

Síntese e estrutura cristalográfica do 1,3-bis(2-azidofenil)triazeno.

Gustavo Luiz Paraginski* (PG), Claiton Roberto Berticelli (PG), Vanessa Teixeira Kunz Paraginski(IC), Dieisson Morgan(IC), Manfredo Hörner (PQ), gustavoparaginski@gmail.com

¹Núcleo de Investigação de Triazenos e Complexos / NITriCo / Departamento de Química / UFSM / Santa Maria / RS / CEP 97110-970.

Palavras Chave: Difração de raios-X, triazeno, 1,3-bis(2-azidofenil)triazeno.

Introdução

Triazenos são agentes antitumorais com comprovada eficácia na medicina¹. Por outro lado, azidas são muito utilizadas em síntese orgânica, incluindo a síntese de triazenos, e também de triazóis através da recente "click chemistry"². A ligação de hidrogênio é a mais importante de todas as interações intermoleculares direcionadas possuindo importância em diversas áreas desde a inorgânica até a biologia³.

Neste trabalho é apresentada a síntese e a caracterização estrutural composto inédito 1,3-bis(2-azidofenil)triazeno (1).

Resultados e Discussão

O composto foi obtido pela diazotização da 2-azidoanilina (10,0 mmol) em HCl 6N a 0 °C com NaNO₂ (5,0 mmol) e posterior neutralização. O precipitado amarelo foi purificado por coluna cromatográfica. Cristais adequados para a análise de difração de raios-X em monocristal foram obtidos de uma fração de hexano-acetato de etila (9:1), p.f. 110 °C. Rendimento: 86% (1,20 g, 4,3 mmol). IV (KBr): $\nu_{\max}/\text{cm}^{-1}$ = 3439s, 3304s, 2183s, 2126s, 1599s, 1518s, 1475s, 1439m, 1419m, 1342m, 1292s, 1419m, 1269s, 1234s, 1152m, 1095w, 1113m, 1028m, 747s, 696m, 588m. RMN-¹H (DMSO^d, 400 MHz): δ = 11.78 (s, 1H, NH); 7.58 (s, 2H, ArH); 7,28-7.22 (m, 6H, ArH) ppm. RMN-¹³C (DMSO^d, 100 MHz): δ = 128.13; 125.74; 124.42; 120.75; 119.83; 118.64 ppm.

O triazeno cristaliza no sistema cristalino triclinico grupo espacial *P*-1, *a* = 6,9320(1) Å, *b* = 7,4140(1) Å, *c* = 13,2350(2) Å, α = 100,308(1)°, β = 96,152(1)°, γ = 107,947(1)°, *V* = 627,265(16) Å³, *Z* = 2, *R*₁ = 0,0433, *wR*₂ = 0,1321. Destacam-se os seguintes comprimentos (Å) e ângulos de ligação (°): N(11)-N(12) = 1,2652(16), N(12)-N(13) = 1,3269(16), N(13)-H(1) = 0,77(2); N(11)-N(12)-N(13) = 113,81(11), N(12)-N(11)-C(11) = 113,81(11), N(12)-N(13)-C(21) = 120,17(12). As moléculas do triazeno formam uma cadeia unidimensional ao longo da direção cristalográfica [100], ou seja, ao longo do eixo cristalográfico *a* através de ligações de hidrogênio clássicas inter e intramoleculares N-H...N [N13-H1...N23' = 2,498(4) Å e N13-H1...N23' = 151,15°; código de simetria; (') 1+x,y,z; e N13-H1...N31 =

2,410 Å e N13-H1...N31 = 103,87°; código de simetria; (') x,y,1+z] (Figura 2).

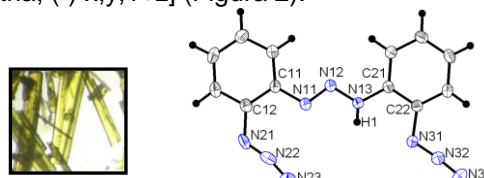


Figura 1: Projeção⁴ da estrutura molecular de 1. Elipsóides térmicos em nível de probabilidade de 50%.

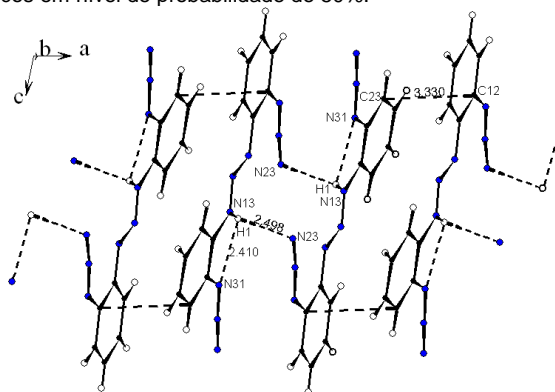


Figura 2: Projeção⁴ do arranjo supramolecular 1-D do triazeno na direção do eixo *b* inclinado, destacando as ligações de hidrogênio clássicas do tipo N-H...N.

Conclusões

As moléculas do triazeno associam-se através de ligações de hidrogênio clássicas entre N-H...N, formando um arranjo supramolecular unidimensional na direção cristalográfica [100]. Essas ligações de hidrogênio representam um importante modo de interação intermolecular.

Agradecimentos



¹Wanner, M. J.; Koomen, G.-J. *J. Chem. Soc., Perkin Trans.*, **2002**, 1, 1877.

²Rostovtsev, V. V.; Green, L. G.; Fokin, V. V.; Sharpless, K. B. *Angew. Chem., Int. Ed.* **2002**, 41, 2596.

³Steiner, T. *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2002**, 41, 48.

⁴DIAMOND, Version 3.1, CRYSTAL IMPACT, Postfach 1251, 53002 Bonn, Germany.