

## Síntese e Caracterização Estrutural e Espectroscópica de um Iodoalcóxido de Ferro(II) e Titânio(IV)

Darlene Tomaselli (IC)<sup>1\*</sup>, Dayane M. Reis (PG)<sup>1</sup>, Giovana G. Nunes (PQ)<sup>1</sup>, Geraldo R. Friedermann (PG)<sup>1</sup>, Eduardo L. de Sá (PQ)<sup>1</sup>, David J. Evans (PQ)<sup>2</sup>, Vadim G. Kessler (PQ)<sup>3</sup>, Jaísa F. Soares (PQ)<sup>1</sup> – dar\_tomaselli@yahoo.com.br

<sup>1</sup> Laboratório de Química Bioinorgânica, Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná – Curitiba, PR.

<sup>2</sup> Department of Biological Chemistry, John Innes Centre – Norwich, UK.

<sup>3</sup> Department of Chemistry, Swedish University of Agricultural Sciences – Uppsala, Sweden.

Palavras Chave: halo-alcóxido, ferro(II), titânio(IV).

### Introdução

Os alcóxidos heterometálicos têm sido amplamente empregados como precursores de fonte única de óxidos mistos e/ou sistemas multifásicos (compósitos) com propriedades diferenciadas.<sup>1</sup> Dentro desse contexto, nosso grupo de pesquisa tem investido no desenvolvimento de rotas sintéticas para a obtenção de diversos alcóxidos heterometálicos da primeira série de transição, contendo especialmente ferro, titânio e vanádio, e também na caracterização completa desses compostos.<sup>2</sup>

### Resultados e Discussão

A reação entre 2 equivalentes de “NaTi(OPr)<sup>i</sup>” e 1 equivalente de [Fe(HOPr)<sup>i</sup>]<sub>4</sub>(μ-I)<sub>2</sub>FeI<sub>2</sub> em tolueno/HOPr<sup>i</sup> (10:1) produziu, após resfriamento a -20°C, cristais marrom-claros (**A**) com um rendimento de 40%.

O espectro de FTIR registrado para **A** apresenta bandas de absorção compatíveis com a formação de um alcóxido polinuclear (Tabela 1).<sup>2</sup>

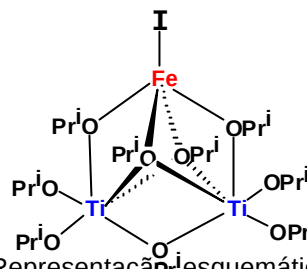
**Tabela 1.** Absorções características na região do infravermelho registradas para **A**.

| Atribuição                         | Nº de Onda (cm <sup>-1</sup> ) |
|------------------------------------|--------------------------------|
| ν(Fe-O)                            | 472                            |
| ν(C-O) / μ-OPr <sup>i</sup>        | 941, 1118                      |
| ν(C-O) / OPr <sup>i</sup> terminal | 1016                           |
| ν(CCC) / esqueleto isopropila      | 821                            |
| ρ(CH <sub>3</sub> )                | 1163                           |

Os valores numéricos dos parâmetros de Mössbauer, obtidos por simulação dos espectros experimentais de **A** (i.s. 1,04 mm.s<sup>-1</sup> e q.s. 2,52 mm.s<sup>-1</sup>), são concordantes com a formação de um complexo de Fe<sup>II</sup> spin-alto. A comparação do valor de deslocamento isomérico (i.s.) com o relatado para o complexo análogo [FeCl{Ti<sub>2</sub>(OPr<sup>i</sup>)<sub>9</sub>}]<sup>2</sup> (**B**) (i.s. 1,028 mm.s<sup>-1</sup>) sugere que o centro de Fe<sup>II</sup> em **A**, assim como em **B**, encontra-se em um ambiente pentacoordenado. O valor do desdobramento de quadrupolo (q.s.), por ser maior do que o observado para **B** (2,314 mm.s<sup>-1</sup>), indica uma maior distorção da nuvem eletrônica s centrada no núcleo do metal. Os

resultados da análise de **A** por RPE (banda-X, 298 e 77 K) também estão de acordo com presença de ferro(II) no complexo.<sup>2</sup>

A análise de **A** por DRX-monocristal, atualmente em fase de refinamento, confirma a formação do complexo trinuclear [Fe{Ti<sub>2</sub>(OPr<sup>i</sup>)<sub>9</sub>}], representado na Figura 1. Isso concorda com os resultados das análises espectroscópicas e com os teores de C e H (39,5 e 7,84%, respectivamente) determinados por análise elementar. Os teores calculados para a formulação [Fe{Ti<sub>2</sub>(OPr<sup>i</sup>)<sub>9</sub>}] são C = 40,0; H = 7,80%.



**Figura 1.** Representação esquemática da estrutura do complexo **A**, análoga à de [FeCl{Ti<sub>2</sub>(OPr<sup>i</sup>)<sub>9</sub>}] (**B**).<sup>2</sup>

### Conclusões

O produto **A** foi obtido através de uma via sintética diferente das já empregadas na preparação de alcóxidos trinucleares, sendo esta uma metodologia significativamente mais simples.<sup>2</sup> O complexo poderá ser empregado como precursor de espécies heterotrimetálicas, pois o iodeto, como bom grupo abandonador, pode ser precipitado em reações de eliminação de sal com outros alcóxidos mistos de metais de transição e metais alcalinos, como K[V(OR)<sub>5</sub>]. A caracterização completa de **A**, o seu emprego em reações subsequentes e como precursor de óxidos mistos através do processo sol-gel estão em andamento em nosso laboratório.

### Agradecimentos

CAPES, CNPq, PRONEX, UFPR, Fundação Araucária.

<sup>1</sup> Kessler, V. G.. *Chem. Comm.* **2003**, 1213.

<sup>2</sup> Nunes, G. G.; Reis, D. M.; Camargo P. H. C.; Hitchcock, P. B.; Sá, E. L. de; Evans, D. J.; Cunha, C. J. da; Tremiliosi Filho, G.; Zarbin,

