

## Caracterização Cristalográfica do Complexo Ni(II)/Di-2-piridil Cetona saliciloilhidrazona.

Lucas R. de Moraes (PG)<sup>a</sup>, Antônio C. Doriguetto (PQ)<sup>a</sup>, Javier Ellena (PQ)<sup>b</sup>, Rodrigo de Sousa Corrêa(PG)<sup>b</sup>, Lúcia Helena S. Ávila Terra (PQ)<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Laboratório de Cristalografia e LabIQ-Unifal-MG, Universidade Federal de Alfenas, Alfenas, MG;

<sup>b</sup>Instituto de Física de São Carlos - USP, São Carlos, SP.

Hidrazonas são azometinas caracterizadas pelo grupo  $-C=N-N$ . Elas atuam como ligantes multidentados com metais (geralmente do grupo de transição), formando quelatos coloridos. Estes quelatos têm sido usados em métodos seletivos e sensíveis para determinação de metais<sup>[1]</sup>. A di-2-piridil cetona saliciloilhidrazona (DPKSH) é um reagente do grupo das hidrazonas. Este ligante foi primeiramente sintetizado por Gracia-Vargas<sup>[2]</sup>, e é usado na química analítica como um reagente cromóforo para determinação de íons metálicos e o ligante coordena como um ânion  $(C_{18}H_{13}N_4O_2)^{-1}$ <sup>[3]</sup>

O objetivo do presente trabalho é a caracterização estrutural, por meio de difração de raios X (DRX), do complexo inédito de DPKSH com Ni(II).

Um cristal de forma bem definida foi escolhido para as medidas de difração de raios X (DRX) as quais foram realizadas num difratômetro Kappa-CCD da Enraf-Nonius, Mo  $K_{\alpha}$ . A estrutura foi determinada usando o programa SHELXS-97.

O modelo obtido foi refinado (mínimos quadrados de matriz completa) em  $F^2$  usando o programa SHELXL-97. O programa WINGX foi usado na análise dos dados e o ORTEP-3 para gerar as figuras representando a estrutura. Os parâmetros cristalográficos obtidos são: Fórmula Empírica =  $NiC_{18}H_{14}N_4O_2$ ; MM = 377,04; Grupo Espacial = P-1; Parâmetros de Rede = a = 10,1672(4)Å, b = 12,8727(4)Å, c = 13,9546(5)Å,  $\alpha = 103,091(2)^\circ$ ,  $\beta = 110,657(2)^\circ$ ,  $\gamma = 97,429(2)^\circ$ ; V = 1620,09(21)Å<sup>3</sup>; Z = 4; Densidade = 1,546 Mg/cm<sup>3</sup>; Reflexões Coletadas = 28183; Reflexões Independentes = 5678 [R(int) = 0,0704]; Número de Parâmetros = 451; R1[I>2 $\sigma$ (I)] = 0,0655; wR2[I>2 $\sigma$ (I)] = 0,1911; R1[total] = 0,0795; wR2[total] = 0,0795; S = 1,152.

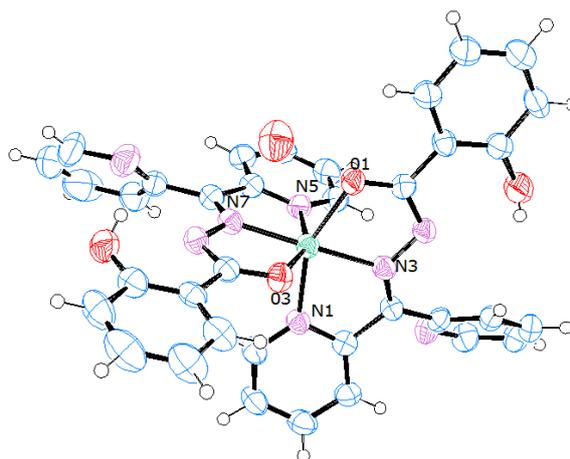


Figura 1: Representação Ortep-3 do Ni(DPKSH)<sub>2</sub>.

Os resultados da DRX para o complexo de Ni(DPKSH)<sub>2</sub> mostram que o ligante coordena o metal com dois nitrogênios e com um oxigênio (Figura 1), indicando que o mesmo é tridentado. O metal é coordenado por duas moléculas de DPKSH arranjados de maneira meridional. A geometria em torno do metal é octaédrica distorcida. O empacotamento cristalino é estabilizado por ligações de hidrogênio não-clássicas envolvendo o par de elétrons não ligado da carbonila e hidrogênios aromáticos. Os resultados obtidos são comparados com os complexos obtidos anteriormente utilizando o ligante di-2-piridil cetona benzoilhidrazona (DKPBH) com o Fe(II), Ni(II), Zn(II) e Cu(II).

### Referências

- [1] Katyal, M.; Dutt, Y. Talanta, 22, 151-166, (1975).
- [2] Garcia-Vargas, M. et al. Appl. Spectroscopy, 40, 1058, (1986).
- [3] Freitas, P.A.M., J. of Colloid and Interface Science, 323, 1-5, (2008).

Agradecimentos: CNPq; CAPES-PNPD e FAPEMIG