

Síntese e Caracterização Cristalográfica do *trans*-(diaqua)-bis-(2-hidroxi-1,4-naftoquinonato)níquel(II)

Lucas J. de Carvalho^(IC), Jackson A. L. C. Resende^(PQ), Mauricio Lanznaster^(PQ), Marcos Moitrel P. da Silva^(PG). junqueira2000@yahoo.com

Instituto de Química - Outeiro São João Batista s/nº - Campus do Valonguinho – Niterói – RJ

Palavras Chave: *Síntese inorgânica, estrutura cristalina, difração de raios X.*

Introdução

Polimorfismo é um fenômeno que pode acontecer em um determinado material sólido, que podem apresentar duas ou mais formas cristalinas. Os diferentes arranjos cristalinos podem implicar diferentes propriedades no composto, como mudar a sua solubilidade, por exemplo, dependendo de sua conformação, e essas mudanças de estruturas podem afetar também as interações intermoleculares e as ligações de hidrogênio dos compostos. Esses arranjos cristalinos podem ser influenciados pela presença de outras moléculas em sua estrutura, como solventes, sais, etc.¹

No presente trabalho é apresentada a síntese e caracterização estrutural do *trans*-(diaqua)-bis-(2-hidroxi-1,4-naftoquinonato)níquel(II), [Ni(lau)₂(H₂O)₂]. A caracterização do pó obtido da síntese foi feita por difração de raios X **(1)** de policristais, e a caracterização dos cristais obtidos por meio de recristalização **(2)** foi feita utilizando o equipamento Kappa CCD, com radiação MoK α (λ = 0.71073Å) a temperatura ambiente.

Resultados e Discussão

A síntese foi realizada utilizando 1,0 mmol NiCl₂.6H₂O, 2 mmol de 2-hidróxi-1,4-naftoquinona (lausona) e 2 mmol de trietilamina, como agente desprotonante da lausona. O solvente utilizado foi o metanol P.A., e o meio reacional esteve sob constante agitação durante três horas. O composto foi filtrado e deixado sob vácuo por 6 horas.

Buscaram-se cristais adequados para análise por Difração de raios X de monocristais através de técnicas de recristalização. O ensaio que foi alcançado êxito foi o de uma recristalização em metanol e acetato de etila.

Microscopicamente, este material recristalizado possui a forma de placas **(2)**, enquanto o sistema análogo dos complexos de zinco **(1)**, com estruturas já resolvidas, são de formas agulhadas⁴. A estrutura foi elucidada por métodos diretos (SHELXS-97) e refinada anisotropicamente pelo método dos mínimos quadrados, utilizando matriz completa (SHELXL-97). Dados Cristalográficos: [Ni(C₅O₃H₅)₂(OH)₂]**(2)**, Monoclínico, P2₁/c, Z = 2, a = 8,675(2) Å, b = 14,748(3) Å, c = 7,384(2) Å, β = 112,66(1)°; S = 1,068, R₁ = 2,49% para 4754 reflexões com I > 2 σ (I) e 377 parâmetros.

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Os complexos **(2)** e análogos à **(1)** cristalizam no mesmo grupo espacial, com o átomo metálico localizado sobre o centro de inversão. Diferentes parâmetros de rede evidenciam o polimorfismo nos compostos. Observa-se uma diferença angular nos ângulos diedros na esfera de coordenação. Nota-se também distintas ligações de hidrogênio - [O1(w)-O(2)⁽ⁱ⁾-2,703(3) Å e O1w-O(3)⁽ⁱⁱⁱ⁾ 2,750(3) Å] para o análogo de zinco **(1)** e [O1(w)-O(2)⁽ⁱⁱⁱ⁾-2,763(7) e O1(w)-O(2)^(iv)-2,774(7)] para **(2)**. As ligações de hidrogênio no composto **(2)** realizam uma interação que causa orientação do empacotamento cristalino na direção dos eixos cristalográficos **b** e **c**, acarretando um cristal com formato de placa, enquanto, pelo observado nas ligações de hidrogênio do composto análogo de zinco, só existe orientação em um eixo, fazendo com que o cristal tenha forma de agulha. (i)-x,-y+1,-z+1; (ii)x, -y+ 1/2, z+ 1/2; (iii)-x+1,y-1/2,-z+1/2; (iv) x,-y+1/2,z+1/2

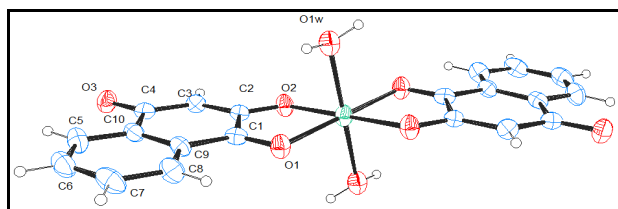


Figura 1: Representação ORTEP (elipsóides com 30% probabilidade) do complexo **(2)**

Conclusões

A obtenção de uma estrutura inédita para lausonatos de metais de transição foi realizada com sucesso. Esta forma cristalina apresenta conformação espacial distinta e ligações de hidrogênio diferente dos compostos já descritos. Conclui-se também que a influência do solvente e do processo de recristalização foi de grande impacto para que ocorresse o polimorfismo observado.

Agradecimentos

A FAPERJ, a UFF, ao LdrX-UFF.

1- Masciocchi, N.; Ardizzoia, G.A.; Monica, G; Moret, M; Sironi A. *Inorg. Chem.* **1997**, vol. 36, p. 449-454.

2- [2] M.M.P. da Silva, F.L.S. Bustamante., J.A.L.C. Resende, M. Lanznaster, Polymorphism in Lawsone Complexes, Pôster, XV BMIC, 2010