

Síntese Hidrotérmica de Complexos Metálicos com Ácido Barbitúrico e Ligantes Nitrogenados

Filipe Barra de Almeida, Ronaldo Toledo, Humberto C. Garcia e Renata Diniz

¹ Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, MG - Brasil.

Rua José Lourenço Kelmer, s/n - Campus Universitário, Bairro São Pedro

Introdução e objetivo.

O estudo cristalográfico é de suma importância na área de química supramolecular, pois permite não só o estudo de ligações químicas, mas também de interações intermoleculares^[1]. Neste trabalho pretende-se estudar como o íon barbiturato (HB) atua na formação de estruturas cristalinas na presença de ligantes nitrogenados. O principal objetivo desse estudo é investigar por difração de raios x de monocristal o empacotamento cristalino, e as forças intermoleculares que o estabilizam, de complexos metálicos envolvendo o ligante nitrogenado 1,3-bis(4-piridil)-etano (BPE), o HB e os cátions metálicos da primeira série de transição.

Métodos e resultados

Para obtenção destes cristais foram feitas reações de difusão simples com o ligante nitrogenado 1,3-bis(4-piridil) etano e o íon barbiturato, envolvendo metais divalentes (Co^{+2} , Zn^{+2} , Mn^{+2} , Fe^{+2} , Cu^{+} e Ni^{+2}). Para o complexo de Co^{2+} foi também realizada uma síntese via síntese hidrotérmica. Foram obtidos cristais de Co^{+2} , Mn^{+2} e Zn^{+2} por difusão simples e de Co^{2+} pela síntese hidrotérmica. Pelo método hidrotérmico foi possível a obtenção de cristais adequados para a análise por difração de raios X. As medidas de difração foram realizadas no equipamento Difrátometro Oxford GEMINI A- Ultra, radiação $\text{MoK}\alpha$ a temperatura ambiente. O refinamento da estrutura foi feito utilizando-se os programas XPREP, XS e XL^[2].

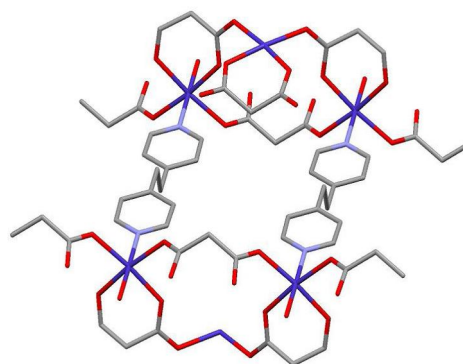


Figura 1: Estrutura cristalina do polímero de coordenação HBBPECO.

O composto cristalizou-se no sistema ortorrômbico e no grupo espacial Pnmm cuja célula unitária é, $a = 20,778(4) \text{ \AA}$, $b = 6,8841(14) \text{ \AA}$ e $c = 7,5037(15) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90,00^\circ$ e volume igual a $1073,3(4) \text{ \AA}^3$. Pela análise de difração pode-se notar primeiramente que durante a reação hidrotérmica, o ácido barbitúrico sofreu decomposição formando o ácido malônico e uréia, sendo o que o íon malonato coordenou-se ao sítio metálico. O íon Co^{2+} encontra-se coordenado em uma geometria octaédrica distorcida, envolvendo 3 íons malonato, 1 molécula de água e um ligante BPE. As ligações de coordenação formam uma folha 2D contendo o sítio metálico e o ligante malonato cuja topologia é 4^4 ^[3]. O ligante BPE forma um arranjo do tipo escada entre duas cadeias unidimensionais de topologia 4^2 . O ângulo entre essas cadeias 1D é igual a $88,6^\circ$.

[1] H. C. Garcia, et al. CrystEngComm, 11 (2009) 881

[2] G.M. Sheldrick, SHELXTL/PC, Structure Determination Software Programs, Siemens Analytical X-ray Instruments Inc, Madison, Wisconsin, USA, 1990.

[3] Q. Fang, et al. Cryst. Growth Des., 8 (2008) 319

Agradecimentos: Fundação de Amparo FAP; UFJF, FAPEMIG, O Instituto de Física da UFMG pelas medidas de difração