária na direção cristalográfica [100] incluindo três moléculas do complexo (**1**). As interações intermoleculares C-H...Br estão representadas por linhas tracejadas. [Código de simetria: (') 1- *x*; 1/2 + *y*; 1/2 - *z*].

Conclusões

Através da análise dos ângulos de ligação observa-se uma geometria de coordenação rômica distorcida para o complexo (**1**). Suas moléculas mostram um arranjo supramolecular na forma de cadeias unidimensionais via ligações de hidrogênio não-clássicas entre C-H...Br na direção cristalográfica [010].

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPERGS

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

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