

Análise Estrutural e Termogravimétrica (TGA) de Complexos de Triazeno 1-óxido e Lantanídeos.

Aline Machado (PG)^{1*}, Gelson N. Manzoni de Oliveira (PQ)¹, Davi F. Back (PQ)¹, Manfredo Hörner (PQ)¹.

¹ Laboratório de Materiais Inorgânicos, Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria.

* química.aline@gmail.com

Palavras Chave: triazenos 1-óxido, lantanídeos, coordenação, TGA, complexos supramoleculares.

Introdução

As estruturas cristalinas de dois complexos supramoleculares de triazenos 1-óxido e lantanídeos são descritos pela primeira vez por nosso grupo de pesquisa. Suas propriedades, como luminescência e semi-condutividade, ainda estão sendo estudadas. Ligantes triazenos 1-óxido possuem vários modos de coordenação, mas a presença de um átomo de oxigênio ligado a um átomo de nitrogênio da cadeia diazoamínica confere ao mesmo a possibilidade de completar a formação de complexos estáveis de cinco membros na forma de “anéis quelatos inorgânicos”, quando coordenados a centros metálicos.^{1,2}

Neste trabalho confirmamos com o auxílio da análise termogravimétrica (TGA) a resolução de estruturas cristalinas de dois complexos com lantânio (La³⁺) e disprósio (Dy³⁺). As análises conferem com a difração de raios-X e auxiliam no entendimento da estabilidade dos complexos.

Resultados e Discussão

Neste trabalho relatamos a síntese e as principais características estruturais de dois quelatos [M^{III}{O₂NPhNNN(O)Ph}₄](Et₃NH).H₂O onde (M = La³⁺ (Figura 1), Dy³⁺ e Et = C₂H₅) obtidos pela desprotonação de 4 equivalentes do ligante 3-(4-nitrofenil)-1-N-óxido feniltiazeno com trietilamina e posterior reação com 1 equivalente de La(NO₃)₃.6H₂O e DyCl₃.6H₂O.

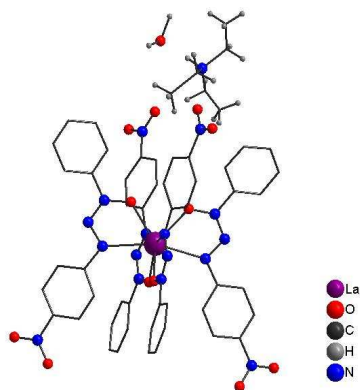


Figura 1. Projeção da estrutura cristalina do complexo [La{O₂NPhNNN(O)Ph}₄(Et₃NH).H₂O.

Os complexos **1** e **2** são isoestruturais, cada centro metálico possui número de coordenação 8 e geometria antiprismática quadrada. Ambos compostos seguem os variados modos de coordenação dos ligantes triazenos, possibilitando a formação de agregados supramoleculares, como as interações intermoleculares que ocorrem no plano *bc*, do tipo O...H, entre moléculas do solvato (água) e átomos de oxigênio dos grupamentos N-Ph-NO₂ das moléculas de ligante.³

Os complexos cristalizam no sistema monoclinico, grupo espacial P2₁/c, e suas constantes estão descritas na tabela abaixo:

Complexo	1	2
<i>a</i> (Å)	9.1817(2)	9.1592(4)
<i>b</i> (Å)	20.3644(5)	20.4038(8)
<i>c</i> (Å)	31.1125(7)	31.1639(13)
β (°)	91.30(10)	91.24(2)

Analisando o espectro de TGA dos complexos **1** e **2**, respectivamente temos a primeira perda de massa de 1,43% (69,2°C) e 1,39% (50,4°C), que conferem com os valores teóricos da perda de uma molécula de água nos dois casos (1,40% para **1** e 1,37% para **2**). Essas perdas referem-se à perda de uma molécula de água de solvato (H₂O). Os dados da análise termogravimétrica confirmam os resultados da difração de raios-X da estrutura molecular.

Conclusões

Apresentamos a síntese e caracterização estrutural de complexos supramoleculares de triazenos 1-óxido coordenados a lantanídeos. Evidenciamos também que os resultados de análise estrutural são confirmados pela análise termogravimétrica. Pesquisas envolvendo as propriedades dos compostos estão sendo desenvolvidas.

Agradecimentos

Os autores do trabalho agradecem ao PRONEX-CNPq/FAPERGS pelo apoio financeiro. Aline Machado agradece ao CNPq pela bolsa de Doutorado.

¹ Hörner, M.; Iglesias, B. A.; Martins, P. R.; Villis, P. C. M.; Visentin, L.; *Z. Anorg. Allg. Chem.* **2008**, 634, 1058.

² Hörner, M.; Iglesias, B. A.; Martins, P. R.; Villis, P. C. M.; *Analytical Sciences: X-ray Structure Analysis Online* **2008**, 24, x-1233.

³ Pattanayak, P., Chakraborty, P., Chandra, S. K., Chakravorty, A.; *Polyhedron* **1998**, 15, 1121.