

Estrutura Cristalina e Molecular dos Primeiros Complexos de Vanádio(V) com Ligantes Triazenido 1-óxido.

Bernardo A. Iglesias^{1*}(IC), Paulo R. Martins¹(IC), Paulo C. M. Villis¹(PG), 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: Triazeno 1-óxido, Complexos triazenido 1-óxido de vanádio(V).

Introdução

Triazenos 1-óxido¹ são compostos de cadeia aberta com três átomos de nitrogênio em sequência, incluindo um átomo de oxigênio como sítio de coordenação adicional. Desprotonados atuam como doadores de elétrons contribuindo com uma química estrutural bastante rica. Neste trabalho são relatadas as caracterizações estruturais cristalina e molecular dos complexos de vanádio(V) com os ligantes 1,3-bisfeniltriazeno 1-óxido e 1-fenil-3-(4-nitrofenil)triazeno 1-óxido².

Resultados e Discussão

METODOLOGIA

O complexo $[\text{VO}_2(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_3\text{O})(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})]$ **(1)** foi obtido através da reação entre sulfato de vanádio (IV) pentahidratado e o pré-ligante 1,3-bisfeniltriazeno 1-óxido dissolvidos em $\text{H}_2\text{O}/\text{EtOH}$, em meio alcalino. O precipitado verde-oliva obtido foi recristalizado em Acetona/piridina, obtendo-se monocristais amarelos aptos à coleta de dados por difração de raios-X.

O complexo $[\text{VO}_2(\text{C}_{12}\text{H}_9\text{N}_4\text{O}_3)(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})]$ **(2)** foi obtido através da reação entre sulfato de vanádio (IV) pentahidratado e o pré-ligante 1-fenil-3-(4-nitrofenil)triazeno 1-óxido dissolvidos em $\text{H}_2\text{O}/\text{EtOH}$, em meio alcalino. O precipitado verde-oliva foi recristalizado em Acetona/piridina, obtendo-se monocristais amarelos aptos à coleta de dados por difração de raios-X. A figura 1 mostra a representação da fórmula estrutural dos pré-ligantes utilizados.

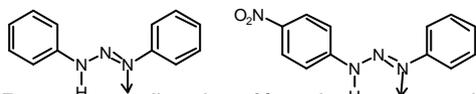


Figura 1. Representação das fórmulas estruturais dos pré-ligantes.

RESULTADOS

A coleta dos dados para os complexos **(1)** e **(2)** foram realizadas em um difratômetro Bruker ApexII-CCD e o refinamento das estruturas reúne, respectivamente:

(1): Sistema Cristalino *Monoclínico*, Grupo Espacial $P2_1/c$, $a = 16,1661(4)\text{Å}$, $b = 6,7551(10)\text{Å}$, $c = 16,673(4)\text{Å}$, $\beta = 113,781(2)^\circ$, $Z = 3$, $R_1 = 0,0347$, $wR_2 = 0,0890$.

(2): Sistema Cristalino *Monoclínico*, Grupo Espacial $P2_1/c$, $a = 11,0089(14)\text{Å}$, $b = 23,182(3)\text{Å}$, $c = 7,3528(10)\text{Å}$, $\beta = 109,050(7)^\circ$, $Z = 4$, $R_1 = 0,0470$, $wR_2 = 0,1075$.

O total de intensidades coletadas foram submetidas à redução (correções de polarização e de Lorentz) com programa *WinGX*³. A solução das estruturas⁴ foram realizadas pelo método dos mínimos-quadrados e matriz completa incluindo F^2 . A figura 2 apresenta uma projeção das estruturas cristalinas moleculares para os complexos **(1)** e **(2)**.

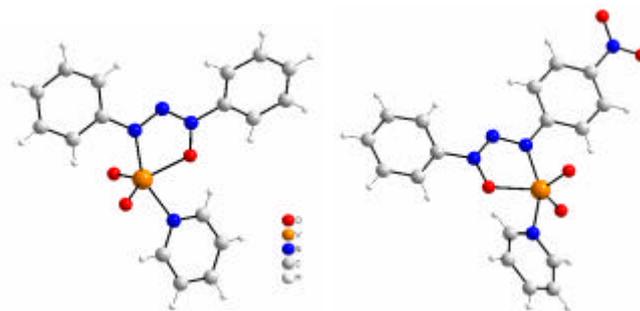


Figura 2. Projeção das estruturas cristalinas moleculares dos Complexos **(1)** e **(2)**, respectivamente.

Conclusões

A análise estrutural dos triazenido-complexos **(1)** e **(2)** revela a oxidação espontânea de vanádio(IV) para vanádio(V) no meio de reação. Adicionalmente, observa-se a necessidade do ligante piridina na esfera de coordenação do cátion $[\text{VO}_2]^+$ para viabilizar a cristalização das espécies analisadas. Estes são os primeiros exemplos na literatura de estruturas cristalinas e moleculares de complexos triazenido 1-óxido incluindo vanádio(V).

Agradecimentos

CNPq, CAPES.

¹Dos Santos, A. J. R. W.; Dissertação de Mestrado, UFSM, 2005.

² Dutta, R. L.; Lahiry, S.; *Jour. Indian Chem. Soc.*, 40, 1, 1963.

³Farrugia, L. J.; *J. Appl. Cryst.*, 1999, 32, 837-838.

⁴Sheldrick, G. M.; *SHELXL97; Program for Crystal Structure Refinement*, 1997, University of Göttingen, Germany.