

# Nova Rota de Síntese e Caracterização por ESI-MS/MS de Complexos Trinucleares de Crômio

Bruno V. M. Teodoro (IC)\*, André L. B. Formiga (PQ)

Laboratório de Química de Coordenação, Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, CP 6154 CEP 13083-970, <http://www.iqm.unicamp.br/~formiga>; \*e-mail: [bruno.vmt@gmail.com](mailto:bruno.vmt@gmail.com)

Palavras Chave: Trinucleares, Complexos de Crômio, Compostos de Coordenação, ESI-MS/MS

## Introdução

Complexos trinucleares de metais de transição têm sido estudados como sistemas estáveis com capacidade de responder a sinais químicos e estas espécies podem ser usadas em conversão de energia, armazenamento e transmissão de informação, na área de eletrônica e nanotecnologia.

Neste trabalho será abordado uma nova rota de síntese de trinucleares de crômio com ponte oxo planar e pontes carboxilatos de fórmula geral  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_6\text{L}_3]^+$ . A técnica de caracterização explorada neste trabalho é Espectrometria de Massas com ionização por *Electrospray*. Com esta técnica podemos identificar o íon molecular correspondente ao cluster trinuclear, assim como seu padrão de fragmentação e sua distribuição isotópica.

Estes complexos são de grande importância na química supramolecular porque estas espécies moleculares servem como unidades para formação de supermoléculas.

## Resultados e Discussão

A nossa proposta para este trabalho é de realizar a síntese a partir do  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ <sup>1</sup> em substituição ao  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , diminuindo o tempo de reação em mais de 3 vezes, com aumento significativo de rendimento.

A formação do complexo  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_6(\text{H}_2\text{O})_3]\text{CH}_3\text{CO}_2$  (**1**) ocorre a partir do refluxo e agitação de uma mistura de  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  com água:ácido acético 1:1. Logo após, por aquecimento, o solvente é retirado restando o complexo (**1**) na forma sólida. Na etapa seguinte, uma quantidade do complexo (**1**) é adicionado lentamente em uma solução contendo um excesso de ligante dissolvida em metanol e a solução é mantida sob refluxo e agitação por 30 minutos. Após esta etapa foi adicionado  $\text{H}_2\text{O}$  e um excesso de  $\text{NH}_4\text{PF}_6$ , assim ocorre a precipitação do complexo  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_6\text{L}_3]\text{PF}_6$ . O complexo (**1**) e os complexos substiuidos foram caracterizados por ESI-MS/MS.

A caracterização por ESI-(+)-MS/MS do complexo (**1**) foi realizada em solução água:acetonitrila 1:1. No espectro há presença de complexos com ligantes aquo e acetonitrila em diferentes proporções. Isto indica que na ausência

de ligantes, moléculas do solvente se coordenam ao metal<sup>2</sup>. O padrão isotópico esperado para os complexos foi observado em todos os resultados obtidos.

Na figura abaixo, o termo *core* se refere ao fragmento  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_6]^+$ .

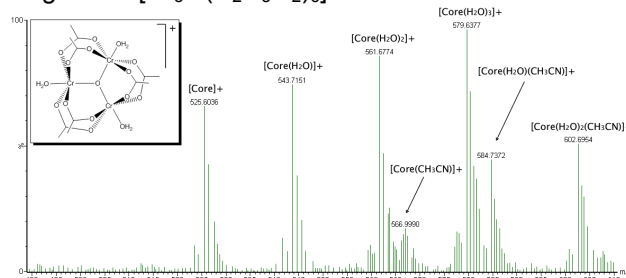


Figura 1. ESI-(+)-MS em solução de água:acetonitrila (1:1) para o complexo (**1**)

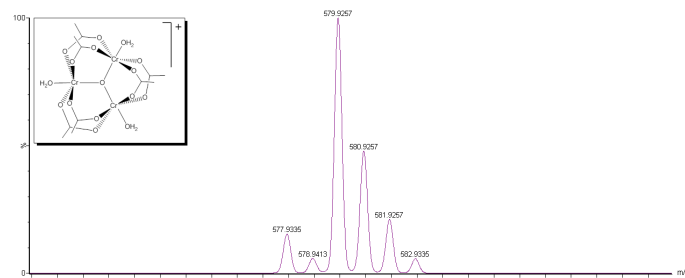


Figura 2. ESI-(+)-MS teórico do complexo (**1**)

## Conclusões

No espectro de ESI-(+)-MS/MS foi possível detectar a presença do íon molecular, o seu padrão de fragmentação bem como a presença da distribuição isotópica dos complexos trinucleares prevista pela teoria. Estes resultados são evidências que mostram o sucesso deste novo método de síntese.

## Agradecimentos

CNPq (proc. 479415/2009-9), FAPESP, CAPES

<sup>1</sup> Vrabel, H.; Hasegawa, T.; Oliveira, E. e Nunes, F. S., *Inorg. Chem. Comm.* **2006**, 9, 208.

<sup>2</sup> Bergen, A. V. D.; Colton, R.; Percy, M. e West, B. O., *Inorg. Chem.* **1993**, 32, 3408.