



UFSM

**Centro de Ciências Naturais e Exatas
Programa de Pós-Graduação em Química**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE TRIAZENOS E COMPLEXOS
COM Hg(II) INCLUINDO ARRANJOS SUPRAMOLECULARES**

Tese de Doutorado

Vinícius Feltrin Giglio

**Santa Maria, RS, Brasil
2011**

© 2011

Todos os direitos autorais reservados a Vinícius Feltrin Giglio. A reprodução de partes ou do todo deste trabalho só poderá ser com autorização por escrito do autor.

Endereço: Av. Borges de Medeiros, n. 382, Bairro Caturrita, Santa Maria, RS, 97040-000

Fone (0xx) 55 99161326; End. Eletr: viniquimica@gmail.com

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE TRIAZENOS E COMPLEXOS
COM Hg(II) INCLUINDO ARRANJOS SUPRAMOLECULARES**

por

Vinícius Feltrin Giglio

Tese apresentada ao Curso de Doutorado do Programa de Pós-Graduação em
Química, Área de Concentração em Química Inorgânica, da Universidade
Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do
grau de

DOUTOR EM QUÍMICA.

Orientador: Prof. Dr. Manfredo Hörner

**Santa Maria, RS, Brasil
2011**

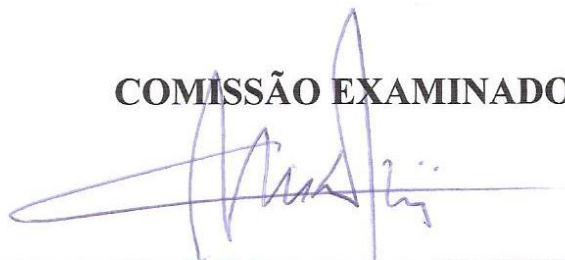
**Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Ciências Naturais e Exatas
Programa de Pós-Graduação em Química**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,
aprova a tese de Doutorado

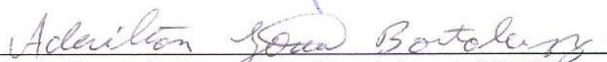
elaborada por
Vinícius Feltrin Giglio

Como requisito parcial para obtenção do grau de
Doutor em Química

COMISSÃO EXAMINADORA:



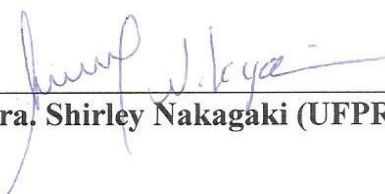
Prof. Dr. Manfredo Hörner (UFSM)
(Presidente/Orientador)



Prof. Dr. Adailton João Bortoluzzi (UFSC)



Prof. Dr. Marcos Antônio Villetti (UFSM)



Profa. Dra. Shirley Nakagaki (UFPR)



Profa. Dra. Aline Joana Rolina Wohlmuth Alves dos Santos (UFPel)

Santa Maria, 14 de Outubro de 2011

Dedico e Agradeço,

aos meus pais Clóvis e Dinelci
pela vida doada em prol da educação
dos filhos, esta tese é de vocês também!

A Mariana Behm, minha namorada,
que protagonizou comigo todos os momentos.
Obrigado por tudo,
Te amo!

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador prof. Manfredo Hörner por ter permitido mais esta conquista e ser um exemplo profissional e pessoal para minha vida.

Aos professores Marcos Villetti, Aline Joana Rolina Wohlmuth Alves dos Santos, Adailton Bortoluzzi e Shirley Nakagaki pela competência e valorosa ajuda!

Aos meus estimados amigos e colegas de trabalho do NITriCo, em especial aos que junto comigo tornaram realidade este trabalho: Felipe Boz (te agradeço muito sua ajuda), Tanize Bortolotto; Roberta Barros e Vinícius Malgarin.

A profa. Fátima Squizani pela amizade e companheirismo, sem deixar de agradecer os ótimos momentos na hora de tomar um café!

Ao prof. Herton Fenner, pelas palavras certas faladas sempre na hora certa.

A Maria de Fátima e Rosângela pela amizade e carinho. Não existirá outro lugar melhor para se tomar um cafezinho com boa companhia!

A Lenis que tornou nossos laboratórios um local limpo e de histórias hilárias! Você também faz parte desta conquista.

Aos amigos e colegas dos laboratórios vizinhos, em especial ao “pessoal do Bob”!

A Francieli Isa Ziembowicz, que correu todos os termogramas!

Ao Ademir da secretaria da coordenação da pós-graduação pelo trabalho, dedicação e competência e também pelas ótimas conversas.

A CAPES pela bolsa concedida.

“...Ao transferir bens materiais, o doador perde a sua posse. Há, porém, alguns atributos intrínsecos que não podem ser transferidos de um indivíduo para o outro, como a beleza e a coragem. O conhecimento, por outro lado, é algo tão importante que os deuses decidiram que o doador pode retê-lo mesmo que o tenham transmitido...”

Atribuído a Pitágoras de Samos, cerca de 2500 anos atrás.

RESUMO

Tese de Doutorado em Química Inorgânica
Programa de Pós-Graduação em Química
Universidade Federal de Santa Maria

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE TRIAZENOS E COMPLEXOS COM Hg(II) INCLUINDO ARRANJOS SUPRAMOLECULARES

Autor: Vinícius Feltrin Giglio
Orientador: Prof. Dr. Manfredo Hörner

Este trabalho apresenta a síntese de novos compostos triazenos e seus complexos de mercúrio(II). Compostos triazenos possuem três átomos de nitrogênio ligados em sequência [-N=N-N(H)-] e, quando desprotonados, tornam-se bases de Lewis e atuam como ótimos ligantes na química de coordenação. Variou-se os grupos substituintes nos anéis fenila terminais ligados à cadeia de triazeno, utilizando-se grupos substituintes como: oxima, fluoro, acetil, metóxi e nitro. As caracterizações foram realizadas com diferentes técnicas: difração de raios-x em monocristal, análise termogravimétrica (TGA), espectroscopia na região do ultravioleta e visível, infravermelho e ressonância magnética nuclear de hidrogênio. O objetivo principal deste trabalho foi a caracterização estrutural de três pré-ligantes e dez complexos de mercúrio(II) pela difração de raios-x, com ênfase na supramolecularidade destes compostos. As inserções dos grupos substituintes nos anéis fenila favoreceram a formação de estruturas supramoleculares através de ligações intermoleculares de diferentes tipo, tais como ligações de hidrogênio clássicas e não-clássicas, interações de empilhamento π , interações C-H areno π e interações metal areno π .

Os pré-ligantes sintetizados foram: 1,3-*bis*(3-fenil-acetofenona oxima)triazeno; 1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-fluorofenil)triazeno; 1,3-*bis*(4-fenil-acetofenona oxima)triazeno; 1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno; 1-(4-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno; 1,3-*bis*(4-acetilfenil)triazeno; 1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(4-nitrofenil)triazeno; 1-(4-acetilfenil)-3-(4-nitrofenil)triazeno. Sintetizou-se dez complexos de mercúrio(II), variando-se os pré-ligantes e a estequiometria das reações. Os complexos sintetizados foram: *bis*[1,3-*bis*(4-fenilacetofenona oxima)triazenido]mercúrio(II); *bis*[1,3-*bis*(3-fenilacetofenona oxima)triazenido]mercúrio(II); *bis*[3-(4-fenilacetofenona oxima)-1-(4-nitrofenil)-triazenido]mercúrio(II); {[1,3-*bis*(4-fenilacetofenona oxima)triazenido](acetato)mercúrio(II)}; {[1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}; {[1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(2-fluorofenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}; {[1-(3-fenilacetofenona oxima)-1-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}; *bis*{[1,3-*bis*(4-acetilfenil)triazenido](trifenilfosfina)mercúrio(II)}; *bis*{[1-(4-acetilfenil)-3-(4-nitrofenil)triazenido](trifenilfosfina)mercúrio(II)}; *bis*{[1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazenido](piridina)mercúrio(II)}.

Palavras chaves: Triazenos. Complexos triazenidos. Difração de raios-x. Arranjos supramoleculares.

ABSTRACT

PhD Thesis on Inorganic chemistry
Post-Graduate Chemistry Program
Federal University of Santa Maria, RS, Brazil

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TRIAZENES AND COMPLEXES WITH Hg(II) CONTAINING SUPRAMOLECULAR ARRANGEMENTS

Author: Vinícius Feltrin Giglio
Academic supervisor: Prof. Dr. Manfredo Hörner

This work presents the synthesis of new compounds and their triazenes complexes of mercury(II). Triazenes have three nitrogen atoms connected in sequence $[-N=N-N(H)-]$ and, when deprotonated, they become good Lewis bases and work as excellent ligands in coordination chemistry. Varying the substituent groups bound to the terminal phenyl rings triazenes chain, using substituent groups such as: oxime, fluoro, acetyl, methoxy and nitro. The characterizations were performed with different techniques: x-ray diffraction on single crystal, thermogravimetric analysis (TGA), spectroscopy in the ultraviolet-visible, infrared and hydrogen nuclear magnetic resonance. The main goal this work is the structural characterization by x-ray diffraction of three pre-ligand and ten mercury(II) complexes, with emphasis on supramolecular architectures on solid state. The insertions of the substituent groups favored the formation of supramolecular structures *via* intermolecular bonds of different type, such as classic and non-classic hydrogen bonds, π stacking interactions, interactions arene C-H $\cdots\pi$ interactions and metal-arene π . The pro-ligands were synthesized are: 1,3-*bis*(3-phenyl-acetophenone oxime)triazene; 1-(3-phenyl-acetophenone oxime)-3-(2-fluorophenyl)triazene; 1,3-*bis*(4-phenyl-acetophenone oxime)triazene; 1-(3-phenyl-acetophenone oxime)-3-(2-methoxy-4-nitrophenyl)triazene; 1-(4-phenyl-acetophenone oxime)-3-(2-methoxy-4-nitrophenyl)triazene; 1,3-*bis*(4-acetylphenyl)triazene; 1-(3-phenyl-acetophenone oxime)-3-(4-nitrophenyl)triazene; 1-(4-acetylphenyl)-3-(4-nitrophenyl)triazene. Were synthesized ten new complexes of mercury(II) by varying the ligands and the stoichiometry of the reactions. The complexes were synthesized are: *bis*[1,3-*bis*(4-phenylacetophenone oxime)triazenide]mercúrio(II); *bis*[1,3-*bis*(3-phenylacetophenone oxime)triazenide]mercúrio(II); *bis*[3-(4-phenylacetophenone oxime)-1-(4-nitrophenyl)-triazenide]mercúrio(II); {[1,3-*bis*(4-phenylacetophenone oxime)triazenide](acetate)mercúrio(II)}; {[1-(3-phenylacetophenone oxime)-3-(2-metoxi-4-nitrophenyl)triazenide](acetate)mercúrio(II)}; {[1-(3-phenylacetophenone oxime)-3-(2-fluorophenyl)triazenide](acetate)mercúrio(II)}; {[1-(3-phenylacetophenone oxime)-1-(2-metoxi-4-nitrophenyl)triazenide](acetate)mercúrio(II)}; *bis*{[1,3-*bis*(4-acetylphenyl)triazenide](triphenylfosfine)mercúrio(II)}; *bis*{[1-(4-acetylphenyl)-3-(4-nitrophenyl)triazenides](triphenylfosfine)mercúrio(II)}; *bis*{[1,3-*bis*(2-methoxy-4-nitrophenyl)triazenide](piridine)mercúrio(II)}.

Keywords: Triazene. Triazenide complexes. X-ray diffraction. Supramolecular assemblies.

LISTA DE TABELAS

TABELA 1: CARACTERÍSTICAS DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO.	29
TABELA 2: DISTÂNCIAS E ENERGIAS DE LIGAÇÃO PARA MOLÉCULAS DIATÔMICAS DE NITROGÊNIO.	36
TABELA 3: COMPRIMENTOS (Å) E ÂNGULOS (°) DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO ENCONTRADAS PARA O COMPOSTO (A).	43
TABELA 4: COMPRIMENTOS (Å) E ÂNGULOS (°) DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO ENCONTRADAS PARA O COMPOSTO (B).	44
TABELA 5: COMPRIMENTOS (Å) E ÂNGULOS (°) DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO ENCONTRADAS PARA O COMPOSTO (C).	44
TABELA 6: COMPRIMENTOS (Å) E ÂNGULOS (°) DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO ENCONTRADAS PARA O COMPOSTO (D).	45
TABELA 7: CONCENTRAÇÕES (MOL L ⁻¹) E VALORES DE ABSORVÂNCIA PARA OS COMPRIMENTOS DE ONDA MAIS INTENSOS DOS PRÉ-LIGANTES PL1–PL8.	65
TABELA 8: CARACTERIZAÇÕES DOS PRÉ-LIGANTES. UV-VIS (<i>A</i> : NM; <i>E</i> : DM ³ MOL ⁻¹ CM ⁻¹); I.R.: CM ⁻¹ ; RMN ¹ H (Δ : PPM).	68
TABELA 9: CARACTERIZAÇÕES PARA OS COMPLEXOS SINTETIZADOS.	68
TABELA 10: CONDIÇÕES DE REFLEXÃO OBSERVADAS PARA A REDE COM SIMETRIA MONOCLÍNICA, <i>P2₁/C</i>	70
TABELA 11: CONDIÇÕES DE REFLEXÃO OBSERVADAS PARA A REDE COM SIMETRIA ORTORRÔMBICA, <i>P2₁2₁2₁</i>	70
TABELA 12: CONDIÇÕES DE REFLEXÃO OBSERVADAS PARA A REDE COM SIMETRIA MONOCLÍNICA, <i>P2₁/N</i>	71
TABELA 13: DADOS DA COLETA DE INTENSIDADES E DO REFINAMENTO DA ESTRUTURA CRISTALINA/MOLECULAR DOS PRÉ-LIGANTES (PL2), (PL4) E (PL5).	72
TABELA 14: DADOS DA COLETA DE INTENSIDADES E DO REFINAMENTO DA ESTRUTURA CRISTALINA/MOLECULAR DOS COMPLEXOS DE MERCÚRIO (II).	73
TABELA 15: COMPRIMENTOS (Å) DE LIGAÇÃO SELECIONADOS PARA OS PRÉ-LIGANTES PL2, PL4 E PL5 (A E B). .	76
TABELA 16: ÂNGULOS (°) DE LIGAÇÃO SELECIONADOS PARA OS PRÉ-LIGANTES PL2, PL4 E PL5 (A E B).	76
TABELA 17: VALORES DE ÉPSILON PARA A BANDA DE ABSORÇÃO MÁXIMA DOS PRÉ-LIGANTES PL1-PL8 E 1,3-BIS(FENIL)TRIAZENO.	81
TABELA 18: COMPRIMENTOS E ÂNGULOS DE LIGAÇÃO (Å, °) PARA AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO PRESENTES NO PL2. DESVIO PADRÃO EM PARÊNTESES.	82
TABELA 19: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DO COMPOSTO PL2.	83
TABELA 20: COMPRIMENTOS E ÂNGULOS DE LIGAÇÃO (Å, °) PARA AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO PRESENTES NO PL4. DESVIO PADRÃO EM PARÊNTESES.	85
TABELA 21: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DO COMPOSTO PL4.	86
TABELA 22: PARÂMETROS GEOMÉTRICOS PARA AS INTERAÇÕES INTERMOLECULARES (Å, °) PRESENTES NO PL2. DESVIO PADRÃO EM PARÊNTESES.	88
TABELA 23: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DO COMPOSTO PL5. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	89
TABELA 24: COMPRIMENTOS (Å) E ÂNGULOS (°) DE LIGAÇÕES PARA OS COMPLEXOS C1, C2 E C3. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	91
TABELA 25: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DO COMPLEXO C1.	92
TABELA 26: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DO COMPLEXO C2 E C3.	92
TABELA 27: COMPRIMENTOS E ÂNGULOS (Å, °) PARA AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENCONTRADAS PARA O C1.	93
TABELA 28: DISTÂNCIAS E ÂNGULOS (Å, °) PARA AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENCONTRADAS PARA O C2.	94
TABELA 29: COMPRIMENTOS E ÂNGULO (Å, °) DAS INTERAÇÕES SELECIONADOS PARA O COMPLEXO C3. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	97
TABELA 30: VALORES DA LITERATURA PARA COMPARAÇÃO DAS INTERAÇÕES C—H ... π ENTRE O COMPLEXO C3 E COMPOSTOS ENCONTRADOS NA LITERATURA	98

TABELA 31: COMPRIMENTOS (\AA) DE LIGAÇÕES SELECIONADOS PARA OS COMPLEXOS C4, C5, C6 E C7. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.....	102
TABELA 32: ÂNGULOS ($^{\circ}$) DE LIGAÇÕES SELECIONADOS PARA OS COMPLEXOS C4, C5, C6 E C7. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	102
TABELA 33: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DOS COMPLEXOS C4, C5, C6 E C7.	103
TABELA 34: PARÂMETROS GEOMÉTRICOS PARA AS INTERAÇÕES INTERMOLECULARES (\AA , $^{\circ}$) PARA AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO PRESENTES NO COMPLEXO C4. DESVIO PADRÃO EM PARÊNTESES.	103
TABELA 35: COMPARAÇÃO ENTRE OS COMPRIMENTOS DE LIGAÇÕES (\AA) ENTRE OS PRÉ-LIGANTE PL4 E O COMPLEXO C5. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	105
TABELA 36: PARÂMETROS GEOMÉTRICOS PARA AS INTERAÇÕES INTERMOLECULARES (\AA , $^{\circ}$) PARA AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO PRESENTES NO C6. DESVIO PADRÃO EM PARÊNTESES.	106
TABELA 37: COMPARAÇÃO DOS COMPRIMENTOS DE LIGAÇÕES (\AA) ENTRE OS PRÉ-LIGANTE PL2 E O COMPLEXO C6. DESVIO PADRÃO EM PARÊNTESES.	107
TABELA 38: PARÂMETROS GEOMÉTRICOS PARA AS INTERAÇÕES INTERMOLECULARES (\AA , $^{\circ}$) PARA AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO PRESENTES EM C7. DESVIO PADRÃO EM PARÊNTESES.	108
TABELA 39: COMPRIMENTOS E ÂNGULOS DE LIGAÇÃO (\AA , $^{\circ}$) SELECIONADOS PARA OS COMPLEXOS C8 E C9. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.....	111
TABELA 40: VALORES DO DESVIO DA PLANARIDADE (R.M.S.) GLOBAL PARA OS LIGANTES TRIAZENIDOS NOS COMPLEXOS C8 E C9.	111
TABELA 41: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DOS COMPLEXOS C8 A C9. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.....	112
TABELA 42: COMPRIMENTOS E ÂNGULOS DE LIGAÇÃO (\AA , $^{\circ}$) SELECIONADOS PARA O COMPLEXO C10.	115
TABELA 43: ÂNGULOS INTERPLANARES ENTRE OS PRINCIPAIS FRAGMENTOS DOS COMPLEXOS C10.	115
TABELA 44: DISTÂNCIAS E ÂNGULOS DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO CLÁSSICAS NO COMPLEXO C10. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.....	116
TABELA 45: APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS DOS TERMOGRAMAS DOS PRÉ-LIGANTES E COMPLEXOS ANALISADOS.	131
TABELA 46: DIFERENÇAS DAS BANDAS DE ESTIRAMENTO SELECIONADAS PARA OS PRÉ-LIGANTES E SEUS RESPECTIVOS COMPLEXOS.	134

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS GEOMÉTRICOS D , D' , R , Θ E Φ PARA A LIGAÇÃO DE HIDROGÊNIO.	28
FIGURA 2: CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO: (A) LINEAR, (B) DOADOR BIFURCADO COM DOIS RECEPTORES, (C) RECEPTOR BIFURCADO COM DOIS DOADORES E (D) DOADOR TRIFURCADO COM TRÊS RECEPTORES.	29
FIGURA 3: (A) ESTRUTURA MOLECULAR DO $C_{18}H_{19}NO_3S$ MOSTRANDO A PROJEÇÃO DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE $C-H\cdots Cg$ [$C\cdots Cg=3,525(4)$ Å; $C-H\cdots Cg=129^\circ$] AO LONGO DO EIXO CRISTALOGRÁFICO (001). (B) ESTRUTURA MOLECULAR DE UMA PROTEÍNA DEMONSTRANDO A IMPORTÂNCIA DAS INTERAÇÕES NÃO-CLÁSSICAS DE HIDROGÊNIO ENTRE $N-H\cdots Cg$ NA ESTABILIZAÇÃO DA ESTRUTURA SECUNDÁRIA. ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DE LIGAÇÕES INTERMOLECULARES ESTÃO OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO.	30
FIGURA 4: TRÊS TIPOS DE INTERAÇÕES DE EMPILHAMENTO ARENO-ARENO OU π - π . (A) ARESTA-FACE DE SUPERFÍCIE, (B) EMPILHAMENTO π DESLOCADO E (C) EMPILHAMENTO π CENTRADO.	31
FIGURA 5: REPRESENTAÇÃO GENÉRICA DE TRIAZENOS MONOCATENADOS. OS SUBSTITUÍNTES N TERMINAIS R E R' PODEM SER SUBSTITUÍNTES ALQUILAS E/OU ARILAS E X PODE SER H, O OU SUBSTITUÍNTES ALQUILAS.	31
FIGURA 6: FÓRMULA ESTRUTURAL DO BERENIL [®]	34
FIGURA 7: FÓRMULA ESTRUTURAL DA DACARBAZINA [®]	34
FIGURA 8: FÓRMULA ESTRUTURAL DO BTIC E MTIC.	35
FIGURA 9: FÓRMULA ESTRUTURAL DA TEMOZOLOMIDA [®] (TEM).	35
FIGURA 10: FÓRMULAS ESTRUTURAIS DOS PRÉ-LIGANTES CADION A (A) E CADION 2B (B).	36
FIGURA 11: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA DO 1,3-BIS-(4-ACETILFENIL)TRIAZENO.	37
FIGURA 12: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOSTRANDO O ARRANJO SUPRAMOLECULAR FORMADO ATRAVÉS DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE $N-H\cdots O$ E LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE $C-H\cdots O$	38
FIGURA 13: CELA UNITÁRIA DO TRIAZENO 3-(4-ACETILFENIL)-1-(4-NITROFENIL)TRIAZENO NUMA PROJEÇÃO INCLINADA PARA $[110]$ E $[1\bar{1}0]$, MOSTRANDO AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE $N-H\cdots O$ E INTERAÇÕES π - π ENTRE $N\cdots O$	39
FIGURA 14: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA DO 1,3-BIS-(2-METOXICARBONILFENIL)TRIAZENO.	39
FIGURA 15: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA DO O 1,3-BIS(2-METÓXI-4-NITROFENIL)TRIAZENO. ELIPSÓIDES TÉRMICOS COM NÍVEL E PROBABILIDADE DE 50%.	39
FIGURA 16: PROJEÇÃO DO ARRANJO SUPRAMOLECULAR AO LONGO DO EIXO CRISTALOGRÁFICO $[010]$ FORMADO A PARTIR DE LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE $C-H\cdots O$ NA ESTRUTURA DO O 1,3-BIS(2-METÓXI-4-NITROFENIL)TRIAZENO.	40
FIGURA 17: (A) PROJEÇÃO DO DÍMERO FORMADO ATRAVÉS DA LIGAÇÃO DE HIDROGÊNIO CLÁSSICA ENTRE $N-H\cdots N$. (B) PROJEÇÃO DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE $C-H\cdots \pi$	40
FIGURA 18: FÓRMULA ESTRUTURAL DA DIMETILGLOXIMA.	41
FIGURA 19: ARRANJOS MAIS COMUNS NA FORMAÇÃO DE LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO EM OXIMAS.	42
FIGURA 20: ARRANJO 2-D FORMADO PELO COMPOSTO (A) DO ESQUEMA 8.	43
FIGURA 21: DÍMERO FORMADO PELO COMPOSTO (B) DO ESQUEMA 8 ATRAVÉS DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE $O-H\cdots N$	44
FIGURA 22: ARRANJO 1-D FORMADO PELO COMPOSTO (C) DO ESQUEMA 8 ATRAVÉS DE LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE $O-H\cdots N$	44
FIGURA 23: ARRANJO 1-D FORMADO PELO COMPOSTO (D) DO ESQUEMA 8 ATRAVÉS DE LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE $O-H\cdots N$	45
FIGURA 24: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA DO 4-AMINOACETOFENONA OXIMA. ELIPSÓIDES TÉRMICOS COM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%.	45
FIGURA 25: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA SUPRAMOLECULAR 3-D FORMADA PELO COMPOSTO 4-AMINOACETOFENONA OXIMA ATRAVÉS DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE $O-H\cdots N$, $N-H\cdots O$ E $N-H\cdots N$	46
FIGURA 26: PRINCIPAIS MODOS DE COORDENAÇÃO DE COMPOSTOS TRIAZENIDOS.	46

FIGURA 27: MODOS DE COORDENAÇÃO MENOS COMUNS DOS COMPOSTOS TRIAZENIDOS.	47
FIGURA 28: ESTRUTURAS GENÉRICAS DE TRIAZENIDO COMPLEXOS CONTENDO O ÍON MERCÚRIO(II).....	47
FIGURA 29: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA DO CÁTION COMPLEXO $\{[1,3\text{-bis}(4\text{-NITROFENIL)TRIAZENIDO}]_3\text{HG}^{\text{II}}\}^+$	48
FIGURA 30: EM (A) A ESTRUTURA DO COMPLEXO $[\text{HG}^{\text{II}}(\text{RPhNNNPhR}')_2\text{PY}]$ ($\text{R}=\text{NO}_2$, $\text{R}'=\text{F}$). EM (B) A SEÇÃO DO ARRANJO UNIDIMENSIONAL $\{[\text{HG}^{\text{II}}(\text{RPhNNNPhR}')_2\text{PY}]\}_2$ ($\text{R}=\text{NO}_2$, $\text{R}'=\text{F}$) AO LONGO DO EIXO A.....	48
FIGURA 31: PROJEÇÃO DO ARRANJO UNIDIMENSIONAL DE TRÊS MOLÉCULAS DO COMPLEXO $\text{bis}\{[1,3\text{-}(4\text{-BROMOFENIL)TRIAZENIDO}]\}$ MERCÚRIO(II) AO LONGO DO EIXO CRISTALOGRAFICO B. AS INTERAÇÕES INTERMOLECULARES METAL-ARENO // ESTÃO REPRESENTADAS POR LINHAS TRACEJADAS.....	49
FIGURA 32: REPRESENTAÇÃO ESTRUTURAL MOLECULAR DO COMPLEXO TRIAZENIDO [(1-FENILTRIAZENIDO)-2-(FENILTRIAZENO)BENZENO-N)-(NITRATO-O)-MERCÚRIO(II).	49
FIGURA 33: REPRESENTAÇÃO ESTRUTURAL MOLECULAR DO COMPLEXO $\{\text{Hg}(\text{O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{NNNC}_6\text{H}_4\text{NO}_2)_2[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3]\}$	50
FIGURA 34: ESPECTROS ELETRÔNICOS DOS PRÉ-LIGANTES EM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES (ESQUERDA) E CURVA DE CALIBRAÇÃO DO CÁLCULO DO E (DIREITA).	66
FIGURA 35: PROJEÇÃO DAS ESTRUTURAS MOLECULARES DOS PRÉ-LIGANTES PL2, PL4 E PL5 (A E B), INCLUINDO PARÂMETROS TÉRMICOS ANISOTRÓPICOS NA FORMA DE ELIPSOIDES REPRESENTADOS COM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%.....	77
FIGURA 36: PICTOGRAMA PARA O GRUPO ESPACIAL $P2_1/C$ RETIRADO DA <i>INTERNATIONAL TABLES FOR CRYSTALLOGRAPHY</i> (ESQUERDA) E PROJEÇÃO DA CELA UNITÁRIA MONOCLÍNICA DO PRÉ-LIGANTE PL2 NO PLANO AC (DIREITA). PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO FORAM EXCLUÍDOS OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO.....	78
FIGURA 37: PICTOGRAMA PARA O GRUPO ESPACIAL $P2_12_12_1$ EXTRAÍDO DA <i>INTERNATIONAL TABLES FOR CRYSTALLOGRAPHY</i> (ESQUERDA) E A PROJEÇÃO DA CELA UNITÁRIA ORTORRÔMBICA DO PRÉ-LIGANTE PL4 NO PLANO BC (DIREITA) COM OITO FÓRMULAS ELEMENTARES PARA A VISUALIZAÇÃO DO OPERADOR DE SIMETRIA 2_1 . PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO FORAM EXCLUÍDOS OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO.	79
FIGURA 38: PICTOGRAMA PARA O GRUPO ESPACIAL $P\bar{1}$ EXTRAÍDO DA <i>INTERNATIONAL TABLES FOR CRYSTALLOGRAPHY</i> (ESQUERDA) E A PROJEÇÃO DA CELA UNITÁRIA TRICLÍNICA DO PRÉ-LIGANTE PL5 NO PLANO BC (DIREITA). PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO FORAM EXCLUÍDOS OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO.....	79
FIGURA 39: ESPECTROS NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA E VISÍVEL PARA OS PRÉ-LIGANTES PL1-PL8 E 1,3-BIS(FENIL)TRIAZENO. AS CONCENTRAÇÕES PARA A CONFECÇÃO DE CADA ESPECTRO SÃO: PL1 (6×10^{-5} MOL.L ⁻¹); PL2 (5×10^{-5} MOL.L ⁻¹); PL3 (2×10^{-5} MOL.L ⁻¹); PL4 (1×10^{-5} MOL.L ⁻¹); PL5 (4×10^{-5} MOL.L ⁻¹); PL6 (5×10^{-5} MOL.L ⁻¹); PL7 (3×10^{-5} MOL.L ⁻¹); PL8 (3×10^{-5} MOL.L ⁻¹); 1,3-BIS(FENIL)TRIAZENO (4×10^{-5} MOL.L ⁻¹).82	
FIGURA 40: PROJEÇÃO DA SEÇÃO BIDIMENSIONAL NO PLANO CRISTALOGRAFICO BC DO ARRANJO FORMADO NA DIREÇÃO CRISTALOGRAFICA [010], DESTACANDO-SE AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS O1-H1...F1 ¹ , O1-H1...N11 ¹ , N11-H11...N1 ² E A LIGAÇÃO DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICA C25-H25...F1 ³ . OS DEMAIS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO, QUE NÃO PARTICIPAM DAS LIGAÇÕES NÃO CLÁSSICAS, FORAM OMITIDOS PARA UMA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA PARA ÁTOMOS EQUIVALENTES: (1) -x, -1/2+y, -1/2-z; (2) -x, 1/2+y, -1/2-z; (3) x, -1+y, z.	83
FIGURA 41: PROJEÇÃO DO PRÉ-LIGANTE PL2 RESSALTANDO O GRAU DE DISTORÇÃO DA PLANARIDADE TOTAL. ...	83
FIGURA 42: PROJEÇÃO DA INTERAÇÃO DE EMPILHAMENTO II FORMADO ATRAVÉS DA SOBREPOSIÇÃO DOS ANÉIS C21-C26. A LINHA ALARANJADA TRACEJADA MOSTRA A DISTÂNCIA ENTRE OS CENTROIDES DOS ANÉIS. CÓDIGOS DE SIMETRIA PARA ÁTOMOS EQUIVALENTES: (1) 1-x, -y, -z.	84
FIGURA 43: PROJEÇÃO DA REDE BIDIMENSIONAL FORMADA PELAS INTERAÇÕES INTERMOLECULARES DE EMPILHAMENTO II DESTACADOS PELA LINHA TRACEJADAS EM ALARANJADO. OS DEMAIS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO, QUE NÃO PARTICIPAM DAS LIGAÇÕES NÃO CLÁSSICAS FORAM OMITIDOS PARA UMA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA PARA ÁTOMOS EQUIVALENTES: (1) 1-x, -y, -z.	84
FIGURA 44: PROJEÇÃO DA CELA ELEMENTAR DO PRÉ-LIGANTE PL4 FORMADA POR QUATRO FÓRMULAS ELEMENTARES CONSTITUÍDAS POR UMA MOLÉCULA DE PL4 E UMA MOLÉCULA DE DMSO. AS CORES DIFERENCIAM OS CÓDIGOS DE SIMETRIA.	85
FIGURA 45: PROJEÇÃO DO ARRANJO UNIDIMENSIONAL FORMADO PELAS LIGAÇÕES INTERMOLECULARES DESTACANDO-SE AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS N11-H11...O5 ¹ , E AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS C3-H3B...O1 ² , C2-H2A...O1 E C4-H4A...N1. CÓDIGOS DE SIMETRIA PARA ÁTOMOS EQUIVALENTES: (1): -0,5-x, -y, -1/2+z.	86
FIGURA 46: PROJEÇÃO DO PRÉ-LIGANTE PL4 RESSALTANDO O GRAU DE DISTORÇÃO DA PLANARIDADE TOTAL. ...	86
FIGURA 47: PROJEÇÃO DA CELA ELEMENTAR DO PRÉ-LIGANTE PL5.	87
FIGURA 48: PROJEÇÃO DAS UNIDADES INDEPENDENTES QUE PERTENCEM À CELA UNITÁRIA DE PL5, NOMEADAS E "A" (ESQUERDA) E "B" (DIREITA).....	87
FIGURA 49: PROJEÇÃO DA SEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL DE PL5 NA DIREÇÃO [001]. AS LINHAS TRACEJADAS DEMONSTRAM A FORMAÇÃO DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE AS UNIDADES MOLECULARES A E B. CÓDIGO DE SIMETRIA: (1) -x, 1-y, 1-z; (2) -x, 1-y, 2-z.	88

FIGURA 50: PROJEÇÃO DO PRÉ-LIGANTE PL5 (A E B), RESSALTANDO O GRAU DE DISTORÇÃO DA PLANARIDADE TOTAL.	89
FIGURA 51: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C1. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM INTERAÇÕES SECUNDÁRIAS.	89
FIGURA 52: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C2. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM INTERAÇÕES SECUNDÁRIAS. ÁTOMOS NÃO NUMERADOS SÃO EQUIVALENTES AOS NUMERADOS E SÃO GERADOS POR SIMETRIA: (') $-x, -y, -z$	90
FIGURA 53: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C3. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM INTERAÇÕES SECUNDÁRIAS. ÁTOMOS NÃO NUMERADOS SÃO EQUIVALENTES AOS NUMERADOS E SÃO GERADOS POR SIMETRIA: (i) $-x, -y, -z$	90
FIGURA 54: PROJEÇÕES DAS ESTRUTURAS DE C1, C2 E C3 RESSALTANDO O GRAU DE DISTORÇÃO DA PLANARIDADE TOTAL.	92
FIGURA 55: PROJEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO DO SUBSTITUINTE OXIMA E O OXIGÊNIO DO DMSO NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [01 $\bar{1}$]. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DE LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) $x, -1+y, 1+z$; (2) $x, 1+y, -1+z$; (3) $-1+x, y, 1+z$; (4) $-1+x, 1+y, z$; (5) $-1+x, -1+y, 2+z$; (6) $-1+x, 2+y, -1+z$	93
FIGURA 56: PROJEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL AO LONGO DA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [01 $\bar{1}$] EVIDENCIANDO AS INTERAÇÕES $Hg \cdots Cg$. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DE LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGO DE SIMETRIA: (7) $1-x, 1-y, 1-z$	93
FIGURA 57: PROJEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO DO SUBSTITUINTE OXIMA E O OXIGÊNIO DO DMSO NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [101]. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DE LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) $-x, -y, -z$; (2) $-x, -y, -1-z$; (3) $-1+x, y, z$; (4) $-1+x, y, -1+z$; (5) $-1-x, -y, -1-z$; (6) $-1-x, -y, -2-z$; (7) $-2+x, y, -1+z$; (8) $x, y, 1+z$; (9) $1-x, -y, -z$	94
FIGURA 58: PROJEÇÃO DO EMPILHAMENTO DAS UNIDADES MONOMÉRICAS DO COMPLEXO C2 NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [001] MOSTRANDO AS INTERAÇÕES Hg -ARENO- $\eta^2, \eta^2 \pi$ ENTRE O ÍON $Hg(II)$ E OS ÁTOMOS DE CARBONO DOS ANÉIS PERIFÉRICOS C12 E C13 DAS DUAS UNIDADES VIZINHAS. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) $x, y, 1+z$; (2) $-x, -y, -1-z$	95
FIGURA 59: PROJEÇÃO DA SEÇÃO DA REDE BIDIMENSIONAL (2-D) DO AUTO-ARRANJO DE C2. INTERAÇÕES INTERMOLECULARES CENTROSSIMÉTRICAS $Hg(II)-H^2, H^2$ -ARENO π NA DIREÇÃO DO EIXO CRISTALOGRÁFICO [001] E LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS $O-H \cdots O$ NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [101] SÃO MOSTRADAS NAS LINHAS TRACEJADAS. CÓDIGOS DE SIMETRIA USADOS PARA GERAR OS ÁTOMOS EQUIVALENTES: (2) $-x, -y, -1-z$; (3) $-x, -y, -1-z$; (4) $-1+x, y, -1+z$	96
FIGURA 60: PROJEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL DE C3 FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE O CARBONO DO ANEL AROMÁTICO E O OXIGÊNIO DO GRUPO NITRO DA MOLÉCULA VIZINHA C13-H13 \cdots O3 E C23-H23 \cdots O3 NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [$\bar{1}$ 01]. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) $-1+x, y, 1+z$; (2) $3-x, 1-y, 1-z$; (3) $2-x, 1-y, 2-z$	97
FIGURA 61: PROJEÇÃO DA CADEIA BIDIMENSIONAL DE C3 FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS E NÃO-CLÁSSICAS ENTRE O DMSO E OS ÁTOMOS DE OXIGÊNIO DAS CADEIAS ADJACENTES. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) x, y, z ; (2) $1-x, y, 1+z$; (3) $3-x, 1-y, 1-z$; (4) $-x, -y, 1-z$; (5) $1-x, -y, 1-z$	98
FIGURA 62: PROJEÇÃO DO EMPILHAMENTO DAS UNIDADES MONOMÉRICAS DE C3 NA DIREÇÃO DO EIXO CRISTALOGRÁFICO [100] MOSTRANDO AS INTERAÇÕES Hg -ARENO- $\eta^6, \eta^6 \pi$ ENTRE O ÍON Hg^{2+} E OS ÁTOMOS DE CARBONO DOS ANÉIS FENILA PERIFÉRICOS C12-C16 DAS DUAS UNIDADES VIZINHAS. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) $x, y, 1+z$; (2) $-x, -y, -1-z$	99
FIGURA 63: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C4. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM INTERAÇÕES SECUNDÁRIAS.	100
FIGURA 64: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C5. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM INTERAÇÕES SECUNDÁRIAS.	100
FIGURA 65: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C6. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM INTERAÇÕES SECUNDÁRIAS.	101

FIGURA 66: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C7. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM INTERAÇÕES SECUNDÁRIAS.	101
FIGURA 67: PROJEÇÕES DAS ESTRUTURAS DE C4 A C7 RESSALTANDO O GRAU DE DISTORÇÃO DA PLANARIDADE DOS ANÉIS EM RELAÇÃO À CADEIA DE TRIAZENO.	102
FIGURA 68: PROJEÇÃO PARA O COMPLEXO C4 DA CADEIA UNIDIMENSIONAL FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO DO SUBSTITUINTE OXIMA E O NITROGÊNIO DO GRUPO OXIMA DA MOLÉCULA VIZINHA O2–H2···N1 NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [110]. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) 1+x, 1+y, z.	104
FIGURA 69: PROJEÇÃO PARA O COMPLEXO C4 DA CADEIA UNIDIMENSIONAL FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO DO SUBSTITUINTE OXIMA E O NITROGÊNIO DO GRUPO OXIMA DA MOLÉCULA VIZINHA O2–H2···N1 ¹ NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [110] E AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS O1–H1···O4 ² , QUE INTERAGEM COM A CADEIA FORMADA ATRAVÉS DE UM CENTRO DE INVERSÃO. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) 1+x, 1+y, z; (2) -1+x, -1+y, z; (3) 1-x, 1-y, -z.	104
FIGURA 70: PROJEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL DE C5 FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO O1 DO SUBSTITUINTE OXIMA E O OXIGÊNIO O6 DO LIGANTE ACETATO DA MOLÉCULA VIZINHA (O1–H1···O6 ¹) NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [110]. CÓDIGO DE SIMETRIA: (1) 1+x, 1+y, z.	105
FIGURA 71: PROJEÇÃO DO ARRANJO UNIDIMENSIONAL FORMADO ATRAVÉS DO EIXO CRISTALOGRÁFICO [010]. ...	106
FIGURA 72: PROJEÇÃO DO EMPILHAMENTO DAS UNIDADES DE C6 MOSTRANDO AS INTERAÇÕES HG-ARENO- $\eta^1 \pi$ ENTRE O ÍON HG(II) E O ÁTOMO DE CARBONO C26 DO ANEL FENILA PERIFÉRICO C21–C26. CG É O PONTO CENTROIDE DO ANEL FENILA QUE FORMA UMA INTERAÇÃO DO TIPO EMPILHAMENTO π (<i>π-STACKING</i>) PARALELAMENTE DESLOCADAS. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) -1/2+x, 1-y, z; (2) -1+x, -1+y, z; (3) 1/2+x, 1-y, z.	107
FIGURA 73: PROJEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO O1 DO SUBSTITUINTE ACETILA E O OXIGÊNIO C25 DO ANEL AROMÁTICO NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [110]. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) -1+x, 1+y, z; (2) 1+x, -1+y, z; (3) -2+x, 2+y, z; (4) 2+x, -2+y, z.	108
FIGURA 74: PROJEÇÃO DA CADEIA UNIDIMENSIONAL FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO C2 DO SUBSTITUINTE ACETILA E O OXIGÊNIO O2 DO SUBSTITUINTE ACETIL DA MOLÉCULA VIZINHA NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [201]. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) -1+x, 1+y, z; (2) 1+x, -1+y, z; (3) -2+x, 2+y, z.	108
FIGURA 75: PROJEÇÃO DA CADEIA BIDIMENSIONAL FORMADA POR LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE O OXIGÊNIO O1 DO SUBSTITUINTE ACETIL E O OXIGÊNIO C25 DO ANEL AROMÁTICO NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [110] E O OXIGÊNIO O2 DO SUBSTITUINTE ACETIL E O OXIGÊNIO C2 DO SUBSTITUINTE ACETIL NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [201]. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) -1+x, 1+y, z; (2) 1+x, -1+y, z.	109
FIGURA 76: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C8. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%.	110
FIGURA 77: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C9. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%.	110
FIGURA 78: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO DÍMERO FORMADO ATRAVÉS DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO CLÁSSICAS ENTRE C–H···O. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DAS LIGAÇÕES INTERMOLECULARES FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGO DE SIMETRIA: (1) 1-x, 2+y, -z.	113
FIGURA 79: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DA CADEIA UNIDIMENSIONAL FORMADA NA DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA [101]. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DAS LIGAÇÕES INTERMOLECULARES FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGO DE SIMETRIA: (1) 1-x, 2+y, -z; (2) 1+x, y, -1+z; (3) -x, 2-y, 1-z; (4) 1+x, y, -1+z.	113
FIGURA 80: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO DÍMERO FORMADO ATRAVÉS DAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO CLÁSSICAS ENTRE C–H···O. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DAS LIGAÇÕES INTERMOLECULARES FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGO DE SIMETRIA: (1) 2-x, 1-y, 1-z.	113
FIGURA 81: PROJEÇÃO DA ESTRUTURA MOLECULAR DO COMPLEXO C10. OS HIDROGÊNIO FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. ELIPSÓIDES TÉRMICOS REPRESENTADOS COM UM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 30%.	114
FIGURA 82: PROJEÇÕES DOS FRAGMENTOS TRIAZENIDOS DESTACANDO O GRAU DE DISTORÇÃO DA PLANARIDADE DOS ANÉIS FENILAS EM RELAÇÃO A CADEIA DE NITROGÊNIO.	115

FIGURA 83: PROJEÇÃO DA UNIDADE ESTRUTURAL DE C10 ENFATIZANDO AS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO CLÁSSICAS ENTRE C–H...O. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) 1-x, 1-y, -z; (2) x, -1+y, z; (3) x, 1+y, z; (4) 1-x, -y, -z.	116
FIGURA 84: PROJEÇÃO DA CADEIA FORMADA NA DIREÇÃO CRISTALOGRAFICA [010] ENFATIZANDO O ARRANJO FORMADO PELAS LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO NÃO-CLÁSSICAS ENTRE C–H...O, DOS LIGANTES PIRIDINA E OS OXIGÊNIOS DO GRUPO NITRO [C55...O41 ¹ =3,293(4) Å, C55–H55...O41 ¹ =145,2°; C62...O22 ² =3,265(4) Å, C62–H62...O22 ² =139,2°; C63...O21 ² =3,317(4) Å, C63–H63...O21 ² =143,1°], E O CARBONO C4 DO FRAGMENTO <i>o</i> -METÓXI DO LIGANTE TRIAZENIDO LIGA-SE AO O21 DO GRUPO NITRO, FORMANDO UMA LIGAÇÃO BIFURCADA AO RECEPTOR [C4...O21 ² =3,435(5) Å, C4–H4C...O21 ² =3,435(5)°]. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DE LIGAÇÕES INTERMOLECULARES FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) x, -1+y, z; (2) x, 1+y, z; (3) x, 2+y, z; (4) 1-x, 1-y, -z. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	117
FIGURA 85: PROJEÇÃO DA CADEIA FORMADA NA DIREÇÃO CRISTALOGRAFICA [010] MOSTRANDO A CADEIA OPERADA POR UM CENTRO DE INVERSÃO QUE SE LIGA ATRAVÉS DOS CARBONOS DOS ANÉIS FENILAS DOS LIGANTES TRIAZENIDO COM ÁTOMOS DE OXIGÊNIO DO GRUPO NITRO [C25...O32=3,392(4) Å, C25–H25...O32=142,1°; C26...O31=3,472(4) Å, C26–H26...31=154,1°; C45...O12=3,312(4) Å, C45–H45...O12=143,0°; C46...O11=3,377(4) Å, C46–H46...O11=151,8°]. OS ÁTOMOS DE HIDROGÊNIO QUE NÃO PARTICIPAM DE LIGAÇÕES INTERMOLECULARES FORAM OMITIDOS PARA MELHOR VISUALIZAÇÃO. CÓDIGOS DE SIMETRIA: (1) x, -1+y, z; (2) x, 1+y, z; (3) x, 2+y, z; (4) 1-x, 1-y, -z; (5) 1-x, -y, -z; (6) x, -2+y, z; (7) 1-x, 2-y, -z; (8) 1-x, -y, -z; (9) 1-x, -y, -z; (10) 1-x, -1-y, -z.	118
FIGURA 86: ESFERAS DE COORDENAÇÃO PARA OS COMPLEXOS C1, C2 E C3. NO DETALHE DE CADA ILUSTRAÇÃO ESTÃO OS COMPRIMENTOS DE LIGAÇÃO (Å). AS LINHAS TRACEJADAS MOSTRAM LIGAÇÕES POLARIZADAS. DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	118
FIGURA 87: ESFERAS DE COORDENAÇÃO PARA OS COMPLEXOS C4, C5, C6 E C7. NO DETALHE DE CADA ILUSTRAÇÃO ESTÃO OS COMPRIMENTOS DE LIGAÇÃO (Å). DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	120
FIGURA 88: ESFERAS DE COORDENAÇÃO PARA OS COMPLEXOS C8 E C9. NO DETALHE DE CADA ILUSTRAÇÃO ESTÃO OS COMPRIMENTOS DE LIGAÇÃO (Å).	121
FIGURA 89: PROJEÇÃO DO COMPLEXO [HG ^{II} (RPHNNNPhR') ₂ PY] (R =NO ₂ , R'=F), SINTETIZADO POR NAUE E COLABORADORES. AS LINHAS TRACEJADAS REPRESENTAM LIGAÇÕES POLARIZADAS FRACAS. ELIPSÓIDES TÉRMICOS COM NÍVEL DE PROBABILIDADE DE 50%.	122
FIGURA 90: ESFERA DE COORDENAÇÃO PARA O COMPLEXO C10. NO DETALHE DA ILUSTRAÇÃO ESTÃO OS COMPRIMENTOS DE LIGAÇÃO (Å). DESVIO PADRÃO ENTRE PARÊNTESES.	122
FIGURA 91: TERMOGRAMA DO PL1. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	123
FIGURA 92: TERMOGRAMA DO PL2. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	124
FIGURA 93: TERMOGRAMA DO PL3. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	124
FIGURA 94: TERMOGRAMA DO PL4. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	125
FIGURA 95: TERMOGRAMA DO PL5. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	126
FIGURA 96: TERMOGRAMA DO PL6. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	126
FIGURA 97: TERMOGRAMA DO PL7. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	127
FIGURA 98: TERMOGRAMA DO COMPLEXO C3. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	127
FIGURA 99: TERMOGRAMA DO COMPLEXO C4. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	128
FIGURA 100: TERMOGRAMA DO COMPLEXO C5. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	129
FIGURA 101: TERMOGRAMA DO COMPLEXO C9. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	130
FIGURA 102: TERMOGRAMA DO COMPLEXO C10. A LINHA SÓLIDA MOSTRA O TGA E A LINHA TRACEJADA A DERIVADA PRIMEIRA.	130
FIGURA 103: ESPECTRO VIBRACIONAL NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO DO 1,3-BIS(FENIL) TRIAZENO.	132

LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1: NÚMERO DE PUBLICAÇÕES NAS ÚLTIMAS CINCO DÉCADAS ENVOLVENDO COMPOSTOS TRIAZENOS. A BUSCA FOI REALIZADA NO DIA 10/09/11 NA BASE DE DADOS DO <i>WEB OF SCIENCE</i> , UTILIZANDO-SE O TERMO “TRIAZENE”, OBTENDO-SE UM TOTAL DE 866 REGISTROS ENCONTRADOS.	23
GRÁFICO 2: NÚMERO DE PUBLICAÇÕES NAS ÚLTIMAS CINCO DÉCADAS ENVOLVENDO COMPOSTOS TRIAZENOS EM DIFERENTES ÁREAS DO CONHECIMENTO. A BUSCA FOI REALIZADA NO DIA 10/09/11 NA BASE DE DADOS DO <i>WEB OF SCIENCE</i> , UTILIZANDO-SE O TERMO “TRIAZENE”, OBTENDO-SE UM TOTAL DE 866 ENTRADAS ENCONTRADAS. AO LADO DO NOME DA GRANDE ÁREA ESTÃO O NÚMERO DE PUBLICAÇÕES E A PERCENTAGEM RELACIONADA ÀS 866 ENTRADAS.	23
GRÁFICO 3: NÚMERO PATENTE REGISTRADAS NAS ÚLTIMAS QUATRO DÉCADAS ENVOLVENDO COMPOSTOS TRIAZENOS. A BUSCA FOI REALIZADA NO DIA 11/09/11 NA BASE DE DADOS DO <i>SCOPUS</i> , UTILIZANDO-SE O TERMO “TRIAZENE”, OBTENDO-SE UM TOTAL DE 2028 REGISTROS.	24
GRÁFICO 4: NÚMERO DE REGISTROS DE PATENTES NOS DIFERENTES ESCRITÓRIOS DE PATENTE. O TERMO UTILIZADO FOI “TRIAZENE”, OBTENDO-SE UM TOTAL DE 2028 REGISTROS NO DIA 11/09/11.	24
GRÁFICO 5: NÚMERO DE PUBLICAÇÕES NAS ÚLTIMAS 4 DÉCADAS. DADOS RETIRADOS EM 12/09/11 DA BASE DE DADOS DO <i>WEB OF SCIENCE</i> UTILIZANDO O TERMO “TRIAZENIDE OU TRIAZENIDO”.	25
GRÁFICO 6: NÚMERO DE CITAÇÕES ENVOLVENDO AS 160 PUBLICAÇÕES MOSTRADAS NO GRÁFICO 5.	25
GRÁFICO 7: HISTOGRAMAS OBTIDOS A PARTIR DO BANCO DE DADOS DO C.S.D. COM O PROGRAMA MOGUL. FORAM ENCONTRADOS 51 COMPOSTOS TRIAZENO, ONDE OS COMPRIMENTOS DE LIGAÇÃO N11–N12 VARIARAM ENTRE 1,23 Å E 1,35 Å E N12=N13 ENTRE 1,23 Å E 1,43 Å.	32

LISTA DE ESQUEMAS

ESQUEMA 1: REAÇÕES QUE ENVOLVEM A OBTENÇÃO DOS PRÓ-LIGANTES TRIAZENOS MONOCATENADOS. EM (A) MOSTRA A SÍNTESE COM O REAGENTE DE NITROSAÇÃO NITRITO DE SÓDIO E EM (B) COM NITRITO ISOAMÍLICO.	32
ESQUEMA 2: MECANISMO DA DIAZOTAÇÃO EM MEIO ÁCIDO COM NITRITO DE SÓDIO.	33
ESQUEMA 3: REAÇÃO GERAL DE FORMAÇÃO DE UM TRIAZENO A PARTIR DE UMA REAÇÃO DE DIAZOTAÇÃO COM NITRITO DE SÓDIO.	34
ESQUEMA 4: ESTRUTURAS DE RESSONÂNCIA NO TRIAZENOS (A) E CONTRIBUIÇÃO DO SUBSTITUINTE NITRO NAS ESTRUTURAS DE RESSONÂNCIA (B)	37
ESQUEMA 5: REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA CONFORMAÇÃO <i>E</i> DE UM TRIAZENO.	37
ESQUEMA 6: REAÇÃO GENÉRICA DE OBTENÇÃO DE UMA OXIMA.	41
ESQUEMA 7: LIGAÇÕES DE HIDROGÊNIO FORMADAS POR UM GRUPO OXIMA. EM (A) O–H···A; (B) D–H···N E (C) D–H···O.	42
ESQUEMA 8: COMPOSTOS SINTETIZADOS E CARACTERIZADOS POR AAKEROÖY, BEATTY, E LEINEN. (A) 3'-[<i>N</i> -(4-PIRIDILMETILENO)]AMINOACETOFENONA OXIMA, (B) 3'-[<i>N</i> -(3-PIRIDILMETILENO)]AMINOACETOFENONA OXIMA, (C) 4'-[<i>N</i> -(3-PIRIDILMETILENO)]AMINOACETOFENONA OXIMA E (D) 4'-[<i>N</i> -(4-PIRIDILMETILENO)]AMINOACETOFENONA OXIMA.	43
ESQUEMA 9: REAÇÃO DE OBTENÇÃO DOS PRÉ-LIGANTES TRIAZENOS.	53
ESQUEMA 10: FÓRMULAS ESTRUTURAIS DOS PRÉ-LIGANTES PL1–PL8.	53
ESQUEMA 11: FÓRMULAS ESTRUTURAIS DOS COMPLEXOS C1–C10.	
ESQUEMA 12: PROPOSTA DE MECANISMO DE DECOMPOSIÇÃO PARA PL4.	
ESQUEMA 13: PROPOSTA DE MECANISMO DE DECOMPOSIÇÃO PARA C3.	
ESQUEMA 14: PROPOSTA DE MECANISMO DE DECOMPOSIÇÃO PARA C5.	129
ESQUEMA 15: PROPOSTA DE MECANISMO DE DECOMPOSIÇÃO PARA C10.	130

ÍNDICE DE ABREVIATURA E SIGLAS

<i>R</i>	Índice de discordância
<i>R_w</i>	Índice de discordância ponderado
<i>Z</i>	Número de fórmulas elementares na cela elementar
<i>h k l</i>	Índices de Müller
<i>a b c</i>	Eixos cristalográficos
<i>α β γ</i>	Ângulos entre eixos cristalográficos
ph	Grupo fenila
py	Piridina
DMSO	Dimetilsulfóxido
<i>v</i>	Estiramento de ligação
<i>v_s</i>	Estiramento de ligação simétrico
<i>v_{as}</i>	Estiramento de ligação assimétrico
<i>δ</i>	Deslocamentos químicos
ppm	Parte por milhão
r.m.s.	Desvio médio de átomos em um plano
Å	Angstrom (10 ⁻¹⁰ m)
°	Graus
IV	Infravermelho
TGA	Análise Termogravimétrica
RMN ¹ H	Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio
Uv-vis	Ultravioleta-Visível
<i>ε</i>	Coefficiente de absorvidade molar
<i>λ</i>	Comprimento de onda
NC	Número de coordenação
Td	Temperatura de decomposição

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	21
1.1 INTRODUÇÃO	22
1.2 OBJETIVOS	26
1.2.1 <i>Geral</i>	26
1.2.2 <i>Específicos</i>	26
CAPÍTULO 2. REVISÃO DA LITERATURA	27
2.1 LIGAÇÕES INTERMOLECULARES	28
2.2 COMPOSTOS TRIAZENOS	31
2.2.1 <i>Síntese de compostos triazenos</i>	31
2.2.2 <i>Aplicações de compostos triazenos</i>	34
2.2.3 <i>Comportamento estrutural dos compostos triazenos</i>	36
TIPO DE LIGAÇÃO	36
2.2.4 <i>Compostos triazenos como ligantes na química de coordenação</i>	46
2.2.5 <i>Complexos triazenidos de mercúrio</i>	47
CAPÍTULO 3. PARTE EXPERIMENTAL	51
3.1 MATERIAIS E MÉTODOS	52
3.1.1 <i>Reagentes e solventes</i>	52
3.1.2 <i>Procedimentos experimentais de síntese dos compostos</i>	52
3.1.2.1 <i>Síntese das oximas utilizadas como material de partida para a síntese dos pré-ligantes triazenos</i>	52
3.1.2.2 <i>Síntese dos pré-ligantes triazenos</i>	52
3.1.2.2.1 <i>Síntese do 1,3-bis(3-fenil-acetofenona oxima)triazeno (PL1)</i>	54
3.1.2.2.2 <i>1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-fluorofenil)triazeno (PL2)</i>	54
3.1.2.2.3 <i>1,3-bis(4-fenil-acetofenona oxima)triazeno (PL3)</i>	55
3.1.2.2.4 <i>1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno (PL4)</i>	55
3.1.2.2.5 <i>1-(4-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno (PL5)</i>	56
3.1.2.2.6 <i>1,3-bis(4-acetilfenil)triazeno (PL6)</i>	56
3.1.2.2.7 <i>1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(4-nitrofenil)triazeno (PL7)</i>	57
3.1.2.2.8 <i>1-(4-acetilfenil)-3-(4-nitrofenil)triazeno (PL8)</i>	57
3.1.2.3 <i>Síntese dos complexos de mercúrio(II)</i>	58
3.1.2.3.1 <i>bis[1,3-bis(4-fenilacetofenona oxima)triazenido]mercúrio(II): C1</i>	59
3.1.2.3.2 <i>bis[1,3-bis(3-fenilacetofenona oxima)triazenido]mercúrio(II): C2</i>	60
3.1.2.3.3 <i>bis[3-(4-fenilacetofenona oxima)-1-(4-nitrofenil)-triazenido]mercúrio(II): C3</i>	60
3.1.2.3.4 <i>{[1,3-bis(4-fenilacetofenona oxima)triazenido](acetato)mercúrio(II)}: C4</i>	60
3.1.2.3.5 <i>{[1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}: C5</i>	61
3.1.2.3.6 <i>{[1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(2-fluorofenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}: C6</i>	61
3.1.2.3.7 <i>{[1,3-bis(4-acetilfenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}: C7</i>	62
3.1.2.3.8 <i>bis{[1,3-bis(4-acetilfenil)triazenido](trifenilfosfina)mercúrio(II)}: C8</i>	62
3.1.2.3.9 <i>bis{[1-(4-acetilfenil)-3-(4-nitrofenil)triazenidos](trifenilfosfina)mercúrio(II)}: C9</i>	62
3.1.2.3.10 <i>bis{[1,3-bis(2-metóxi-4-nitrofenil)triazenido](piridina)mercúrio(II)}: C10</i>	63
3.2 PONTO DE FUSÃO	63
3.3 ANÁLISE ELEMENTAR	63
3.4 ESPECTROSCOPIA VIBRACIONAL NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO	64
3.5 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA	64
3.6 ESPECTROSCOPIA DE RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLEAR ¹H	64
3.7 ESPECTROSCOPIA ELETRÔNICA NA REGIÃO DO ULTRAVIOLETA E VISÍVEL	64
3.8 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM MONOCRISTAL	69

CAPÍTULO 4. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	75
4.1 DISCUSSÃO ESTRUTURAL DOS PRÉ-LIGANTES PL2, PL4 E PL5.....	76
4.1.1 <i>Discussão da espectroscopia no uv-vis para os pré-ligantes</i>	<i>80</i>
4.1.2 <i>Discussão estrutural do pré-ligante PL2.....</i>	<i>82</i>
4.1.3 <i>Discussão estrutural do pré-ligante PL4.....</i>	<i>84</i>
4.1.4 <i>Discussão estrutural do pré-ligante PL5.....</i>	<i>87</i>
4.2 DISCUSSÃO ESTRUTURAL DOS COMPLEXOS C1, C2 E C3	89
4.3 DISCUSSÃO ESTRUTURAL DOS COMPLEXOS C4, C5, C6 E C7	99
4.3.1 <i>Discussão estrutural do complexo C4</i>	<i>103</i>
4.3.2 <i>Discussão estrutural do complexo C5</i>	<i>104</i>
4.3.3 <i>Discussão estrutural do complexo C6</i>	<i>106</i>
4.3.4 <i>Discussão estrutural do complexo C7</i>	<i>108</i>
4.4 DISCUSSÃO DOS COMPLEXOS C8 E C9	109
4.5 DISCUSSÃO DO COMPLEXO C10	114
4.6 COMPARAÇÕES ENTRE OS COMPLEXOS	118
4.7 DISCUSSÃO DAS ANÁLISES TERMOGRAVIMÉTRICAS	123
4.8 DISCUSSÃO DA ESPECTROSCOPIA VIBRACIONAL NO INFRAVERMELHO	131
4.8.1 <i>Pré-ligantes</i>	<i>131</i>
4.8.2 <i>Complexos</i>	<i>134</i>
CAPÍTULO 5. CONCLUSÕES.....	135
CAPÍTULO 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	138
ANEXO 1. ESPECTROS DE INFRAVERMELHO.....	145
ANEXO 2. ESPECTROS DE RMN ¹H.....	157
ANEXO 3. TABELAS DE COMPRIMENTOS E ÂNGULOS DE LIGAÇÃO; DE COORDENADAS ATÔMICAS E PARÂMETROS DE DESLOCAMENTO ISOTRÓPICOS E ANISOTRÓPICOS	165

CAPÍTULO 1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1 INTRODUÇÃO

Observa-se nos últimos anos um aumento significativo no número de estudos focado na elucidação estrutural das mais diversas moléculas, desde simples compostos orgânicos até proteínas e ácidos nucléicos. A ferramenta mais poderosa para isto é a utilização da difração de raios-x em monocristais, onde se obtêm todos os parâmetros geométricos de uma molécula no estado sólido. Muitos pesquisadores que utilizam os dados adquiridos através do experimento de difração de raios-x em monocristais preocupam-se apenas em demonstrar em como a molécula alvo de estudos é constituída, mostrando as distâncias e ângulos de ligação da unidade molecular. Tem-se observado uma mudança de comportamento no sentido em que não somente a unidade molecular é importante para um trabalho científico mas também a estrutura supramolecular, que é formada pelas unidades moleculares através das mais diversas formas de interações intermoleculares.

A síntese de 1,3-diariltriazenos é de especial interesse para a química de coordenação dada suas propriedades eletrônicas e estruturais, obtendo-se complexos metálicos mono e/ou multinucleares, onde estes apresentam no estado sólido, interações que possibilitam a formação de arranjos supramoleculares 1-D, 2-D e 3-D, principalmente através de interações secundárias não-covalentes.

Buscando-se pelo termo “triazene” na base de dados do *Web of Science*¹, pode-se ter uma ideia do quanto estes compostos são estudados, e tem aumentado o número de pesquisadores em diversas áreas que procuram desvendar as potencialidades dos compostos triazenos. O Gráfico 1 mostra o crescimento das publicações nas últimas décadas e o Gráfico 2 mostra em quais grandes áreas do conhecimento os compostos triazenos estão inseridos.

Do total de 866 publicações encontradas, 500 pertence a grande área da química, na qual se inclui as subáreas química orgânica, inorgânica, analítica, bioquímica e físico-química.

¹ A *Web of Science* é a designação comum que é dada a um conjunto de bases de dados também conhecidas como “*Science Citation Index es*”(Science Citation Index, Social Science Citation Index, Arts and Humanities Citation Index), compiladas pelo ISI (*Institute for Scientific Information*). Além destas, estão também incluídas na *Web of Science* as bases de dados “*Current Chemical Reactions*” e “*Index Chemicus*”. Trata-se de bases de referência bibliográfica, que não contêm o texto integral dos documentos, mas que possuem uma característica especial: é possível ver quais os artigos citados por determinado artigo, ou verificar quantas vezes um artigo foi citado e por quem. É a partir destas bases de dados que é calculado o fator de impacto das publicações periódicas, bem como outros indicadores bibliométricos presentes no *Journal Citation Reports*.

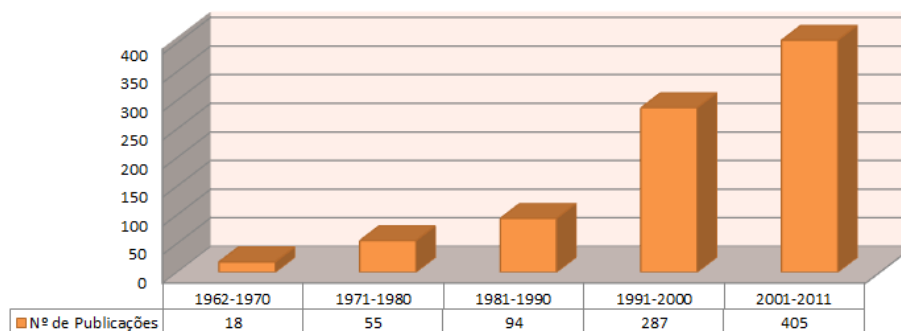


Gráfico 1: Número de publicações nas últimas cinco décadas envolvendo compostos triazenos. A busca foi realizada no dia 10/09/11 na base de dados do *Web of Science*, utilizando-se o termo “triazene”, obtendo-se um total de 866 registros encontrados.

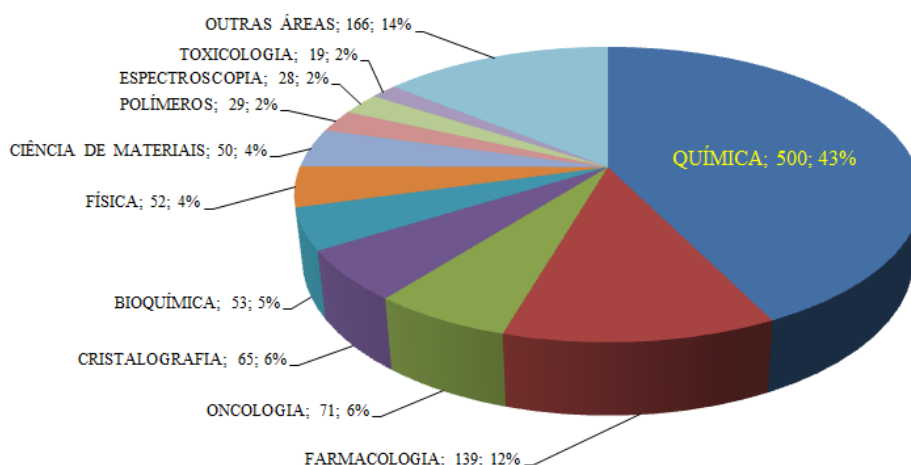


Gráfico 2: Número de publicações nas últimas cinco décadas envolvendo compostos triazenos em diferentes áreas do conhecimento. A busca foi realizada no dia 10/09/11 na base de dados do *Web of Science*, utilizando-se o termo “triazene”, obtendo-se um total de 866 entradas encontradas. Ao lado do nome da grande área estão o número de publicações e a porcentagem relacionada às 866 entradas.

O interesse em novos compostos triazenos é devido às suas potencialidades em várias áreas, onde o número de patentes registradas é maior que o número de publicações que não estão protegidas por patente. Uma busca na base de dados do *Scopus*² utilizando-se o termo “triazene” revela que o número de patentes registradas nas últimas décadas aumentou consideravelmente (Gráfico 3).

² O *Scopus* é uma base de dados que disponibiliza acesso a mais de 16.000 títulos de periódicos, mais de 1.200 revistas de livre acesso, mais de 500 anais de conferências (de mais de 70 sociedades importantes como IEEE, ACM, IEE, SPIE), mais de 650 publicações comerciais e mais de 315 séries de livros. O *Scopus* possibilita a localização de itens provenientes de escritórios de patentes através de uma ferramenta de busca específica para temas científicos, o *Scirus*.

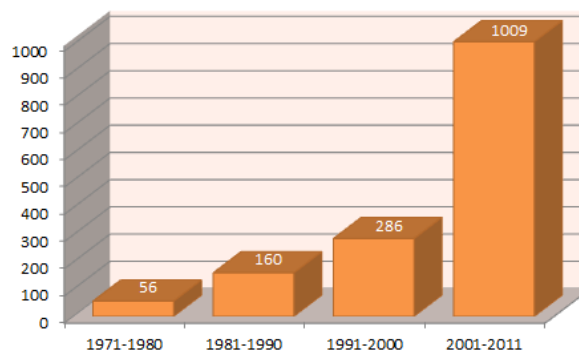


Gráfico 3: Número de patentes registradas nas últimas quatro décadas envolvendo compostos triazenos. A busca foi realizada no dia 11/09/11 na base de dados do *Scopus*, utilizando-se o termo “triazene”, obtendo-se um total de 2028 registros.

No ano de 2010 foram registradas 95 novas patentes e em 2011 até a data de 11/09/11 são 46 novos registros nos cinco escritórios citados no Gráfico abaixo. No Gráfico 4 é possível visualizar o número de registros de patentes em diferentes escritórios de patentes.

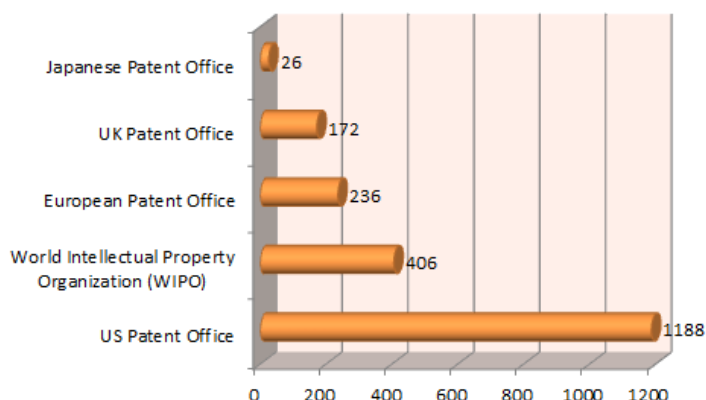


Gráfico 4: Número de registros de patentes nos diferentes escritórios de patente. O termo utilizado foi “triazene”, obtendo-se um total de 2028 registros no dia 11/09/11.

A patente mais antiga encontrada na base de dados do *Scopus* utilizando-se o termo “triazene” é do ano de 1938, onde os autores Thorold Rogers Maurice Arthur e Harold Blackshaw¹ relatam a invenção de novos corantes têxteis. Diversos compostos triazenos com aplicações diferentes estão patenteadas, tais como: materiais de preparação de copolímeros², produção de elastômeros³, materiais para fotografia^{4,5,6}, Corantes para cabelos^{7,8,9}, corantes poliméricos¹⁰, na agricultura^{11,12}, etc. Nos últimos anos aumentou muito o número de registros de patentes de compostos triazenos com ação antineoplásica, principalmente no tratamento de melanomas^{13,14,15}. Existem registros de patentes para outros tipos de tratamentos, como para reumatismo e artrite¹⁶.

Buscando na base de dados do *Web of Science* o termo “triazenide ou triazenido” um número bem menor de publicações foi encontrado, mas não menos importante. O Gráfico 5 mostra o número de publicações nos últimos anos de complexos metálicos utilizando o ligante triazenido, até a data de 12/09/11 foram encontrados 160 registros.

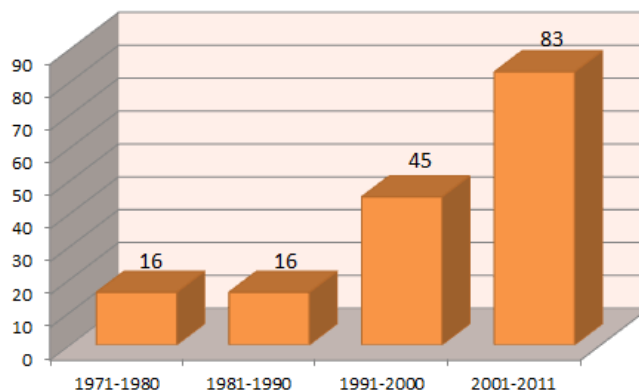


Gráfico 5: Número de publicações nas últimas 4 décadas. Dados retirados em 12/09/11 da base de dados do *Web of Science* utilizando o termo “triazenide ou triazenido”.

É importante mencionar o número de citações das publicações envolvendo complexos triazenidos, onde foi encontrado um total de 2009 citações. O Gráfico 6 mostra o número de citações por ano, envolvendo as 160 publicações encontradas no Gráfico 5.

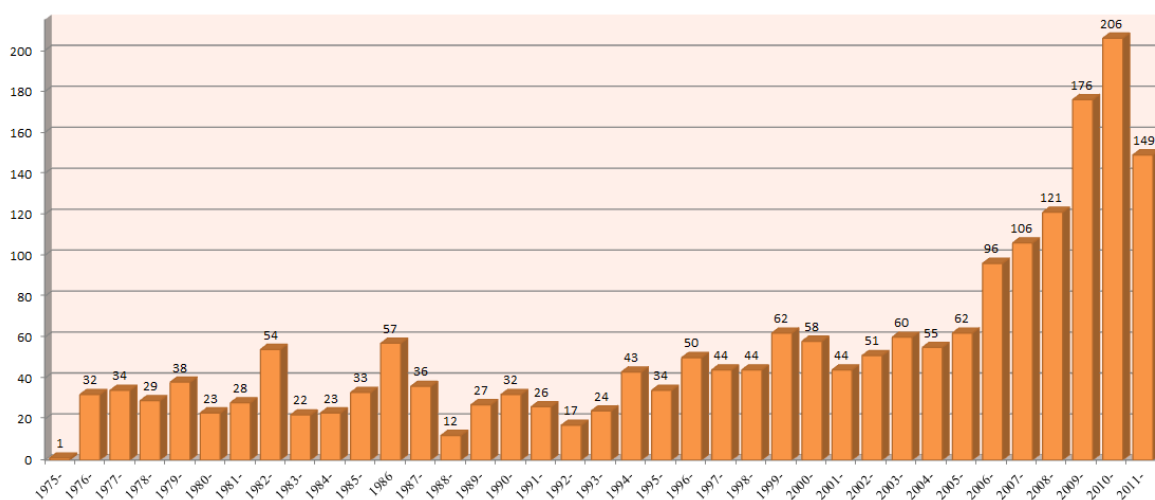


Gráfico 6: Número de citações envolvendo as 160 publicações mostradas no Gráfico 5.

Dentro deste contexto, nosso grupo de pesquisa NITriCo (Núcleo de Investigação de Triazenos e Complexos), atua na síntese de compostos triazenos e na complexação destes

compostos com diversos metais, tendo o foco no estudo da supramolecularidade destes compostos no estado sólido através da difração de raios-x em monocristais.

1.2 Objetivos

1.2.1 Geral

Este trabalho tem por objetivo principal a síntese e caracterização de pré-ligantes e complexos triazenidos de mercúrio(II) através da difração de raios-x em monocristal.

1.2.2 Específicos

Avaliação dos seguintes aspectos:

1. síntese de pré-ligantes simétricos e assimétricos variando-se os grupos substituintes nos anéis fenila, os quais possuem receptores de elétrons para a formação de ligações intermoleculares;
2. investigação da química de coordenação destes pré-ligantes frente ao íon mercúrio(II);
3. avaliação e investigação da supramolecularidade no estado sólido dos compostos obtidos através do estudo dos dados coletados pelo método de difração de raios-x em monocristais;
4. caracterização dos pré-ligantes sintetizados mediante a utilização da espectroscopia de infravermelho, espectroscopia de ultravioleta-visível, ressonância magnética nuclear de próton, análise termogravimétrica e a análise estrutural cristalina e molecular, por difração de raios-x em monocristal;
5. caracterização de alguns complexos metálicos sintetizados através da espectroscopia de infravermelho, e análise termogravimétrica (TGA), além da análise estrutural cristalina e molecular por difração de raios-x em monocristal;
6. cálculo de ϵ máximo para os pré-ligantes;
7. interesse no mecanismo de degradação de compostos trizenos e seus complexos pela análise do TGA.

CAPÍTULO 2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Ligações intermoleculares

Cristais moleculares são entidades empacotadas de maneira periódica. Sua estrutura é definida pela natureza de seus componentes e suas interações no estado sólido. Considerando que a química molecular trata da capacidade de projetar e sintetizar unidades individuais que compõem o cristal, o arranjo destes é governado por conceitos desenvolvidos na área da química supramolecular¹⁷. A química supramolecular é a química da ligação intermolecular, referente à estrutura e função das entidades formadas pela associação de duas ou mais espécies químicas¹⁸. As ligações de hidrogênio são as mais importantes forças intermoleculares direcionais, e é determinante na conformação molecular, agregação molecular e na função de um vasto número de sistemas que vão do inorgânico ao biológico.

Pimentel e McClellan¹⁹ definiram uma ligação de hidrogênio considerando somente a evidência que esta ligação envolve estericamente um átomo de hidrogênio já ligado para outro átomo. Esta definição leva em consideração a natureza química dos participantes, incluindo suas polaridades e a rede de cargas envolvidas. Nenhuma restrição é feita sobre a geometria da interação, exceto que o átomo de hidrogênio deve estar e alguma maneira “envolvido” na ligação.

Uma definição moderna para as ligações de hidrogênio é proposta por Thomas Steiner²⁰, onde uma interação $\mathbf{D-H}\cdots\mathbf{A}$ é chamada uma ligação de hidrogênio se (a) constitui uma ligação local, e (b) \mathbf{D} atua como um doador de próton para \mathbf{A} . O pré-requisito (b) está relacionado às propriedades ácido-base de $\mathbf{D-H}$ e \mathbf{A} , e tem implicações químicas que permitem entender uma ligação de hidrogênio como, basicamente, uma reação de transferência de próton a partir de $\mathbf{D-H}$ para \mathbf{A} .²⁰

A representação de uma ligação de hidrogênio pode ser descrita através dos parâmetros d , d' , θ e r . Os parâmetros, d , θ e r são independentes e d' é considerado como um parâmetro auxiliar. Também é exposto um quinto parâmetro, Φ , que é descrito como ângulo receptor. O parâmetro r corresponde à distância entre doador e hidrogênio polarizado; θ é o ângulo entre doador, hidrogênio polarizado e receptor; d corresponde à distância entre hidrogênio polarizado e \mathbf{A} receptor e ainda d' é a distância entre o doador e o receptor (Figura 1).²¹

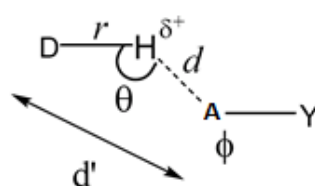


Figura 1: Definição dos parâmetros geométricos d , d' , r , θ e Φ para a ligação de hidrogênio.

A representação da Figura 1 mostra de maneira genérica a formação de uma ligação de hidrogênio, mas são muitas as maneiras que um contato entre doador e receptor podem ocorrer. As formas mais comuns das ligações de hidrogênio são: linear (a), doador bifurcado com dois receptores (b), receptor bifurcado com dois doadores (c) e doador trifurcado com três receptores (d), como mostra a Figura 2.

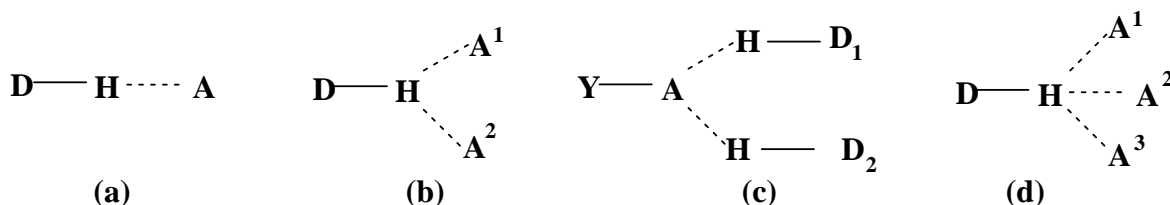


Figura 2: Classificação das ligações de hidrogênio: (a) linear, (b) doador bifurcado com dois receptores, (c) receptor bifurcado com dois doadores e (d) doador trifurcado com três receptores.

As ligações intermoleculares que envolvem o hidrogênio podem ser classificadas como ligações de hidrogênio clássicas quando o doador e o receptor são elementos fortemente eletronegativos, tais como nitrogênio, oxigênio e o flúor, e ligações de hidrogênio não-clássicas quando o doador ou receptor é um átomo diferente dos mencionados acima (O, N, F), como, por exemplo, o carbono.

Dos parâmetros físico-químicos utilizados para interpretar a tendência das moléculas formarem a ligação de hidrogênio, a eletronegatividade do elemento ligado ao hidrogênio na espécie $D-H$ apresenta-se como o mais importante, sem esquecer que o receptor de próton A deve conter quantidade suficiente de densidade eletrônica.²² Estas ligações podem ser classificadas quanto à energia de ligação como: fracas (longas), médias e fortes (curtas). As ligações fracas e médias seguem o modelo *covalente-eletrostático* $D-H\cdots A$, onde o átomo, cuja ligação covalente com o átomo de hidrogênio é chamado de doador, e o da interação eletrostática é definido como receptor. As ligações fortes ou curtas seguem um modelo eletrostático e podem ser representadas por $D-H\cdots A$, ou seja, à distância $D\cdots A$ torna-se curta, o átomo de hidrogênio tende a localizar-se equidistante entre A e D (Tabela 1).²³

Tabela 1: Características das ligações de hidrogênio.

	Forte	Moderado	Fraco
Interação $D-H\cdots A$	Predominantemente eletrostática	Eletrostática	Dispersões
Distância de Ligação	$D-H \approx H\cdots A$	$D-H < H\cdots A$	$D-H \ll H\cdots A$
Distância $d H\cdots A$ (Å)	~ 1,2 – 1,5	~ 1,5 – 2,2	~ 2,2 – 3,2
Distância $d D\cdots A$ (Å)	2,2 – 2,5	2,5 – 3,2	3,2 – 4,0
Ângulo de ligação (°)	175 – 180	130 – 180	90 – 150
Energia de ligação (kJ mol ⁻¹)	58 – 167	16,7 – 63	< 16,7

Muitas publicações^{24,25,26,27} têm dado ênfase às interações de hidrogênio menos comuns e ressaltando sua importância na estrutura supramolecular, tais como interações entre $X-H \cdots \pi_{(fenil)}$, onde X é comumente encontrado como sendo átomos doadores como o carbono, o nitrogênio e oxigênio, e o receptor como sendo a nuvem eletrônica dos pares de elétrons deslocalizados no benzeno e/ou substituintes fenila, conhecidas como ligações de hidrogênio aromáticas. Costuma-se representar a nuvem eletrônica π como “Cg”, sendo este o ponto centróide calculado no centro geométrico do hexágono formado pelos seis átomos de carbono do benzeno ou substituinte fenila. Como exemplo, Glidewell e colaboradores²⁸ demonstraram a existência de interações $C-H \cdots Cg$ na estrutura supramolecular do composto $C_{18}H_{19}NO_3S$ como mostra a Figura 3(a). Steiner e colaboradores²⁹ demonstraram a existência de interações $N-H \cdots Cg$ no fragmento de uma proteína, enfatizando a importância desta ligação de hidrogênio não-clássica na estabilização da estrutura secundária da proteína, como mostra a Figura 3(b).

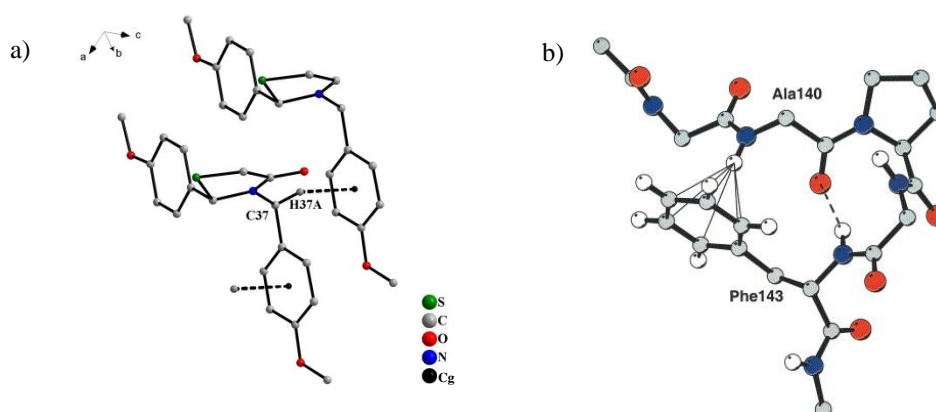


Figura 3: (a) Estrutura molecular do $C_{18}H_{19}NO_3S$ mostrando a projeção³⁰ das ligações de hidrogênio não-clássicas entre $C-H \cdots Cg$ [$C \cdots Cg = 3,525(4)$ Å; $C-H \cdots Cg = 129^\circ$] ao longo do eixo cristalográfico (001). (b) Estrutura molecular de uma proteína demonstrando a importância das interações não-clássicas de hidrogênio entre $N-H \cdots Cg$ na estabilização da estrutura secundária. Átomos de hidrogênio que não participam de ligações intermoleculares estão omitidos para melhor visualização.

Outro tipo de interação fraca explorada por muitos pesquisadores é a interação areno-areno ou $\pi-\pi$ entre dois anéis fenila. Essas interações têm demonstrado importante papel no controle da estrutura supramolecular, na reatividade de moléculas sintéticas e biológicas e na formação de polímeros.^{31,32,33,34} Embora muitos pesquisadores contestem a existência destas interações por serem muito versáteis e possuírem diversas geometrias, três tipos de geometrias são bem aceitos: (a) aresta-face de superfície, (b) empilhamento π deslocado e (c) empilhamento π centrado.^{35,36}

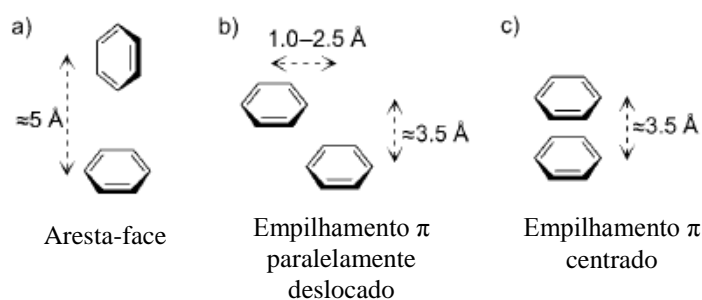


Figura 4: Três tipos de interações de empilhamento areno-areno ou π - π . (a) aresta-face de superfície, (b) empilhamento π deslocado e (c) empilhamento π centrado.

2.2 Compostos Triazenos

2.2.1 Síntese de compostos triazenos

Cadeias de três ou mais átomos de nitrogênio tiveram um fascínio especial desde a descoberta dos compostos triazenos por Peter Griess³⁷ em 1859. Estes compostos foram produzidos originalmente por Peter Griess para uso na indústria de corantes. Alguns pesquisadores do final do século XIX e início do século XX dedicaram-se a estes compostos, como Meldola e Streatfeild^{38,39,40}, Meunier^{41,42,43}, Niementowski e Roszkowski⁴⁴, Cuisa e Pestalozza^{45,46}, entre outros.⁴⁷ Desde a descoberta dos triazenos passaram-se mais de 150 anos e muitas aplicações para os triazenos foram reportadas, tais como na medicina e química combinatória, na síntese de produtos naturais, como ligantes organometálicos, e como precursores de heterociclos.⁴⁸

De acordo com a definição de Moore e Robinson,⁴⁷ os compostos triazenos configuram-se como sistemas contendo cadeias alifáticas com três átomos de nitrogênio. Sua estrutura genérica pode ser observada na Figura 5.

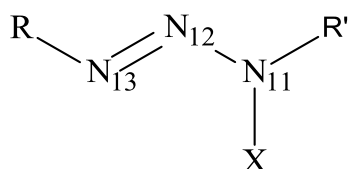


Figura 5: Representação genérica de triazenos monocatenados. Os substituintes N terminais R e R' podem ser substituintes alquilas e/ou arilas e X pode ser H, O ou substituintes alquilas.

Os comprimentos de ligação da cadeia de nitrogênios variam para N11–N12 e N12=N13 em torno de 1,32 Å e 1,27 Å, respectivamente. O Gráfico 7 mostra as médias de

comprimento de ligações N11–N12 e N12=N13 obtidos através do banco de dados do C.S.D. utilizando-se o programa *Mogul* (Retrieval of Crystallographically - Derived Molecular Geometry Information).⁴⁹

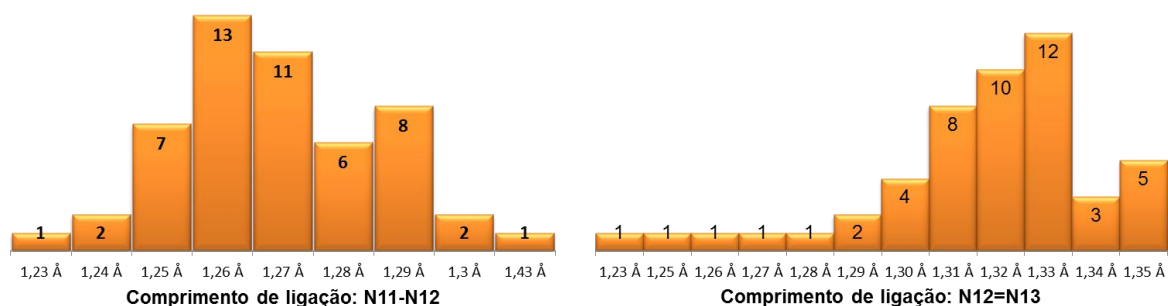
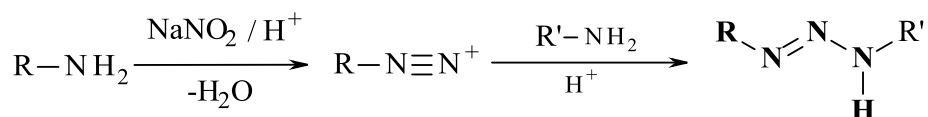


Gráfico 7: Histogramas obtidos a partir do banco de dados do C.S.D. com o programa *Mogul*. Foram encontrados 51 compostos triazeno, onde os comprimentos de ligação N11–N12 variaram entre 1,23Å e 1,35 Å e N12=N13 entre 1,23 Å e 1,43 Å.

Existem duas rotas de síntese distintas de pré-ligantes triazeno monocatenados, como mostrado no

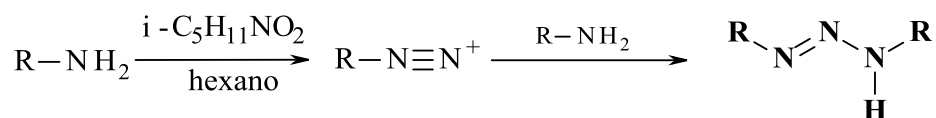
Esquema 1.

(a)



Onde: R = R' - Triazeno Simétrico
R ≠ R' - Triazeno Assimétrico

(b)

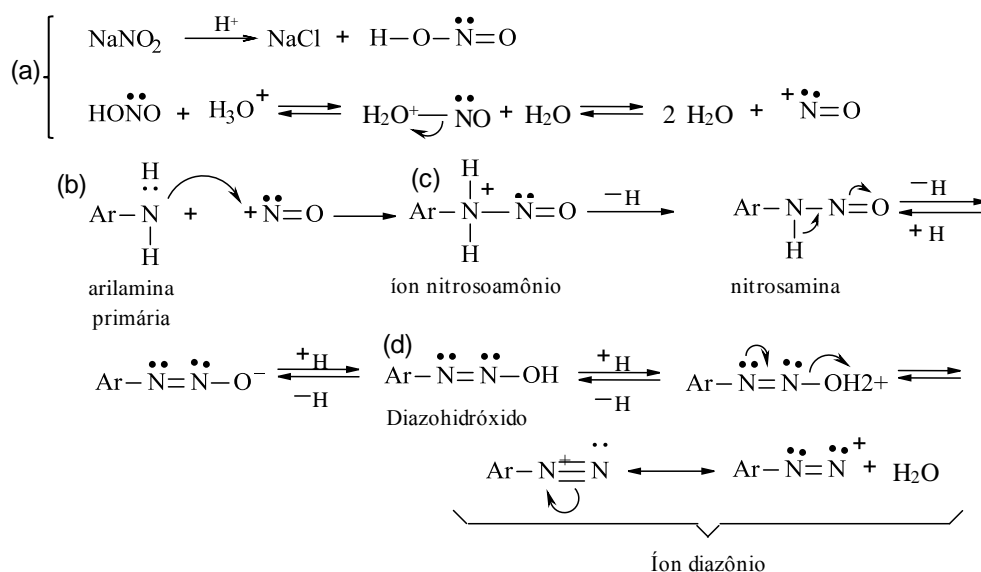


Esquema 1: Reações que envolvem a obtenção dos pró-ligantes triazenos monocatenados. Em (a) mostra a síntese com o reagente de nitrosação nitrito de sódio e em (b) com nitrito isoamílico.

Genericamente, o primeiro passo para uma rota sintética de compostos triazenos monocatenados é a diazotação, que é a transformação de uma amina primária ou secundária em um sal de diazônio. Este passo deve ocorrer com controle de temperatura e *pH*. A temperatura deve estar entre 0 – 5 °C para evitar a hidrólise do sal de diazônio, com a

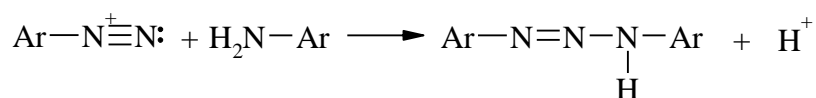
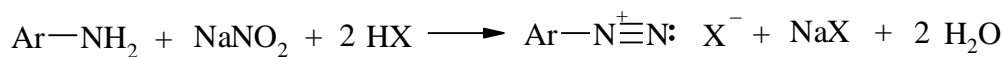
formação de fenol e nitrogênio gasoso. Após, na segunda etapa, realiza-se o acoplamento de uma amina ao sal de diazônio, podendo a amina ser idêntica à primeira ou diferente, gerando triazenos simétricos ou assimétricos, respectivamente. O agente de nitrosação, que é o reagente utilizado para preparar o sal de diazônio, pode ser o nitrito de sódio⁵⁰ [Esquema 1(a)] ou nitrito isoamílico⁵¹ [Esquema 1(b)].

A diazotação mostrada no Esquema 1 (a) ocorre através da sequência de etapas demonstradas no Esquema 2. Na presença de ácido forte, o ácido nitroso se dissocia e produz íons $(\text{NO})^+$ [Esquema 2(a)]. Estes íons, então, reagem com o nitrogênio da amina para formar íons nitrosoamônio instáveis, como intermediários [Esquema 2(b)]. Este intermediário perde um próton e forma uma nitrosamina que, por sua vez, tautomeriza-se num diazohidróxido, numa reação semelhante a da tautomerização ceto-enólica [Esquema 2(c)]. Então, na presença de ácido, o diazohidróxido perde água para formar sal de diazônio [Esquema 2(d)].



Esquema 2: Mecanismo da diazotação em meio ácido com nitrito de sódio.

Após a geração do íon diazônio *in situ*, adiciona-se a amina que se deseja acoplar ao íon diazônio obtendo-se assim o composto triazeno. A equação geral da formação de triazenos pela diazotação com nitrito de sódio é mostrada no Esquema 3.



Esquema 3: Reação geral de formação de um triazeno a partir de uma reação de diazotação com nitrito de sódio.

2.2.2 Aplicações de compostos triazenos

As aplicações dos compostos triazenos dependem de como variam os substituintes da cadeia triazenídica, sendo esta a principal estratégia quando se quer sintetizar um composto triazeno com alguma aplicação em potencial.

Na medicina, o *bis*(4-amidinofenil)triazeno, conhecido comercialmente como Berenil[®], possui ação anti-tripanosômica⁵². A fórmula estrutural do Berenil[®] está na Figura 6.

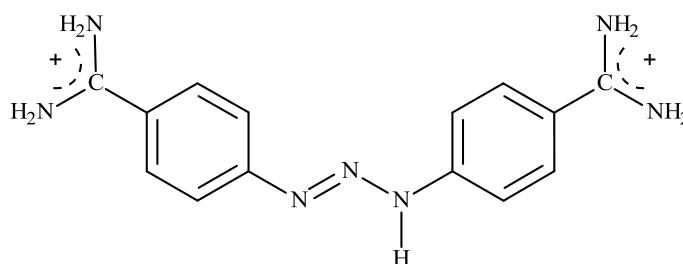


Figura 6: Fórmula estrutural do Berenil[®].

Na terapia do câncer, o composto 5-(3,3-dimetil-1-triazeno)imidazol-4-carboxiamida (Figura 7) vendido comercialmente com o nome Dacarbazina[®] (DTIC).

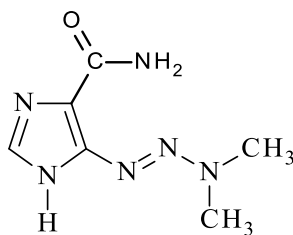


Figura 7: Fórmula estrutural da Dacarbazina[®].

O composto acima é um análogo estrutural do 5-amino-imidazol-4-carboxiamida (precursor na biossíntese da purina). A atividade anti-carcinogênica deste composto foi primeiramente estudada por Druckrey e colaboradores⁵³. Este medicamento atua através da alquilação do DNA e é indicado para o tratamento de melanoma maligno metastático, adenocarcinoma renal, sarcomas de tecidos moles, fibrossarcomas, rabiomiossarcoma, carcinoma medular da tireóide, neuroblastoma, tumores sólidos, linfoma maligno e doença de Hodgkin.

Muitos derivados da Dacarbazina[®] já foram sintetizados, e muitos deles, possuem ação alquilante comprovada, como o 5-[3,3-bis(2-cloroetil-1-triazenil)imidazol-4-carboxamida (BTIC)^{54, 55} e 5-(3-metiltriazen-1-il)-imidazo-4-carboxamida (MTIC), ilustrados na Figura 8.

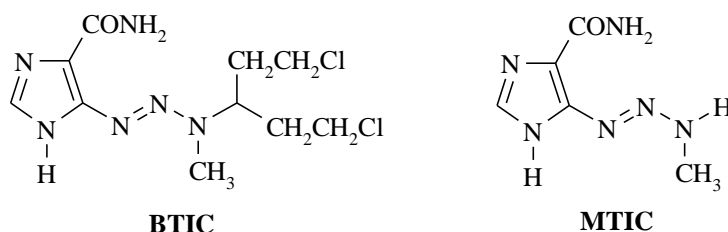


Figura 8: Fórmula estrutural do BTIC e MTIC.

O triazeno alicíclico 3-metil-4-oxo-3,4-dihidroimidazo[5,1-*d*][1,2,3,5]tetrazina-8-carboxiamida, conhecido e vendido comercialmente como Temozolomida[®] (TEM), é outro exemplo de triazeno com ação contra tumores, agindo principalmente contra tumores cerebrais como glioblastoma multiforme e astrocitoma anaplásico. A vantagem deste medicamento é não precisar de ativação metabólica para gerar as espécies ativas alquilantes⁵⁶. A sua fórmula estrutural está representado na Figura 9.

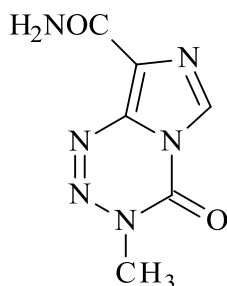


Figura 9: Fórmula estrutural da Temozolomida[®] (TEM).

Embora sejam poucos os exemplos de compostos triazenos utilizados em química analítica para determinação de metais, a pesquisa se mostra promissora para esta área. Os triazenos são utilizados principalmente como reagentes complexantes. Reagentes como CADION A^{57, 58, 59} e CADION 2B⁵⁹ ilustrados na Figura 10, são usados para determinação de Cd(II) e Hg(II).

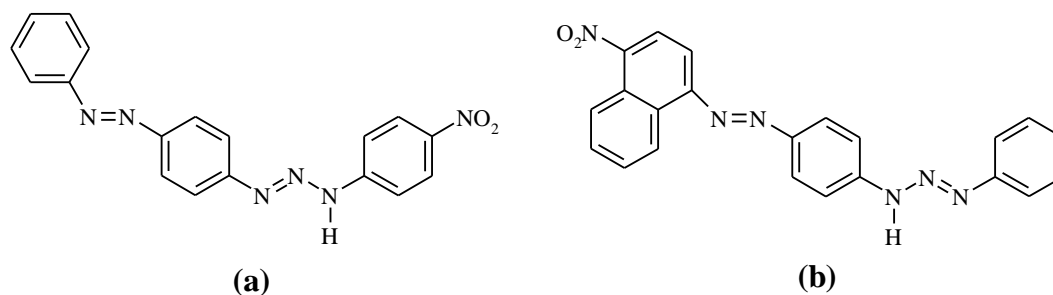


Figura 10: Fórmulas estruturais dos pré-ligantes CADION A (a) e CADION 2B (b).

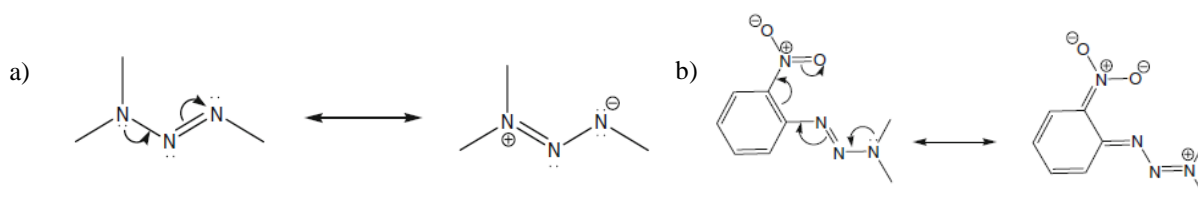
2.2.3 Comportamento estrutural dos compostos triazenos

Especula-se que compostos triazenos possuem baixa estabilidade devido às energias de ligação dos nitrogênios na cadeia de nitrogênios serem demasiadamente mais baixas do que para a molécula de N₂, como pode ser visto na Tabela 2.

Tabela 2: Distâncias e energias de ligação para moléculas diatômicas de nitrogênio.

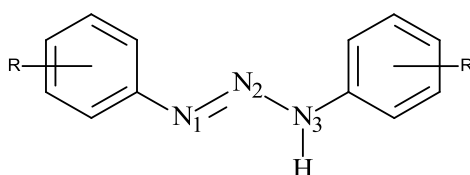
Tipo de ligação	Distância de ligação (Å)	Ordem de Ligação	Energia de ligação (kJ/mol)
N – N	1,44	1	160
N = N	1,24	2	418
N ≡ N	1,09	3	945

No entanto, através grande número de compostos triazenos publicados e o que se observa é que na sua grande maioria são compostos sólidos e estáveis ao ar e a temperaturas relativamente altas. A explicação mais provável para a estabilidade dos triazenos é conferida à ressonância que ocorre por toda a molécula e deslocam a densidade de carga da cadeia de nitrogênios. A estabilização, através de efeitos indutivos e mesoméricos, podem ser intensificadas com a substituição estratégica de grupos funcionais orgânicos nas posições orto, meta e para no anel fenila. O Esquema 4(a) exemplifica como a conjugação π surge na estrutura ressonante da cadeia de nitrogênios. A conjugação π pode estender-se até os substituintes, como demonstrado no Esquema 4(b) por Vaughan e colaboradores⁶⁰.



Esquema 4: Estruturas de ressonância no trizenos (a) e contribuição do substituinte nitro nas estruturas de ressonância (b) .

Estudos estruturais por difração de raios-X em monocristais em várias amostras mostram que a cadeia de nitrogênios apresenta-se em conformação *E* nestas moléculas⁴⁷, conforme mostra o Esquema 5. A distância da ligação mais curta, entre N₁ e N₂, variou entre o valor de 1,27 a 1,29 Å e a ligação mais longa pouco varia entre o valor de 1,31 a 1,33 Å. Estes valores encontrados experimentalmente apresentam-se diferenciados dos valores padrões para uma ligação simples N–N (1,44 Å) e dupla N=N (1,24 Å) devido a deslocalização de elétrons π na molécula, denotando um caráter sp^2 para as ligações [–N₁≡N₂≡N₃–].



Esquema 5: Representação esquemática da conformação *E* de um trizeno.

A seguir serão descritos alguns exemplos de pré-ligantes trizeno publicados. Como são muitos os exemplos, serão apresentados os compostos que possuem semelhança estrutural com os compostos relatados nesta tese, principalmente ao que se refere aos substituintes nos anéis fenila.

Em 1991, Walton, Jenkins e Neidle⁶¹ publicaram a estrutura do 1,3-*bis*-(4-acetilfenil)triazeno (Figura 11), que cristaliza no sistema monoclinico ($P2_1/c$). Além da discussão estrutural, os autores também relataram um estudo teórico para um possível análogo do Berenil.

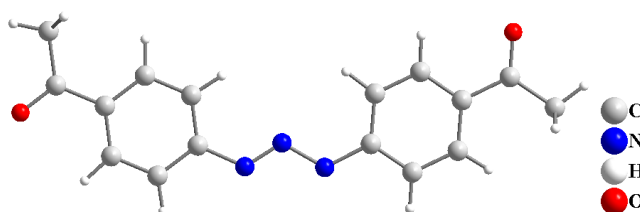


Figura 11: Projeção³⁰ da estrutura do 1,3-*bis*-(4-acetilfenil)triazeno.

Em 2003, Hörner e colaboradores⁶² publicaram a estrutura do 1,3-*bis*(4-nitrofeil)triazeno, que cristaliza no sistema cristalino monoclinico, grupo espacial $P2_1/c$, e apresenta ligações de hidrogênio clássicas entre N–H···O [N11···O12=2,929 (2) Å; N11–H···O12=159°] e ligações de hidrogênio não-clássicas entre C–H···O [C12···O12ⁱ=2,929 (2) Å; C12–H12···O12ⁱ=159°]; [C16···O21ⁱⁱ=3,194 (3) Å; C16–H16···O21ⁱⁱ=131°] e [C25···O11ⁱⁱⁱ=3,222 (3) Å; C25–H25···O11ⁱⁱⁱ=140°]. A Figura 12 mostra o arranjo supramolecular formado pelas ligações de hidrogênio.

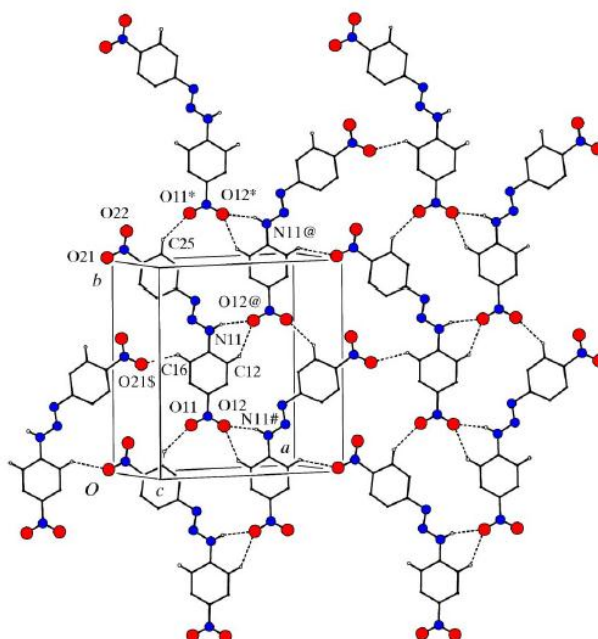


Figura 12: Projeção da estrutura mostrando o arranjo supramolecular formado através das ligações de hidrogênio clássicas entre N–H···O e ligações de hidrogênio não-clássicas entre C–H···O.

Em 2004, Hörner e colaboradores⁶³ publicaram a estrutura do 3-(4-acetilfenil)-1-(4-nitrofenil)triazeno, na qual as moléculas relacionam-se através de uma translação formando cadeias ao longo da direção cristalográfica [110] e [1 $\bar{1}$ 0], através de ligações de hidrogênio N–H···O [N···Oⁱ= 2,880 (3) Å; N13–H13···O1ⁱ = 158 (2)°] e interações π - π entre N···O [N1···O11ⁱⁱ = 3,317 (3) Å], conforme a Figura 13.

Em 1999, Rodrigues e colaboradores⁶⁴ relataram a estrutura do 1,3-*bis*-(2-metoxicarbonilfenil)triazeno, conforme mostrado na Figura 14.

Em 2007, Villis⁶⁵ em sua tese de doutorado caracterizou o 1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno. Este composto cristaliza no sistema cristalino monoclinico, grupo espacial $P2_1/c$ (Figura 15). A cela elementar contém ainda uma molécula de etanol como solvato de cristalização. O arranjo supramolecular é formado a partir de ligações de hidrogênio não-

clássicas entre C–H...O [C26...O21=2,4041 (2)Å; C26–H26...O21=152,439°], formando uma cadeia ao longo do eixo cristalográfico [010], como mostra a Figura 16.

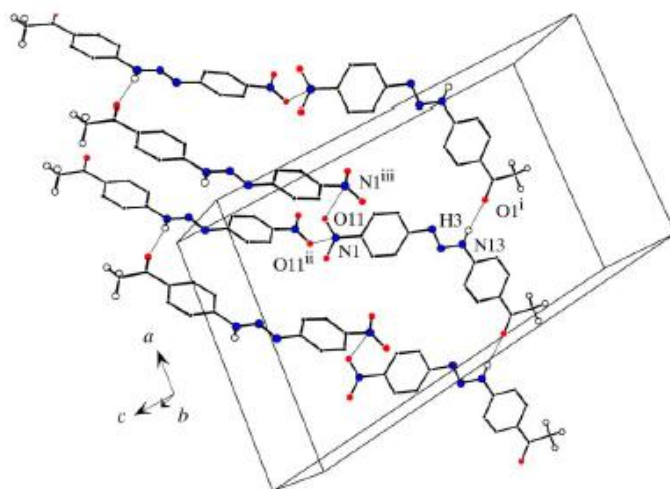


Figura 13: Cella unitária do triazeno 3-(4-acetilfenil)-1-(4-nitrofenil)triazeno numa projeção inclinada para [110] e [110], mostrando as ligações de hidrogênio clássicas entre N–H...O e interações π - π entre N...O.

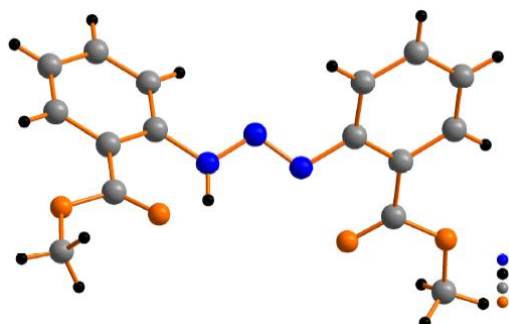


Figura 14: Projeção da estrutura do 1,3-*bis*-(2-metoxicarbonilfenil)triazeno.

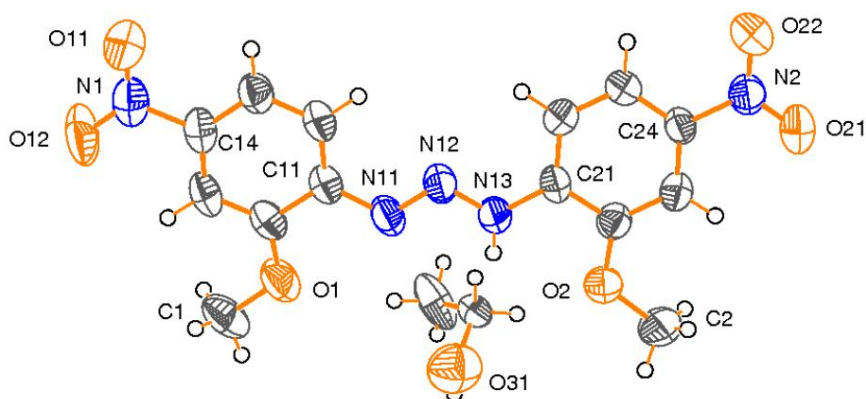


Figura 15: Projeção da estrutura do o 1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno. Elipsóides térmicos com nível e probabilidade de 50%.

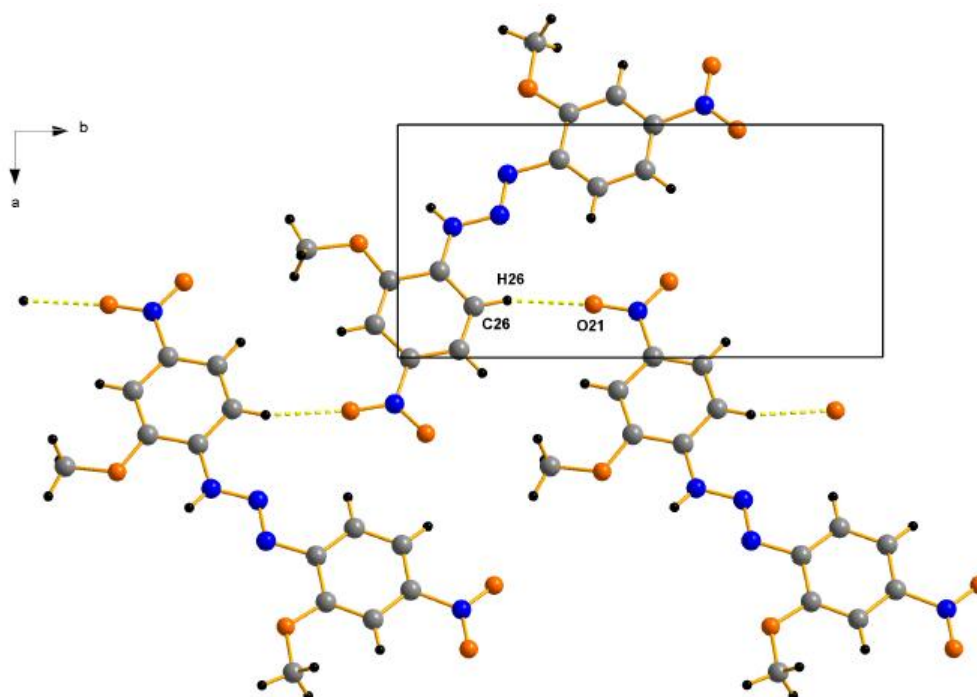


Figura 16: Projeção do arranjo supramolecular ao longo do eixo cristalográfico [010] formado a partir de ligações de hidrogênio não-clássicas entre C–H...O na estrutura do o 1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno.

Em 2009, Rofouei e colaboradores⁶⁶ relataram a estrutura cristalina do 1,3-*bis*(2-metoxifenil)triazeno, pertencente ao grupo espacial triclínico $P\bar{1}$. A estrutura contém uma ligação de hidrogênio clássica entre N–H...N [$N1\cdots N4=3,18$ (2) Å; $N1-H\cdots N4=70^\circ$] que leva à formação de um dímero, conforme Figura 17(a). Fracas interações entre C–H... π [$C32\cdots Cg1=3,549$ (3); $C32-H\cdots Cg1=136^\circ$] e [$C4\cdots Cg2=3,686$ (2) Å; $C4-H\cdots Cg2=147^\circ$] entre o grupo metóxi e o anel fenila são encontradas na estrutura, como mostra a Figura 17(b).

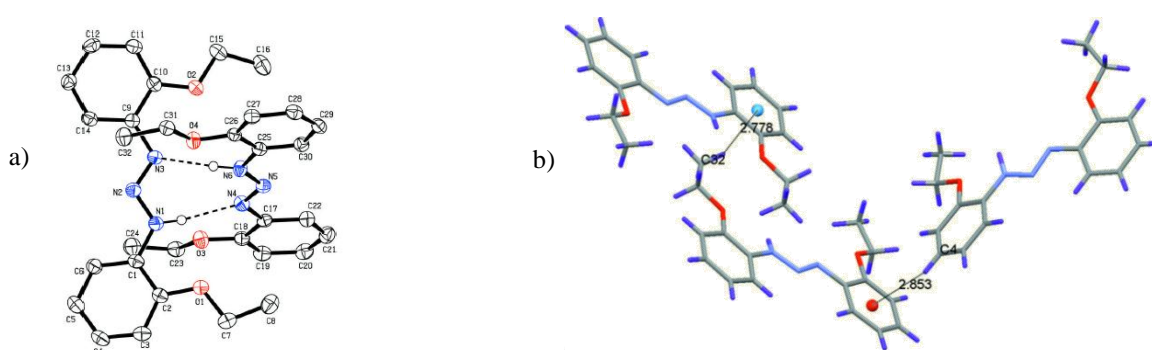
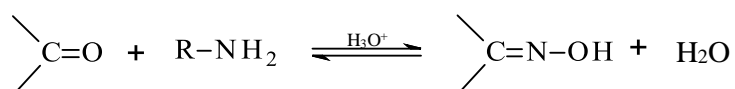


Figura 17: (a) Projeção do dímero formado através da ligação de hidrogênio clássica entre N–H...N. (b) Projeção das ligações de hidrogênio não-clássicas entre C–H... π .

Observa-se que o tipo de substituinte e a posição deste em relação ao anel fenila podem favorecer ou não a formação de uma estrutura supramolecular. A introdução de substituintes que possuem átomos com densidade de carga suficiente para atuar como um receptor de prótons em uma ligação de hidrogênio, seja clássica ou não-clássica, é de suma importância para se obter compostos que, no estado sólido, apresentem estruturas com as mais diversas interações intermoleculares. É com este intuito que foi introduzido o grupo oxima [-C(CH₃)NOH] como substituinte aos anéis fenila nos compostos inéditos sintetizados e caracterizados nesta tese. Como não há nenhum exemplo de composto triazeno com substituinte oxima na literatura, serão mostrados a seguir alguns compostos que possuem o substituinte oxima, bem como sua habilidade em formar ligações intermoleculares.

Os aldeídos e cetonas reagem com as aminas primárias para produzir compostos com dupla ligação carbono-nitrogênio. A reação é catalisada por ácidos, conforme o Esquema 6.



Esquema 6: Reação genérica de obtenção de uma oxima.

Em 1890, Tschugaeff⁶⁷ sintetizou e publicou o composto conhecido como dimetilglioxima (Figura 18), mas só em 1905 foi utilizado como um reagente para níquel, e desde então as oximas foram utilizadas largamente na química de coordenação.⁶⁸

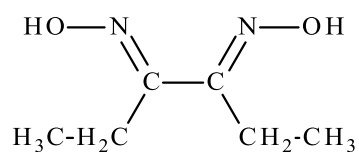
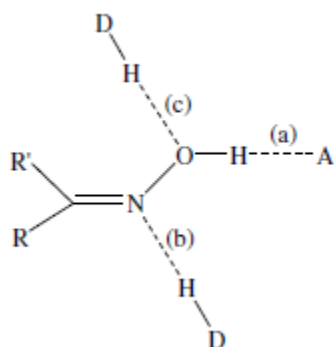


Figura 18: Fórmula estrutural da dimetilglioxima.

Nesta tese, o maior interesse no substituinte oxima está na sua habilidade em formar ligações de hidrogênio que levam às estruturas supramoleculares. Oximas são grupos receptores e doadores de hidrogênio, formadores de ligações de hidrogênio do tipo O-H...A, D-H...N e D-H...O, conforme mostra o Esquema 7.⁶⁹



Esquema 7: Ligações de hidrogênio formadas por um grupo oxima. Em (a) O-H...A; (b) D-H...N e (c) D-H...O.

As formas padrão em que grupos oxima interagem para formar ligações de hidrogênio são bem conhecidos, e alguns exemplos estão na Figura 19.

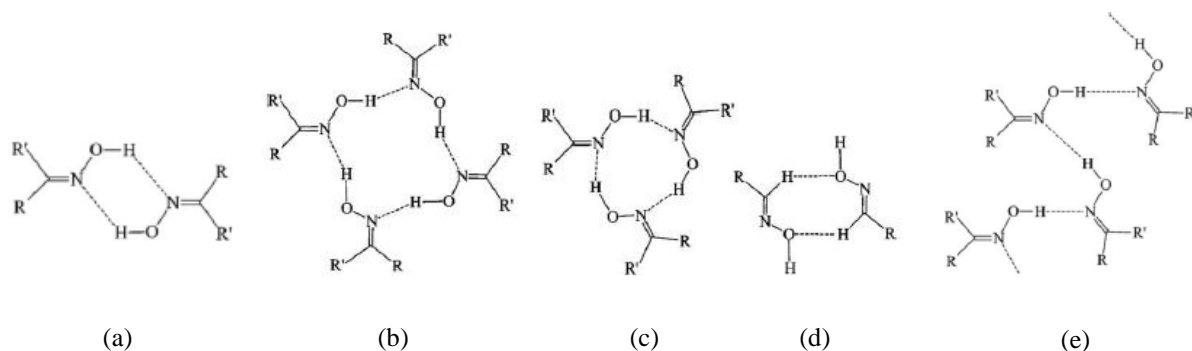
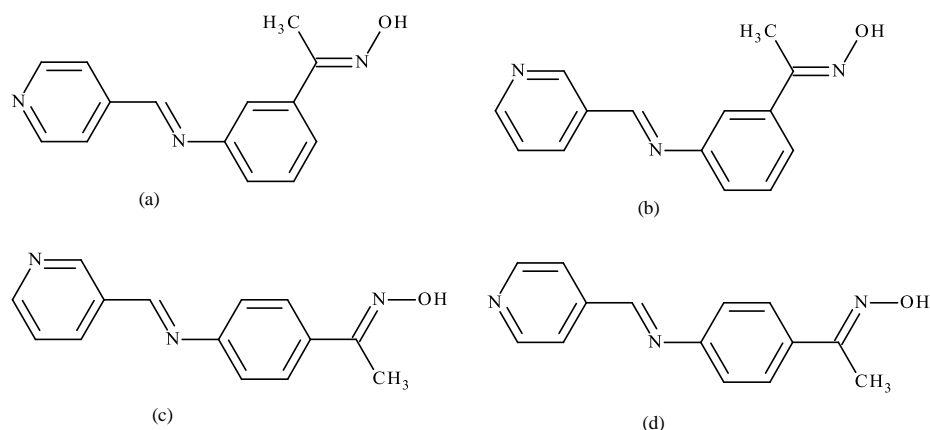


Figura 19: Arranjos mais comuns na formação de ligações de hidrogênio em oximas.

Os exemplos de arranjos **a**, **b**, **c** e **d** são centrossimétricos e o arranjo **e** é não-centrossimétrico. O átomo de nitrogênio dos exemplos **a**, **b**, **c** e **e** atuam como receptores de hidrogênio, enquanto que no exemplo **d** o átomo de oxigênio atua como receptor.

Aakeröy, Beatty, e Leinen⁷⁰ em 2001 publicaram a síntese e caracterização estrutural de quatro moléculas derivadas da 3-aminoacetofenona oxima e 4-aminoacetofenona oxima, conforme mostra o Esquema 8.



Esquema 8: Compostos sintetizados e caracterizados por Aakeroöy, Beatty, e Leinen⁷⁰. (a) 3'-[*N*-(4-piridilmetileno)]aminoacetofenona oxima, (b) 3'-[*N*-(3-piridilmetileno)]aminoacetofenona oxima, (c) 4'-[*N*-(3-piridilmetileno)]aminoacetofenona oxima e (d) 4'-[*N*-(4-piridilmetileno)]aminoacetofenona oxima.

O composto (a) do Esquema 8 forma um arranjo bidimensional através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H \cdots N e ligações de hidrogênio não-clássicas C–H \cdots N [C45 \cdots N7=3,489(3) Å] (Figura 20). Os valores de comprimento de ligação para o composto (a) do Esquema 8 estão na Tabela 3.

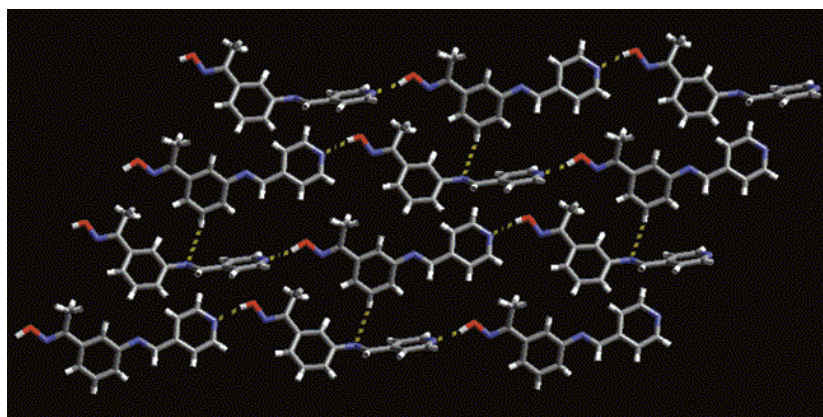


Figura 20: Arranjo 2-D formado pelo composto (a) do Esquema 8.

Tabela 3: Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações de hidrogênio encontradas para o composto (a).

	D–H \cdots A	D–H	H \cdots A	D \cdots A	Ângulo D–H \cdots A
O(27)–H(27) \cdots N(31)	0,86	1,90	2,727(3)	162,9	
O(47)–H(47) \cdots N(1)	1,04	1,78	2,803(3)	166,5	
C(45)–H(45) \cdots N(7)	0,98	2,63	3,489(3)	146,4	

O composto (b) do Esquema 8 forma um dímero através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H \cdots N (Figura 21). Os valores de comprimento de ligação para o composto (b) do Esquema 8 estão na Tabela 4.

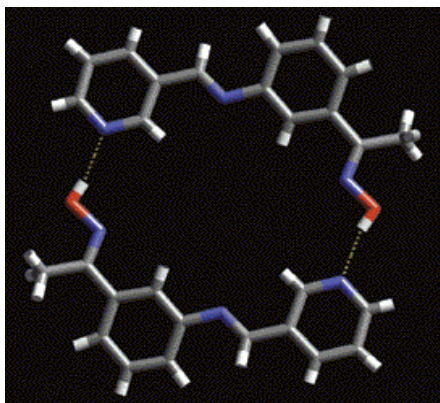


Figura 21: Dímero formado pelo composto (b) do Esquema 8 através das ligações de hidrogênio clássicas entre O–H...N.

Tabela 4: Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações de hidrogênio encontradas para o composto (b).

	D–H...A	D–H	H...A	D...A	Ângulo D–H...A
O(27)–H(27)...N(1)	0,82	1,96	2,750(2)	161,6	
C(25)–H(25)...N(7)	0,93	2,61	3,497(2)	158,0	

O composto (c) do Esquema 8 forma uma cadeia unidimensional através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H...N (Figura 22). Os valores de comprimento de ligação para o composto (b) do Esquema 8 estão na Tabela 5.



Figura 22: Arranjo 1-D formado pelo composto (c) do Esquema 8 através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H...N.

Tabela 5: Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações de hidrogênio encontradas para o composto (c).

	D–H...A	D–H	H...A	D...A	Ângulo D–H...A
O(27)–H(27)...N(1)	1,00	1,76	2,749(3)	171,0	

O composto (d) do Esquema 8 forma uma cadeia unidimensional através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H...N (Figura 23). Os valores de comprimentos de ligação para o composto (d) do Esquema 8 estão na Tabela 6.

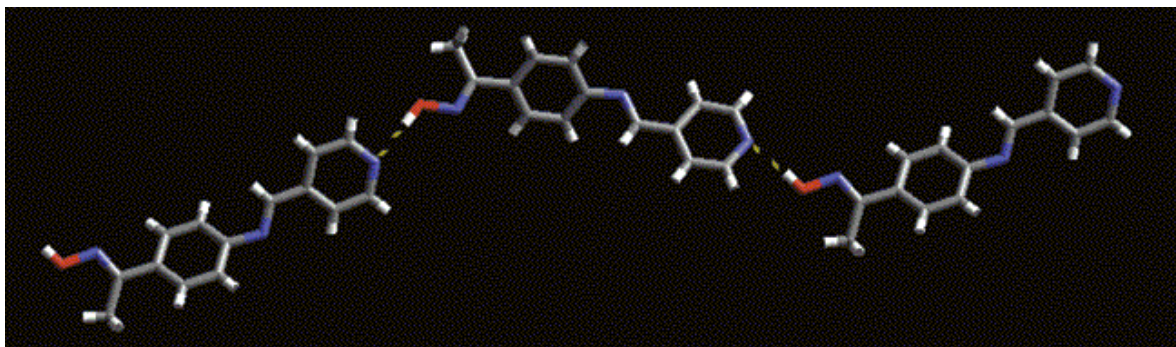


Figura 23: Arranjo 1-D formado pelo composto (d) do Esquema 8 através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H···N.

Tabela 6: Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações de hidrogênio encontradas para o composto (d).

D–H···A	D–H	H···A	D···A	Ângulo D–H···A
O(27)–H(27)···N(1)	1,10	1,75	2,772(6)	151,7
O(47)–H(47)···N(31)	0,92	1,89	2,777(5)	162,2

Em 2008, Autio e colaboradores⁷¹ caracterizaram a estrutura cristalina do composto 4-aminoacetofenona oxima (este composto foi utilizado nesta tese como material de partida para a síntese de alguns pré-ligantes) como mostra a Figura 24.

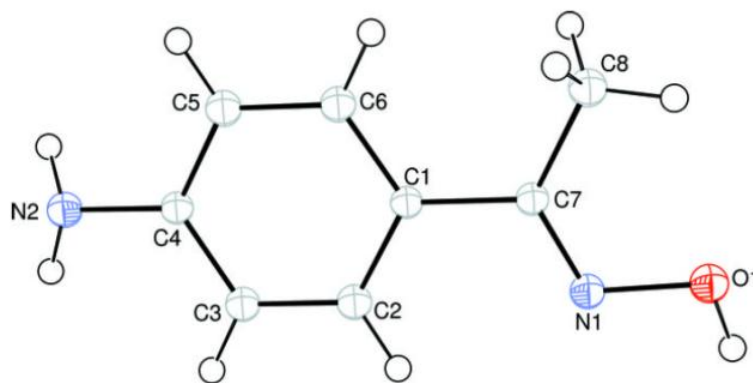


Figura 24: Projeção da estrutura do 4-aminoacetofenona oxima. Elipsóides térmicos com nível de probabilidade de 50%.

O arranjo supramolecular do composto 4-aminoacetofenona oxima é formado através de ligações de hidrogênio clássica entre O–H···N [O1···N2= 2,7919 (14) Å; O1–H1···N2=169,8 (18)°], N–H···O [N2···O1=3,0790 (13) Å; N2–H2N···O1=175,7 (15)°] e N–H···N [N2···N1=3,3000 (14) Å; N2–H2M···N1=141,0 (14)°], mostrado na Figura 25.

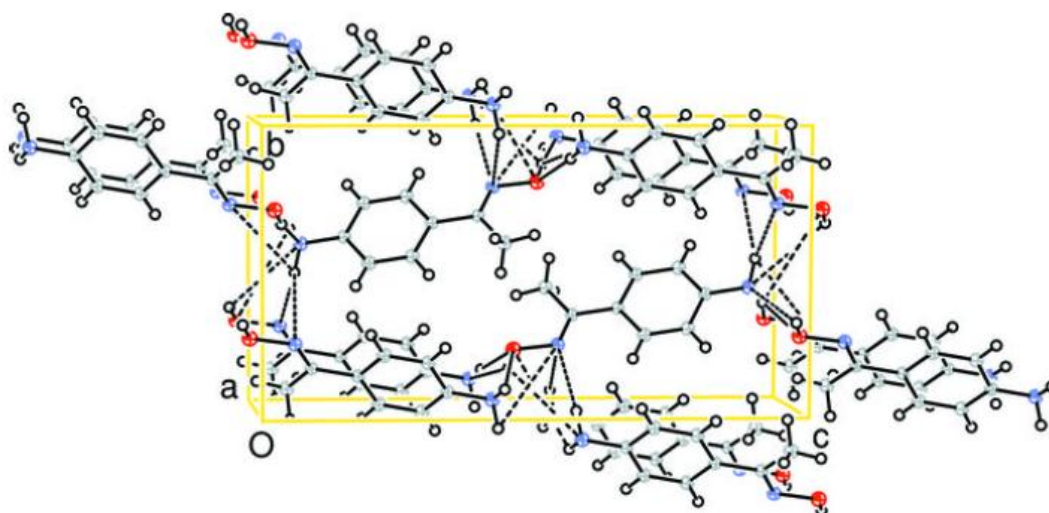


Figura 25: Projeção da estrutura supramolecular 3-D formada pelo composto 4-aminoacetofenona oxima através das ligações de hidrogênio clássicas entre O-H...N, N-H...O e N-H...N.

2.2.4 Compostos triazenos como ligantes na química de coordenação

O hidrogênio ligado ao nitrogênio da cadeia diazoamínica é relativamente ácido e, quando se encontra em pH básico, o nitrogênio perde o próton tornando-se uma excelente base de Lewis. Quando desprotona-se um composto triazeno, tem-se o ânion triazenido, que é formalmente análogo ao ânion nitrito, $[O=N-O]^-$ com relação à carga formal. Os modos de coordenação mais comuns são monodentada aniônica⁷², quelato⁷³ e em ponte⁷⁴, como mostra a Figura 26.

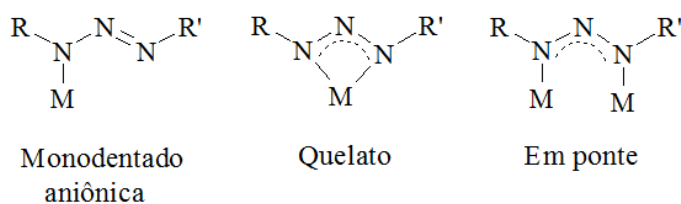


Figura 26: Principais modos de coordenação de compostos triazenidos.

Além dos principais modos de coordenação mostrados na Figura 26, têm-se os modos de coordenação menos comuns mostrados na Figura 27, o monodentado neutro⁷⁵, em ponte do tipo *syn-syn* - $\eta^1: \eta^1: \mu_2$ ^{76,77} e coordenado pelo nitrogênio central⁷⁸.

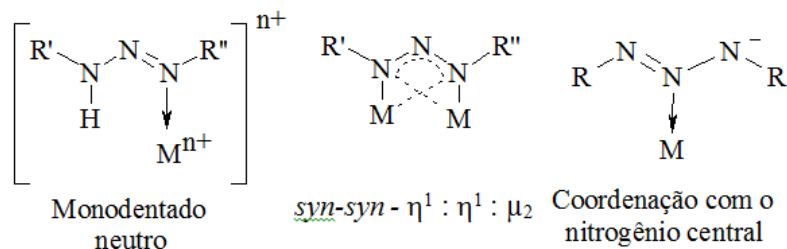


Figura 27: Modos de coordenação menos comuns dos compostos triazenidos.

2.2.5 Complexos triazenidos de mercúrio

O íon metálico mercúrio(II) apresenta na camada de valência dez elétrons ($5d^{10}$) e considerando que não existe efeito de estabilização no campo ligante deste íon, devido a sua camada externa d estar completa, pode-se dizer que a estereoquímica de seus compostos é determinada levando em consideração o seu tamanho, forças eletrostáticas e forças covalentes de ligação⁷⁹.

A maioria dos complexos envolvendo o íon mercúrio(II) e triazenos, apresentam número de coordenação dois, três ou quatro, conforme estruturas genéricas ilustradas na Figura 28, onde X corresponde a co-ligantes que podem ser alquilas, haletos, ou moléculas como piridina, trifenilfosfina, entre outros.

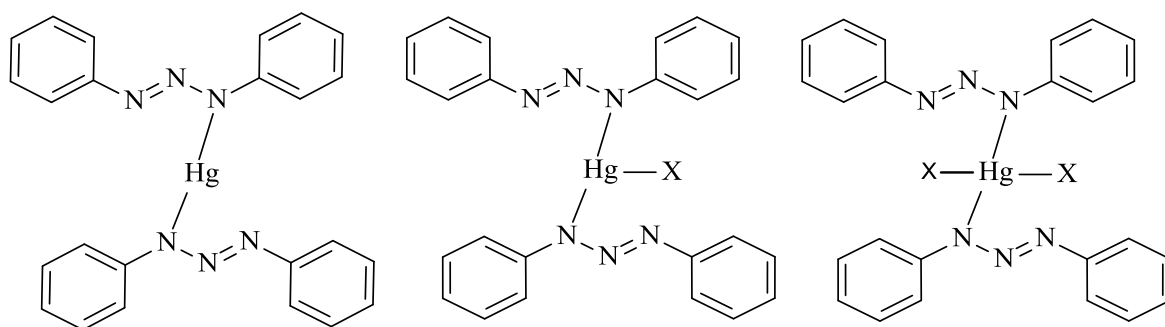


Figura 28: Estruturas genéricas de triazenido complexos contendo o íon mercúrio(II).

A hibridização do íon mercúrio(II) depende de como os ligantes estão arranjados na esfera de coordenação. Encontrando-se na literatura alguns exemplos de compostos com hibridização sp , sp^2 e sp^3 , conforme serão descritos a seguir.

Em 2000, Ledesma⁸⁰ em sua dissertação de mestrado caracterizou o ânion complexo $\{[1,3\text{-bis}(4\text{-nitrofenil})\text{triazenido}]_3\text{Hg}^{\text{II}}\}^-$ e a eletroneutralidade do complexo é satisfeita pela presença do cátion trietilamônio. O cátion Hg^+ encontra-se numa esfera de coordenação tetraédrica distorcida, conforme mostra a Figura 29.

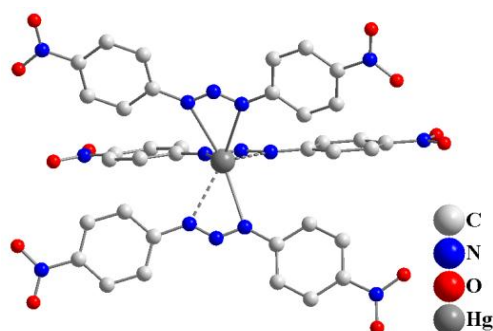


Figura 29: Projeção da estrutura do cátion complexo $\{[1,3\text{-bis}(4\text{-nitrofenil})\text{triazenido}]_3\text{Hg}^{\text{II}}\}^-$.

Hörner, Naue e colaboradores⁸¹ descrevem a estrutura do complexo $[\text{Hg}^{\text{II}}(\text{RPhNNNPhR}')_2\text{py}]$ ($\text{R} = \text{NO}_2, \text{R}' = \text{F}$), que cristaliza no sistema triclinico e grupo espacial $P\bar{1}$ e apresenta geometria na esfera de coordenação do tipo “T”. Este complexo forma um arranjo unidimensional ao longo do eixo cristalográfico $[100]$, através de ligações de hidrogênio não-clássicas $\text{C-H}\cdots\text{O}$. Existe ainda a formação de uma interação entre $\text{Hg}-\eta^2, \eta^2$ -areno π , entre os carbonos C34 e C35 do anel aromático e o íon mercúrio(II) [$\text{Hg}\cdots\text{C34} = 3,570(4) \text{ \AA}$] e [$\text{Hg}\cdots\text{C35} = 3,461(5) \text{ \AA}$], a distância entre o ponto central da ligação C34–C35 e o íon Hg^{2+} é $3,51 \text{ \AA}$. A Figura 30(a) mostra a estrutura do complexo $[\text{Hg}^{\text{II}}(\text{RPhNNNPhR}')_2\text{Py}]$ ($\text{R} = \text{NO}_2, \text{R}' = \text{F}$) e em (b) o arranjo unidimensional ao longo de a .

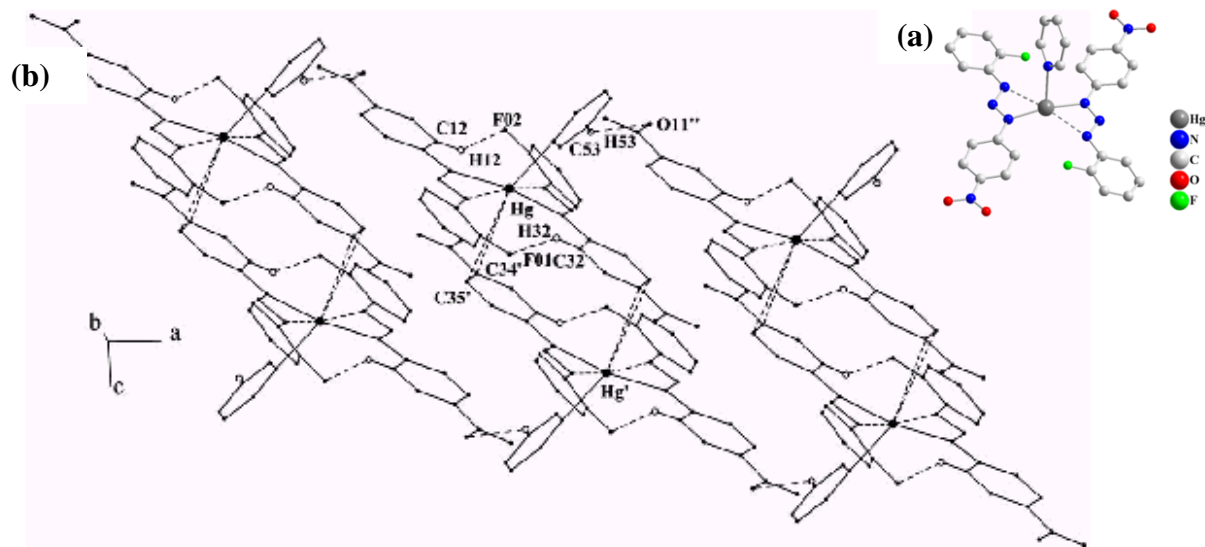


Figura 30: Em (a) a estrutura do complexo $[\text{Hg}^{\text{II}}(\text{RPhNNNPhR}')_2\text{Py}]$ ($\text{R} = \text{NO}_2, \text{R}' = \text{F}$). Em (b) a secção do arranjo unidimensional $\{[\text{Hg}^{\text{II}}(\text{RPhNNNPhR}')_2\text{py}]\}_2$ ($\text{R} = \text{NO}_2, \text{R}' = \text{F}$) ao longo do eixo a .

Hörner e colaboradores⁸² publicaram a estrutura do complexo *bis*{[1,3-(4-bromofenil)triazenido]}mercúrio(II). A estrutura cristalina é composta de moléculas operadas por translação resultando num arranjo unidimensional ao longo do eixo cristalográfico *b* através de interações metal-areno π ($\text{Hg}-\eta^2, \eta^2$) entre o íon Hg(II) e dois átomos de carbono (C21'' e C22'') do anel fenila periférico de dois complexos vizinhos, conforme mostra a Figura 31.

Um complexo envolvendo um pré-ligante biscatenado, o 1,2-bis(feniltriazeno)benzeno, sintetizado e caracterizado por Hörner e colaboradores⁸³ está destacado na Figura 32 onde é possível observar a coordenação do átomo de mercúrio por um dos nitrogênios de uma das cadeias e também pelo oxigênio do íon nitrato, conferindo a estrutura uma coordenação linear.

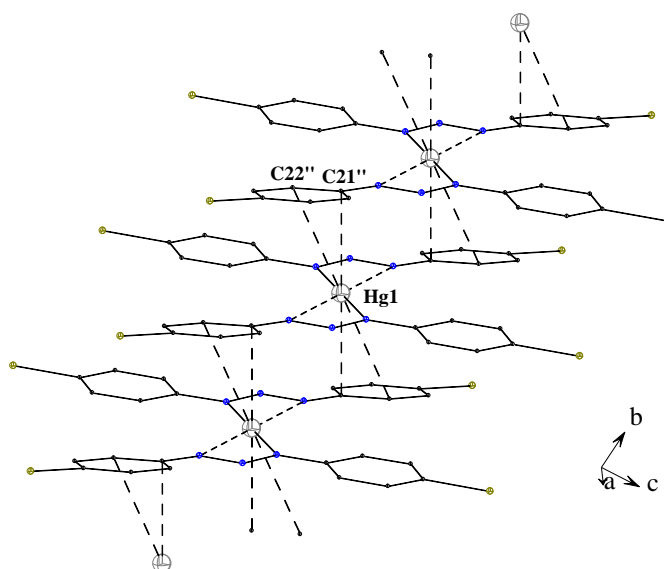


Figura 31: Projeção do arranjo unidimensional de três moléculas do complexo *bis*{[1,3-(4-bromofenil)triazenido]}mercúrio(II) ao longo do eixo cristalográfico *b*. As interações intermoleculares metal-areno π estão representadas por linhas tracejadas.

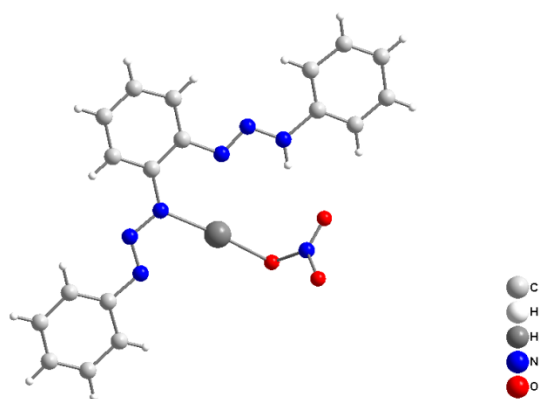


Figura 32: Representação estrutural molecular do complexo triazenido [(1-feniltriazenido)-2-(feniltriazeno)benzeno-*N*)-(nitrato-*O*)-mercúrio(II).

Como último exemplo de complexo triazenidos de mercúrio(II) temos o trabalho de Oliveira⁸⁴ que em sua dissertação de mestrado caracterizou o complexo representado na Figura 33, apresenta o íon mercúrio(II) coordenado por duas moléculas desprotonadas do ligante e ainda uma molécula de trifetilfosfina. Pode-se observar que a presença da molécula de trifetilfosfina provocou uma reorientação espacial dos ligantes triazenidos devido a fatores estéricos do grande volume da trifetilfosfina.

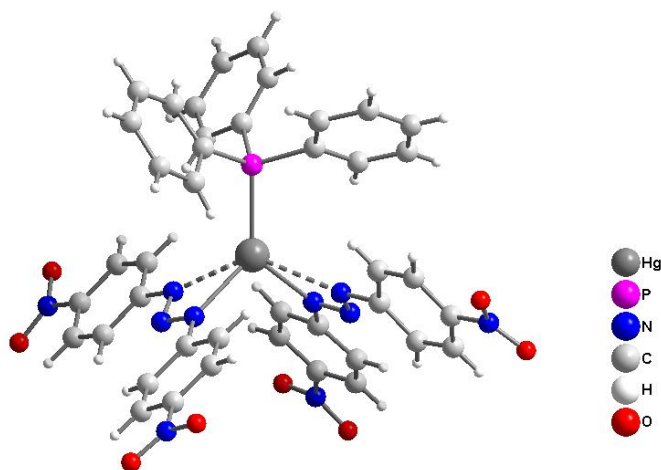


Figura 33: Representação estrutural molecular do complexo $\{Hg(O_2NC_6H_4NNNC_6H_4NO_2)_2[P(C_6H_5)_3]\}$.

Os compostos trizenos, bem como seus complexos metálicos são bem conhecidos e caracterizados por diversas técnicas. Suas potenciais propriedades e utilidades estão sendo exploradas extensivamente por nosso grupo de pesquisa (NITriCo).

A escolha de um substituinte oxima $[-(CH_3)C=N-OH]$ foi estratégica para o estudo do arranjo molecular no estado sólido devido sua habilidade em formar ligações de hidrogênio. Como visto nesta revisão, existem muitos exemplos da utilização de grupos oximas no estudo destes no estado sólido, mas não há na literatura nenhum exemplo do uso de substituintes oxima em compostos trizeno.

CAPÍTULO 3. PARTE EXPERIMENTAL

3.1 Materiais e métodos

3.1.1 Reagentes e solventes

Todos os solventes e reagentes utilizados apresentaram padrão P.A. e foram adquiridos comercialmente.

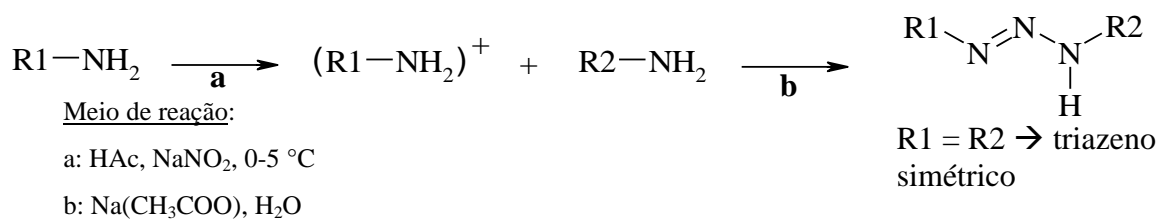
3.1.2 Procedimentos experimentais de síntese dos compostos

3.1.2.1 Síntese das oximas utilizadas como material de partida para a síntese dos pré-ligantes triazenos

Sintetizou-se dois compostos oximas, o 1-(4-aminofenil)etanona oxima e 1-(3-aminofenil)etanona oxima. O procedimento de síntese é o mesmo para os dois compostos e foram feitos de acordo com a metodologia descrita por Aakeröy⁷⁰, mudando-se o solvente de etanol para água e o sal carbonato de sódio para o hidróxido de potássio. Dissolveu-se a aminoacetofenona (1,0 g; 7,4 mmol) em água destilada (30 mL) sob aquecimento a 70 °C. Adicionou-se à solução, cloridrato de hidroxilamina (0,52 g; 7,4 mmol) e em seguida o hidróxido de potássio (0,415 g; 7,4 mmol). Deixou-se a reação sob refluxo por ½ hora. Filtrou-se a solução ainda quente para um erlenmeyer em banho de gelo para a formação de um precipitado branco cristalino em forma de agulhas. Para o 1-(4-aminofenil)etanona oxima [0,96 g; rendimento: 87 %; P. F.: 150-152°C; IR_{KBr}(cm⁻¹): 3176 (F; ν_{O-H}); 1514 (F; ν_{C=N}) e 1604 (F; ν_{C=C})]. Para a 1-(3-aminofenil)etanona oxima [(0,91 g; rendimento: 82 %; P. F.: 130-132 °C); IR_{KBr}(cm⁻¹): 3163 (F; ν_{O-H}); 1490 (F; ν_{C=N}) e 1581 (F; ν_{C=C})].

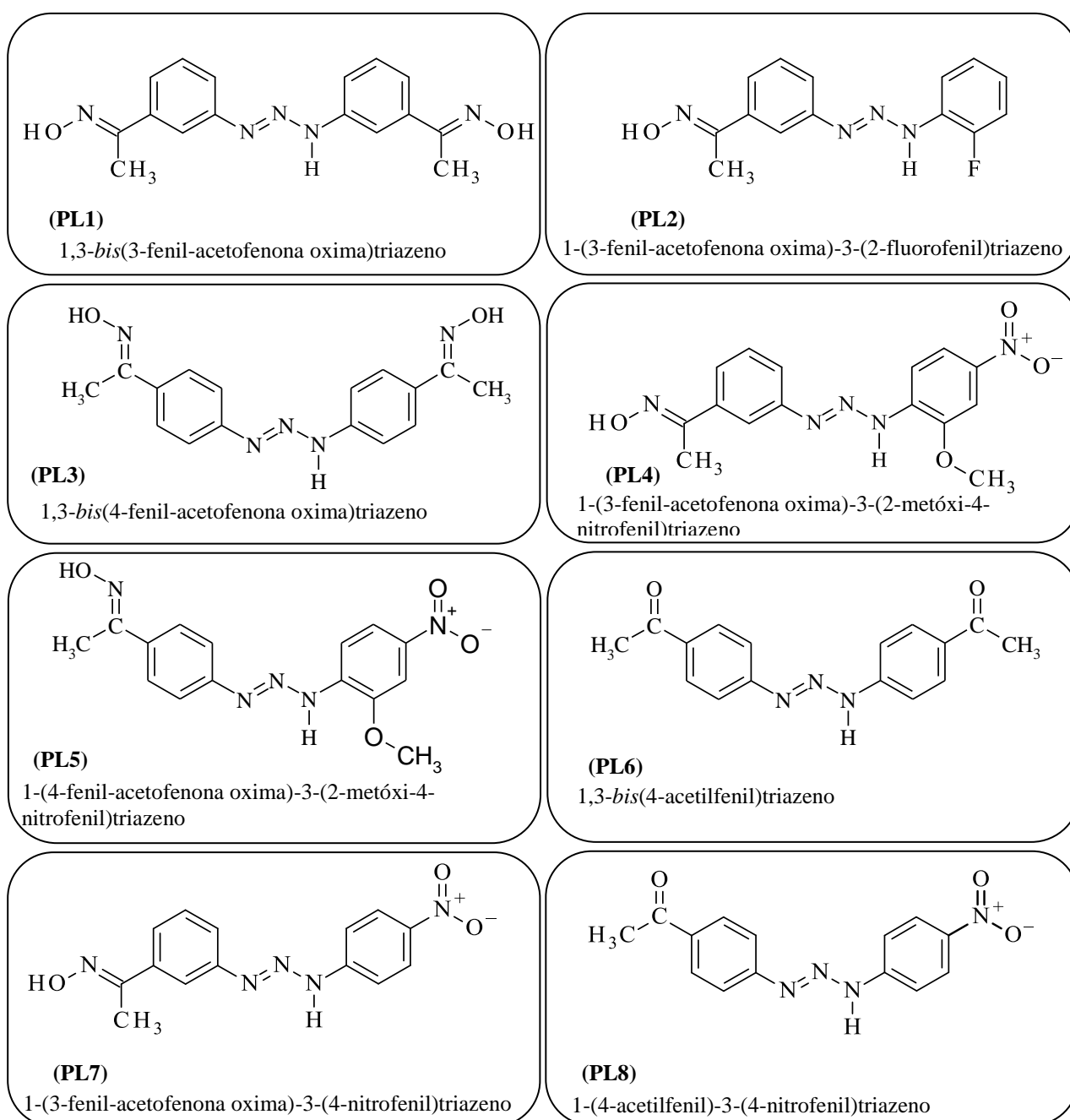
3.1.2.2 Síntese dos pré-ligantes triazenos

Os pré-ligantes triazenos foram sintetizados a partir da reação de diazotação em meio ácido de uma amina com nitrito de sódio (proporção 1:1 para triazenos assimétricos e 2:1 para simétricos) em temperatura entre 0-5 °C, conforme Esquema 9. O pré-ligante 1,3-bis(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno foi sintetizado de acordo com a técnica descrita por Willis⁶⁵ em sua tese de doutorado.



Esquema 9: Reação de obtenção dos pré-ligantes triazenos.

As fórmulas estruturais, nomes e denominação de cada pré-ligante estão no Esquema 10.



Esquema 10: Fórmulas estruturais dos pré-ligantes PL1–PL8.

3.1.2.2.1 Síntese do 1,3-bis(3-fenil-acetofenona oxima)triazeno (PL1)

3-aminoacetofenona oxima (1 g; 6,67 mmol) foi dissolvida em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriada até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (0,230 g; 3,33 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente em constante agitação. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado foi separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F. = 169-171 °C; Rendimento experimental = 37% (relativo a 3-aminoacetofenona oxima). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3208 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1415 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1239 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1207 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1592 (m; $\nu_{\text{C=C}}$). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 360 nm; $\epsilon = 20350 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_2$): C=61,7%; H=5,5%; N=22,5% (Teórico); C=61,04%; H=5,40%; N=21,00% (Observado). RMN ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_5 , padrão SiMe_4): 12,5 (br, s, 1H, NH); 11,3 (s, 2H, OH); 7,4-7,7 (m, 8H, -Ph); 2,2 (s, 6H, C- CH_3).

3.1.2.2.2 1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-fluorofenil)triazeno (PL2)

3-aminoacetofenona oxima (1,55 g; 10,35 mmol) foi dissolvido em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriado até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (0,715 g; 10,35 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente em constante agitação. Após 15 minutos da adição de nitrito de sódio, a 2-fluoranilina (1,151 g; 10,35 mmol) foi adicionada. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F.=138-140 °C; Rendimento experimental = 78,86% (relativo a 3-aminoacetofenona oxima). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3187 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1394 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1237 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1199 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1610 (m; $\nu_{\text{C=C}}$); 1276 (m; $\nu_{\text{C-F}}$). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 355,5 nm; $\epsilon = 20992 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{FN}_4\text{O}$): C=61,8%; H=4,8%; N=20,6% (Teórico); C=61,72%; H=4,34%; N=20,49% (Observado). RMN ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_5 , padrão SiMe_4): 12,6 (br, s, 1H, NH); 11,2 (br, s, 1H, OH); 7,2-7,7 (m, 8H, -Ph) ; 2,2 (s, 3H, C- CH_3).

3.1.2.2.3 1,3-bis(4-fenil-acetofenona oxima)triazeno (PL3)

4-aminoacetofenona oxima (1 g; 6,67 mmol) foi dissolvido em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriado até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (0,230 g; 3,33 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente, em constante agitação. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado foi separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F.= 202-204 °C; Rendimento experimental = 37% (relativo a 3-aminoacetofenona oxima). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3200 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1402 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1260 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1198 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1603 (m; $\nu_{\text{C=C}}$). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 376,2 nm; $\epsilon = 34057 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_2$): C=61,7%; H=5,5%; N=22,5%; (Teórico); C=61,25%; H=5,36%; N=22,15% (Observado). RMN ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_5 , padrão SiMe_4): 12,4 (br, s, 1H, NH); 11,0 (br, s, 2H, OH); 7,5-7,7 (m, 8H, -Ph); 2,2 (s, 6H, C- CH_3).

3.1.2.2.4 1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno (PL4)

2-metóxi-4-nitroanilina (1,0 g; 5,95 mmol) foi dissolvido em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriado até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (0,414 g; 5,95 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente, em constante agitação. Após 15 minutos da adição de nitrito de sódio, a 3-aminoacetofenona oxima (0,89 g; 5,95 mmol) foi adicionada. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado foi separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F.=170-172 °C; Rendimento experimental = 88,7% (relativo a 3-aminoacetofenona oxima). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3273 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1416 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1258 (F, $\nu_{\text{C-N}}$); 1216 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1593 (m; $\nu_{\text{C=C}}$); 1337 (MF; ν_{NO_2}). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 400 nm; $\epsilon = 8653 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_5\text{O}_4$): C=54,7%; H=4,6%; N=21,3% (Teórico); C=53,98%; H=4,46%; N=20,91% (Observado). RMN ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_5 , padrão SiMe_4): 12,2 (br, s, 1H, NH); 11,2 (br, s, 1H, OH); 7,4-7,9 (m, 7H, -Ph); 4,0 (s, 3H, O- CH_3); 2,2 (s, 3H, C- CH_3).

3.1.2.2.5 1-(4-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno (PL5)

2-metóxi-4-nitroanilina (1,0 g; 5,95 mmol) foi dissolvido em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriado até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (0,414 g; 5,95 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente, em constante agitação. Após 15 minutos da adição de nitrito de sódio, a 4-aminoacetofenona oxima (0,89 g; 5,95 mmol) foi adicionada. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado foi separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F.= 178-180 °C; Rendimento experimental = 92,91% (relativo a 4-aminoacetofenona oxima). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3294 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1411 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1257 (F, $\nu_{\text{C-N}}$); 1218 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1594 (m; $\nu_{\text{C=C}}$); 1336 (MF; ν_{NO_2}). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 408 nm; $\epsilon = 29557 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_5\text{O}_4$): C=54,7%; H=4,6%; N=21,3% (Teórico); C=54,40%; H=4,52%; N=20,90% (Observado). RMN ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_5 , padrão SiMe_4): 12,2 (br, s, 1H, NH); 11,3 (br, s, 1H, OH); 7,6-7,9 (m, 7H, -Ph); 4,0 (s, 3H, O- CH_3); 2,2 (s, 3H, C- CH_3).

3.1.2.2.6 1,3-bis(4-acetilfenil)triazeno (PL6)

Este pré-ligante foi sintetizado de acordo com Walton e colaboradores⁶¹. 4-aminoacetofenona (1 g; 28,43 mmol) foi dissolvido em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriado até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (0,98 g; 14,22 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente, em constante agitação. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado foi separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F.=188-190 °C; Rendimento experimental = 37% (relativo a 4-aminoacetofenona). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3197 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1398 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1247 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1197 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1599 (m; $\nu_{\text{C=C}}$); 1672 (m; $\nu_{\text{C=O}}$). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 381 nm; $\epsilon = 37840 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$): C=68,3%; H=5,4%; N=14,9% (Teórico); C=67,96%; H=5,30%; N=14,86% (Observado). RMN ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_5 , padrão SiMe_4): 12,9 (br, s, 1H, NH); 7,6-8,0 (m, 8H, -Ph); 2,6 (s, 6H, CH_3).

3.1.2.2.7 1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(4-nitrofenil)triazeno (PL7)

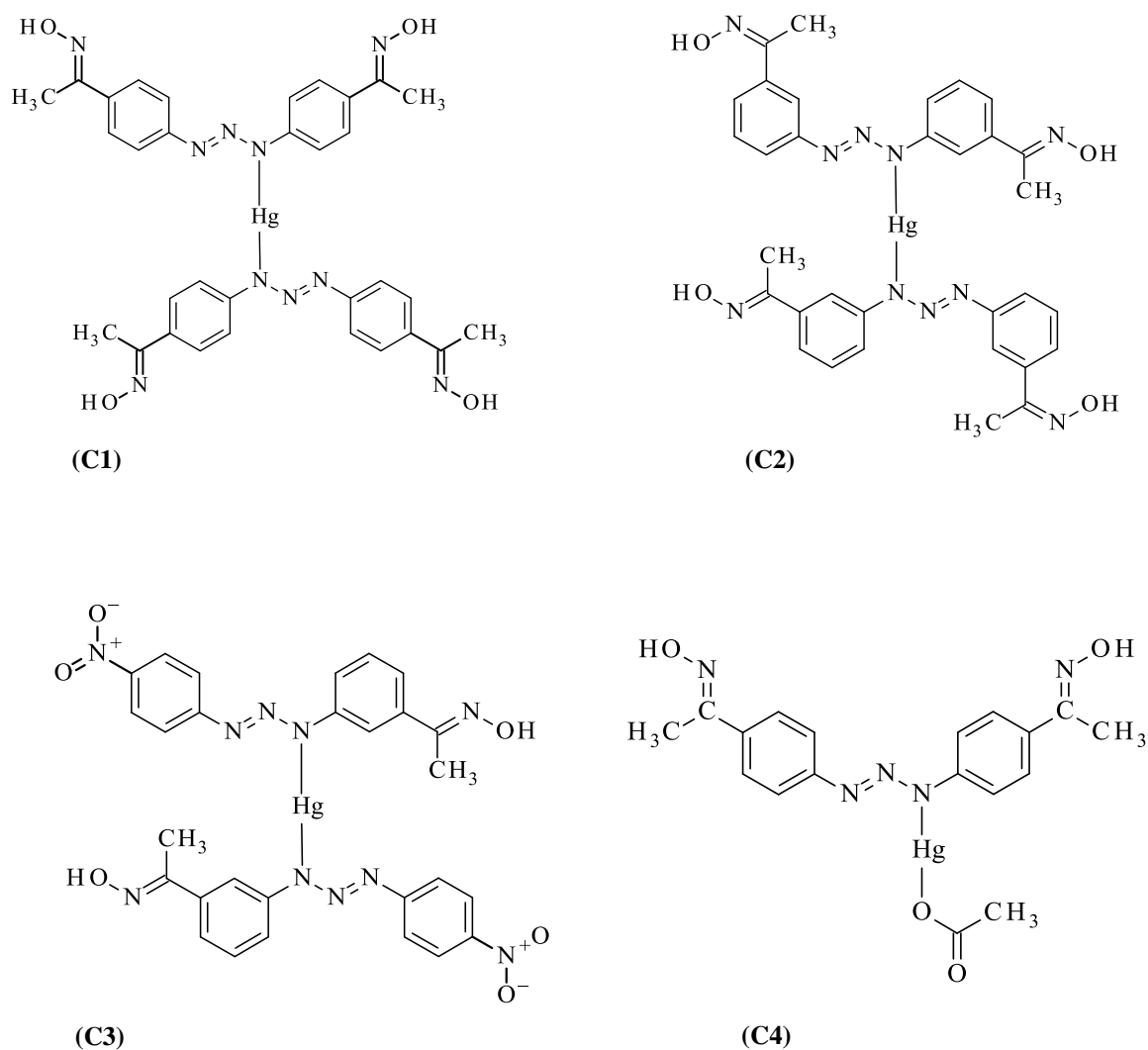
4-nitroanilina (0,5 g; 3,62 mmol) foi dissolvido em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriado até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (0,250 g; 3,62 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente, em constante agitação. Após 15 minutos da adição de nitrito de sódio, a 3-aminoacetofenona oxima (0,54 g; 3,62 mmol) foi adicionada. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado foi separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F.=180-182 °C; Rendimento experimental = 91,41% (relativo a 3-aminoacetofenona oxima). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3282 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1425 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1247 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1189 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1596 (m; $\nu_{\text{C=C}}$); 1336 (MF; ν_{NO_2}). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 397,5 nm; $\epsilon = 27839 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}_3$): C=56,2%; H=4,4%; N=23,4% (Teórico); C=54,94%; H=4,39%; N=22,94% (Observado). (400 MHz, DMSO- d_5 , padrão SiMe_4): 13,0 (br, s, 1H, NH); 11,3 (br, s, 1H, OH); 7,5-8,2 (m, 8H, -Ph); 2,2 (s, 3H, C- CH_3).

3.1.2.2.8 1-(4-acetilfenil)-3-(4-nitrofenil)triazeno (PL8)

4-nitroanilina (2 g; 14,5 mmol) foi dissolvido em solução aquosa de ácido acético glacial (20 mL; 30% v/v) e resfriado até entre 0-5 °C. Uma solução de nitrito de sódio (1 g; 14,5 mmol) em água (10 mL) foi adicionada lentamente, em constante agitação. Após 15 minutos da adição de nitrito de sódio, a 4-aminoacetofenona (2,17 g; 14,5 mmol) foi adicionada. A mistura de reação de cor amarelada foi precipitada com solução aquosa saturada de acetato de sódio até formação de um precipitado amarelado. O produto amarelado foi separado por filtração e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. P.F.=125-127 °C; Rendimento experimental = 81,17% (relativo a 4-nitroanilina). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3219 (F, $\nu_{\text{N-H}}$); 1445 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1181 (f, $\nu_{\text{C-N}}$); 1114 (F, $\nu_{\text{N-N}}$); 1599 (m; $\nu_{\text{C=C}}$); 1632 (m; $\nu_{\text{C=O}}$); 1301 (MF; ν_{NO_2}). UV-VIS, $\lambda_{\text{max, (MeOH)}}$: 372,5 nm; $\epsilon = 36717 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Análise Elementar ($\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3$): C=59,2%; H=4,3%; N=19,7% (Teórico); C=54,21%; H=4,40%; N=19,18% (Observado).

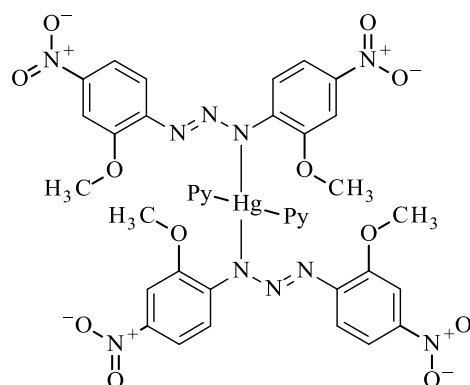
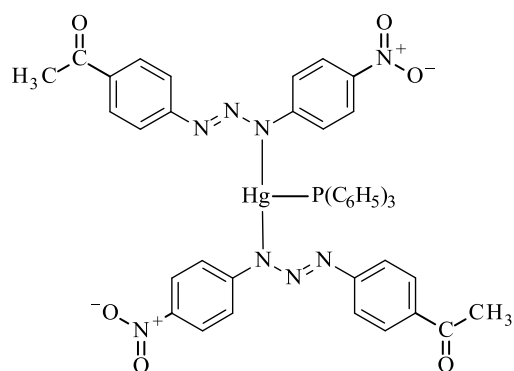
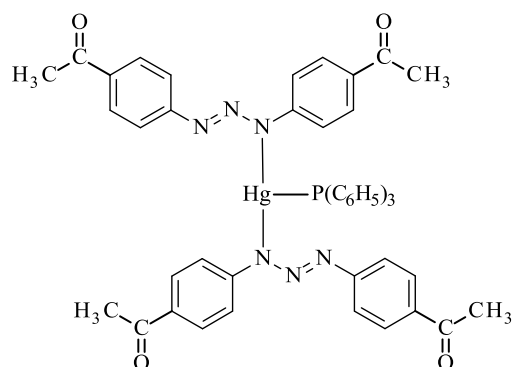
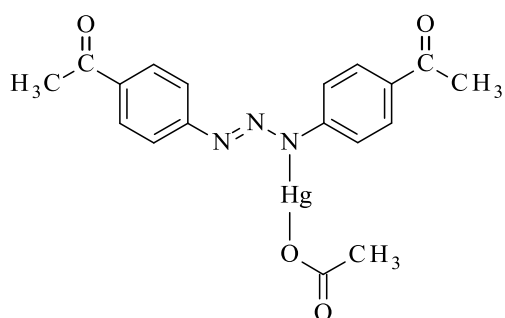
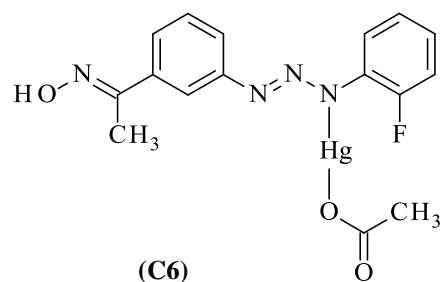
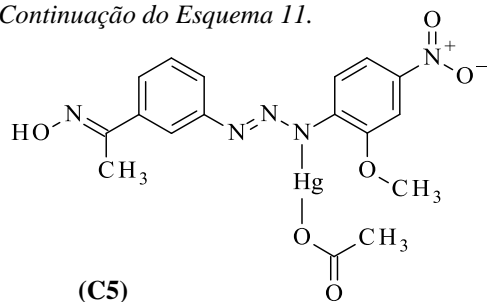
3.1.2.3 Síntese dos complexos de mercúrio(II)

Para a síntese dos complexos de mercúrio(II) utilizou-se como reagente limitante o acetato de mercúrio(II). De modo geral, dissolveu-se o pré-ligante em um balão de fundo redondo em um solvente (metanol ou acetona; 15-20 mL) e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L) por alguns minutos e observou-se a mudança de cor do amarelado para avermelhado. Após adiciona-se o acetato de mercúrio(II) dissolvido em metanol (3-5 mL). Os compostos sintetizados estão no Esquema 11.



Esquema 11: Fórmulas estruturais dos complexos C1-C10.

Continuação do Esquema 11.



3.1.2.3.1 bis[1,3-bis(4-fenilacetofenona oxima)triazenido]mercúrio(II): C1

1,3-bis(4-fenilacetofenona oxima)triazeno (PL3) (0,0620 g; 0,1 mmol) foi dissolvido em 15 mL de metanol a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (0,0318 g; 0,05 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando um precipitado amarelado. O sólido foi filtrado e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. Cristais de C1 foram obtidos após evaporação lenta de 67 mg de C1 solubilizados em 15 mL de

dimetildulfóxido. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 81,88% (pó); 8,55% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3239 ($\nu_{\text{O-H}}$); 1424 (F, $\nu_{\text{N=N}}$); 1283 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1181 (F, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.2 *bis*[1,3-*bis*(3-fenilacetofenona oxima)triazenido]mercúrio(II): **C2**

1,3-*bis*(3-fenilacetofenona oxima)triazeno (PL1) (0,062 mg; 0,1 mmol) foi dissolvido em 15 mL de metanol a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (0,0318 mg; 0,05 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando um precipitado amarelado. O sólido foi filtrado e seco sob vácuo na presença de dessecante cloreto de cálcio. Cristais de C2 foram obtidos após evaporação lenta de 73 mg de C2 solubilizados em 15 mL de dimetildulfóxido. P.F.=210-212 °C. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 89,22% (pó); 11% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3250 ($\nu_{\text{O-H}}$); 1441 (f, $\nu_{\text{N=N}}$); 1268 (F, $\nu_{\text{C-N}}$); 1205 (F, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.3 *bis*[3-(4-fenilacetofenona oxima)-1-(4-nitrofenil)-triazenido]mercúrio(II): **C3**

1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(4-nitrofenil)triazeno (PL7) (120 mg; 0,4 mmol) foi dissolvido em 15 mL de metanol a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do alaranjado para o avermelhado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (64 mg; 0,2 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando um precipitado alaranjado. O sólido foi filtrado e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. Cristais de C3 foram obtidos após evaporação lenta de 73 mg de C3 solubilizada em 15 mL de dimetildulfóxido. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 89,22% (pó); 11% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3241 ($\nu_{\text{O-H}}$); 1423 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1242 (F, $\nu_{\text{C-N}}$); 1190 (F, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.4 {[1,3-*bis*(4-fenilacetofenona oxima)triazenido]}(acetato)mercúrio(II): **C4**

1,3-*bis*(4-fenil-acetofenona oxima)triazeno (PL3) (63 mg; 0,20 mmol) foi dissolvido em 15 mL de acetona a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução

metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (64,5 mg; 0,20 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando uma solução límpida amarelada. Cristais de C4 foram obtidos após evaporação lenta da solução-mãe. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 7,5% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3289 ($\nu_{\text{O-H}}$); 1422 (MF, $\nu_{\text{N=N}}$); 1694 (MF, $\nu_{\text{C=O}}$); 1283 (F, $\nu_{\text{C-N}}$); 1200 (F, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.5 {[1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(2-metoxi-4-nitrofenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}: **C5**

1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno (PL4) (66 mg; 0,20 mmol) foi dissolvido em 15 mL de acetona a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do alaranjado para o avermelhado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (64 mg; 0,20 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando uma solução límpida alaranjada. Cristais de C5 foram obtidos após evaporação lenta da solução-mãe. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 10% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 3429 ($\nu_{\text{O-H}}$); 1639 (MF, $\nu_{\text{C=O}}$); 1414 (F, $\nu_{\text{N=N}}$); 1240 (f, $\nu_{\text{C-N}}$); 1152 (f, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.6 {[1-(3-fenilacetofenona oxima)-3-(2-fluorofenil)triazenido](acetato)mercúrio(II)}: **C6**

1-(3-fenil-acetofenona oxima)-3-(2-fluorofenil)triazeno (PL2) (55 mg; 0,20 mmol) foi dissolvido em 15 mL de acetona a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (64 mg; 0,20 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando uma solução límpida amarelada. Cristais de C6 foram obtidos após evaporação lenta da solução-mãe. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 13% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): ausente ($\nu_{\text{N-H}}$); 1649 (MF, $\nu_{\text{C=O}}$); 1438 (F, $\nu_{\text{N=N}}$); 1235 (F, $\nu_{\text{C-N}}$); 1195 (F, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.7 {[1,3-*bis*(4-acetilfenil)triazenido]}(acetato)mercúrio(II)}: **C7**

1,3-*bis*(4-acetilfenil)triazeno (PL6) (57 mg; 0,20 mmol) foi dissolvido em 15 mL de acetona a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (64,5 mg; 0,20 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando uma solução límpida amarelada. Cristais de C7 foram obtidos após evaporação lenta da solução-mãe. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 8% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 1678 ($\nu_{\text{C=O}}$); 1428 (F, $\nu_{\text{N=N}}$); 1269 (F, $\nu_{\text{C-N}}$); 1204 (F, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.8 *bis*{[1,3-*bis*(4-acetilfenil)triazenido]}(trifenilfosfina)mercúrio(II)}: **C8**

1,3-*bis*(4-acetilfenil)triazeno (PL6) (70 mg; 0,25 mmol) foi dissolvido em 15 mL de metanol, sob aquecimento de 60 °C, e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (36,7 mg; 0,125 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando uma solução límpida amarelada. Em seguida, uma solução de trifetilfosfina (32,5 mg; 0,125 mmol), solubilizada em metanol foi adicionada no meio de reação, formando um precipitado de cor amarelado. O sólido foi filtrado e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. Cristais de C8 foram obtidos após evaporação lenta de 128 mg de C8, solubilizado em 15 mL de piridina. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 79,5% (pó); 9,3% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 1673 (m, $\nu_{\text{C=O}}$); 1435 (F, $\nu_{\text{N=N}}$); 1265 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1146 (MF, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.9 *bis*{[1-(4-acetilfenil)-3-(4-nitrofenil)triazenidos]}(trifenilfosfina)mercúrio(II)}: **C9**

1-(4-acetilfenil)-3-(4-nitrofenil)triazeno (PL8) (57 mg; 0,20 mmol) foi dissolvido em 15 mL de metanol, sob aquecimento de 60 °C, e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (32 mg; 0,10 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionada à mistura, formando uma solução límpida amarelada. Em seguida, uma solução de trifetilfosfina (26,5 mg; 0,10 mmol) solubilizada em metanol foi

adicionada no meio de reação, formando um precipitado de cor alaranjado. O sólido foi filtrado e seco sob vácuo, na presença de dessecante cloreto de cálcio. Cristais de C9 foram obtidos após evaporação lenta de 58 mg de C8 solubilizados em 15 mL de piridina. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 72,3% (pó); 21,2% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 1672 ($\nu_{\text{C=O}}$); 1437 (f, $\nu_{\text{N=N}}$); 1261 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1214 (MF, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.1.2.3.10 *bis*{[1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazenido](piridina)mercúrio(II)}: **C10**

1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno⁶⁵ (57 mg; 0,20 mmol) foi dissolvido em 20 mL de metanol a temperatura ambiente e desprotonou-se com 0,5 mL de solução metóxido de sódio (5 mol/L), até não se observar mais mudança de coloração do amarelado para o alaranjado. Uma solução de acetato de mercúrio(II) (32 mg; 0,10 mmol) foi dissolvida em 5 mL de metanol e adicionado ao meio de reação, formando uma solução límpida amarelada. Em seguida, adicionou-se 10 mL de piridina, observando mudança de cor do alaranjado para o avermelhado, permanecendo a solução límpida avermelhada. Cristais de C10 foram obtidos após evaporação lenta da solução-mãe. Rendimento experimental (relativo ao acetato de mercúrio): 47,5% (cristais). Infravermelho, principais absorções (cm^{-1}): 1423 (f, $\nu_{\text{N=N}}$); 1241 (MF, $\nu_{\text{C-N}}$); 1161 (MF, $\nu_{\text{N-N}}$).

3.2 Ponto de Fusão

Os compostos obtidos neste trabalho foram caracterizados por ponto de fusão, utilizando-se um aparelho Mel-Temp II pertencente à Universidade Federal de Santa Maria (UFSM). Os dados para os pré-ligantes estão na Tabela 8 e para os complexos na Tabela 9.

3.3 Análise Elementar

As análises elementares de carbono, nitrogênio e hidrogênio foram realizados pela Central Analítica do IQ-USP (Universidade de São Paulo – SP) utilizando um equipamento Perkin-Elmer CHN 2400.

3.4 Espectroscopia vibracional na região do infravermelho

Os espectros de absorção no infravermelho foram realizados na forma de solução sólida em KBr, utilizando-se de 3 a 5 mg de amostra por 100 mg de KBr. O aparelho utilizado foi um espectrofotômetro *Bruker Tensor 27* que abrange uma janela espectral de 370–4000 cm^{-1} , pertencente à Universidade Federal de Santa Maria (UFSM). Os dados para os pré-ligantes estão na Tabela 8 e para os complexos na Tabela 9.

3.5 Análise Termogravimétrica

As análises termogravimétricas foram realizada em um equipamento DTG-60WS da marca Shimadzu pertencente à Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), utilizando-se uma velocidade de aquecimento de 10 °C por minuto e atmosfera inerte de N_2 (50 mL min^{-1}) como condições para todos os compostos analisados. Os pré-ligantes analisados foram conduzidos de 25 °C até 400 °C e os complexos analisados foram conduzidos de 25 °C até 700 °C.

3.6 Espectroscopia de ressonância magnética nuclear ^1H

Os espectros de RMN ^1H dos pré-ligantes foram obtidos em um espectrômetro Bruker DPX-400, localizado no Departamento de Química da Universidade Federal de Santa Maria. Os deslocamentos químicos (δ) foram registrados em ppm. Para os dados de ^1H utilizou-se tubos de 5,0 mm de espessura e temperatura de 300K para os pré-ligantes dissolvidos em DMSO deuterado.

3.7 Espectroscopia eletrônica na região do ultravioleta e visível

Os espectros de UV/Visível foram obtidos em espectrofotômetro 1650 PC Shimadzu pertencente à Universidade Federal de Santa Maria (UFSM).

Foi preparada uma solução metanólica de concentração conhecida de cada composto, 3 mL desta solução foi transferida para a célula espectrofotométrica de quartzo de caminho óptico de 1,0 cm para a determinação da absorvidade molar (ϵ) da banda mais intensa presente nos espectros. Após a tomada do primeiro espectro, seguiu-se adicionando alíquotas conhecidas de metanol. Na Tabela 7 estão os valores das absorbâncias para a banda de maior

absorção ($\lambda_{\text{máximo}}$). Na Figura 34 estão os espectros dos compostos e a reta obtida com os dados de absorvâncias versus concentração para o cálculo do coeficiente de absorvidade molar (ϵ).

Tabela 7: Concentrações (mol L^{-1}) e valores de absorvância para os comprimentos de onda mais intensos dos pré-ligantes PL1–PL8.

		PL1		PL2		PL3	
Amostra	[] mol/L	$\lambda_{\text{máx}}$ 360 nm	[] mol/L	$\lambda_{\text{máx}}$ 355,5 nm	[] mol/L	$\lambda_{\text{máx}}$ 376,2 nm	
1	0,0001	2,0476	0,00005	1,036	0,00002	0,7292	
2	0,00009	1,7947	0,0000465	0,9702	0,000016	0,5179	
3	0,00008	1,6716	0,0000434	0,9083	0,000012	0,3842	
4	0,00007	1,4211	0,0000408	0,8604	0,000008	0,2531	
5	0,00006	1,2012	0,0000384	0,8121	0,000004	0,1162	
6	-	-	0,0000363	0,769	-	-	
7	-	-	0,0000344	0,7269	-	-	
8	-	-	0,0000327	0,6946	-	-	
		PL4		PL5		PL6	
Amostra	[] (mol/L)	$\lambda_{\text{máx}}$ 400 nm	[] (mol/L)	$\lambda_{\text{máx}}$ 408 nm	[] mol/L	$\lambda_{\text{máx}}$ 381 nm	
1	0,0001	0,8718	0,00003	0,8846	0,00002	0,7415	
2	0,000093	0,8049	0,0000279	0,8215	0,00003	1,1649	
3	0,0000869	0,7559	0,000026	0,7693	0,00004	1,5402	
4	0,0000816	0,7045	0,0000244	0,7273	0,00005	1,9666	
5	0,0000769	0,6665	0,000023	0,6864	0,00006	2,1807	
6	0,0000727	0,6259	0,0000218	0,6418	-	-	
7	0,0000689	0,59	0,00002068	0,6084	-	-	
8	0,0000655	0,5623	0,00001967	0,5786	-	-	
		PL7		PL8		1,3-bis(fenil)triazeno	
Amostra	[] (mol/L)	$\lambda_{\text{máx}}$ 397,5 nm	[] (mol/L)	$\lambda_{\text{máx}}$ 372,5 nm	[] (mol/L)	$\lambda_{\text{máx}}$ 354,5 nm	
1	0,00003	0,8291	0,000025	0,8975	0,00002	1,0818	
2	0,000027907	0,7778	0,000023256	0,8429	0,0000186047	1,0038	
3	0,000026087	0,729	0,000021739	0,7939	0,0000173913	0,9414	
4	0,000024489	0,6846	0,000020408	0,7517	0,0000163265	0,8899	
5	0,000030769	0,6448	0,000019231	0,7124	0,0000153846	0,8361	
6	0,000021818	0,6079	0,000018282	0,6772	0,0000145455	0,7938	
7	0,000020689	0,5801	0,000017241	0,644	0,0000137931	0,7572	
8	0,000019354	0,5319	0,000016129	0,6124	0,0000131148	0,7192	

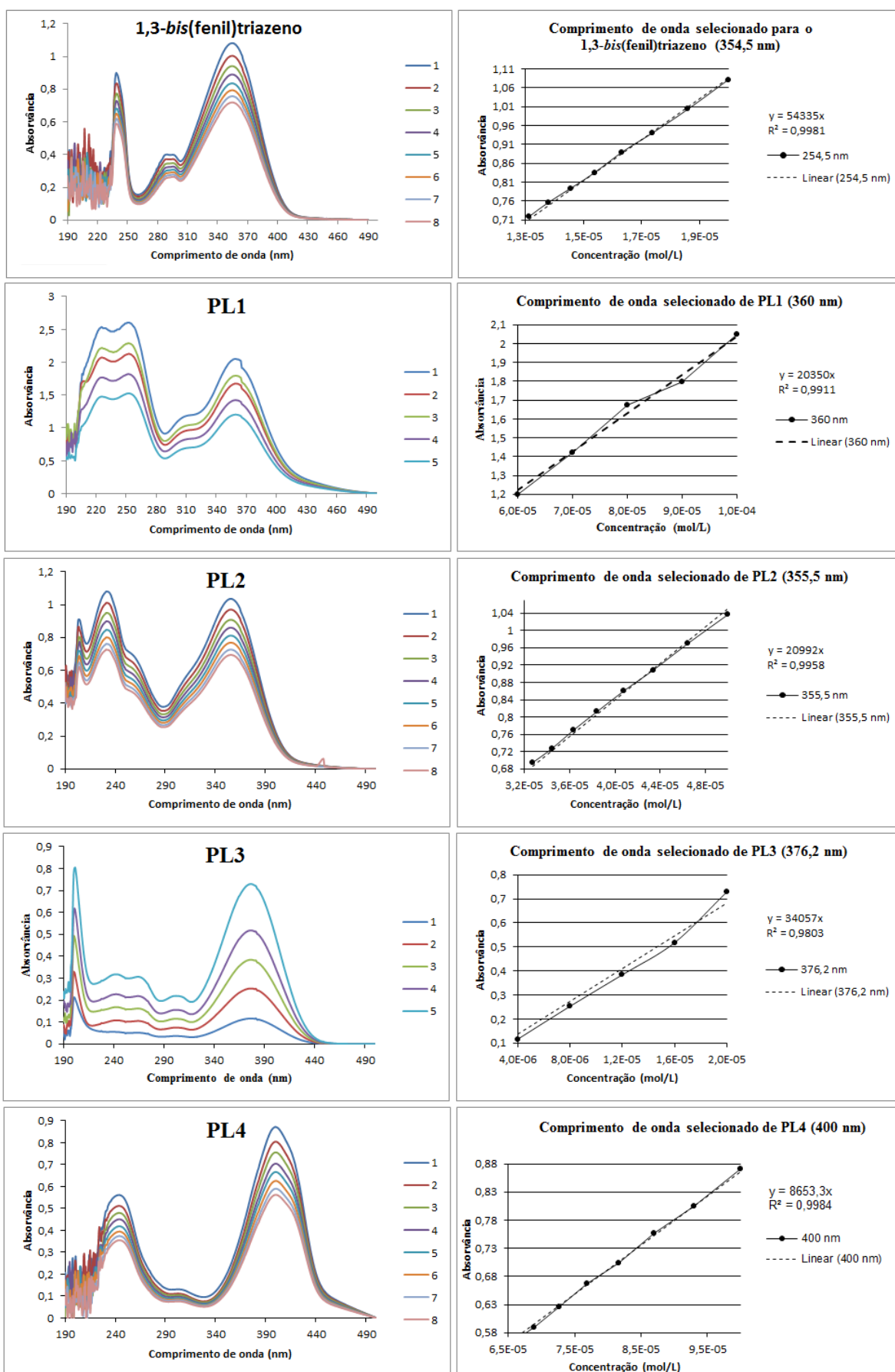


Figura 34: Espectros eletrônicos dos pré-ligantes em diferentes concentrações (esquerda) e curva de calibração do cálculo do ϵ (direita).

Continuação da Figura 34.

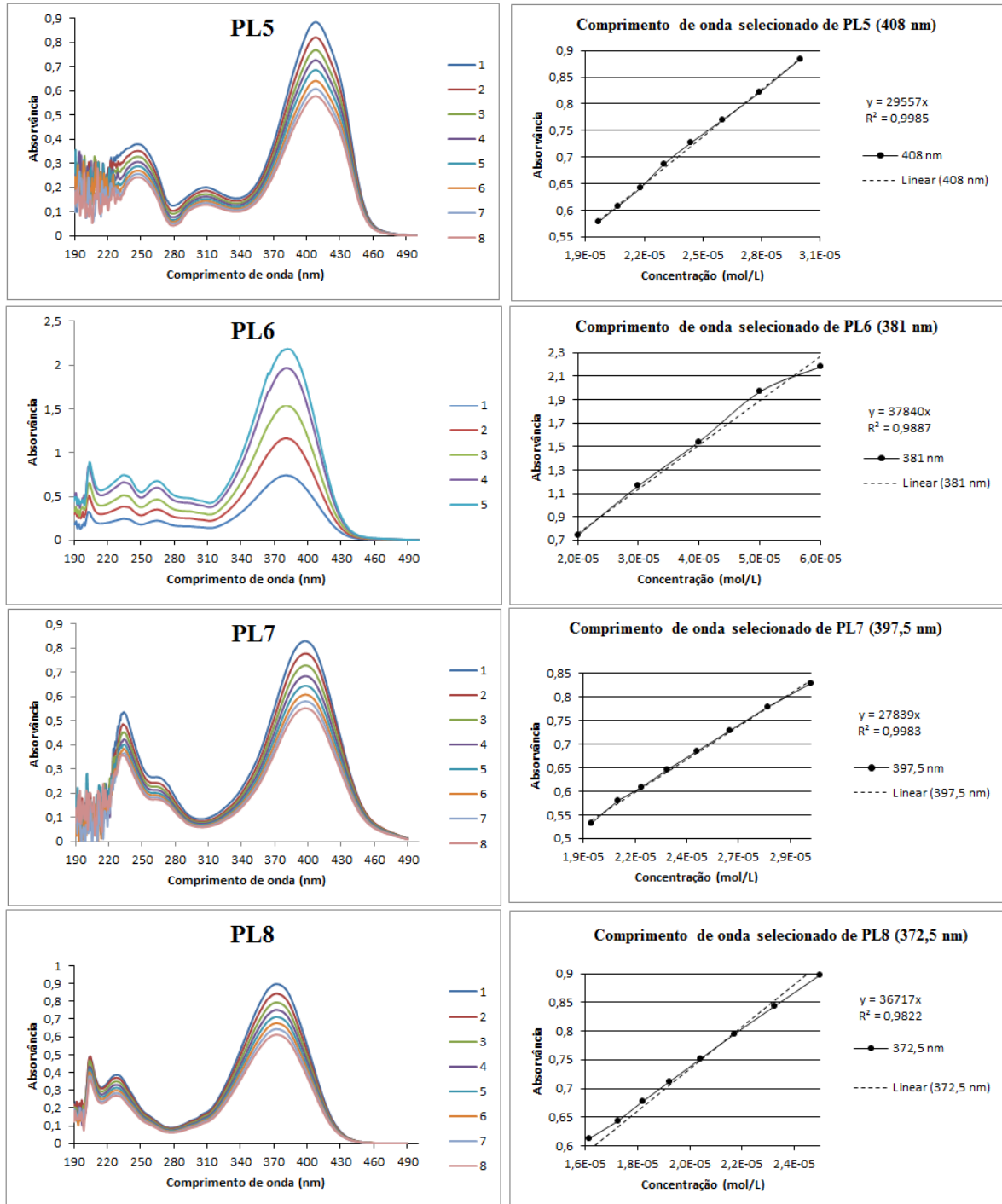


Tabela 8: Caracterizações dos pré-ligantes. UV-Vis (λ : nm; ϵ : $\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$); I.R.: cm^{-1} ; RMN ^1H (δ : ppm).

Composto	P. F. ($^{\circ}\text{C}$)	UV-Vis	Infravermelho	RMN ^1H
PL1	169-171	λ_{max} : 360 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 20350	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3208 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1415 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1239 (MF) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1207 (F)	12,5 (br, s, 1H, NH); 11,3 (s, 2H, OH); 7,4-7,7 (m, 8H, -Ph)
PL2	138-140	λ_{max} : 355,5 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 20992	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3187 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1394 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1237 (MF) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1199 (F)	12,6 (br, s, 1H, NH); 11,2 (br, s, 1H, OH); 7,2-7,7 (m, 8H, -Ph)
PL3	202-204	λ_{max} : 376,2 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 34057	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3200 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1402 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1260 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1198 (F)	12,4 (br, s, 1H, NH); 11,0 (br, s, 2H, OH); 7,5-7,7 (m, 8H, -Ph); 2,2 (s, 6H, CH_3)
PL4	170-172	λ_{max} : 400 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 8653	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3273 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1416 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1258 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1216 (F)	12,2 (br, s, 1H, NH); 11,2 (br, s, 1H, OH); 7,4-7,9 (m, 7H, -Ph); 4,0 (s, 3H, O-CH_3); 2,2 (s, 3H, N-CH_3)
PL5	178-180	λ_{max} : 408 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 29557	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3294 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1411 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1257 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1218 (F)	12,2 (br, s, 1H, NH); 11,3 (br, s, 1H, OH); 7,6-7,9 (m, 7H, -Ph); 4,0 (s, 3H, O-CH_3); 2,2 (s, 3H, N-CH_3)
PL6	188-190	λ_{max} : 381 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 37840	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3197 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1398 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1247 (MF) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1197 (F)	12,9 (br, s, 1H, NH); 7,6-8,0 (m, 8H, -Ph); 2,6 (s, 6H, CH_3)
PL7	180-182	λ_{max} : 397,5 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 27839	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3282 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1425 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1247 (MF) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1189 (f)	13,0 (br, s, 1H, NH); 11,3 (br, s, 1H, OH); 7,5-8,2 (m, 8H, -Ph); 2,2 (s, 6H, CH_3)
PL8	125-127	λ_{max} : 372,5 $\epsilon_{(\lambda_{\text{max}})}$: 36717	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: 3219 (F) $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1445 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1181 (f) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1114 (F)	

Tabela 9: Caracterizações para os complexos sintetizados.

Composto	P. F. ($^{\circ}\text{C}$)	Infravermelho (cm^{-1})	Composto	P. F. ($^{\circ}\text{C}$)	Infravermelho (cm^{-1})
C1	223-224	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1424 (F) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1283 (MF) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1181 (F)	C6	168-170	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1438 (F) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1235 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1195 (F)
C2	210-212	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1441 (f) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1268 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1205 (F)	C7	278-280	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1428 (F) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1269 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1204 (F)
C3	148-150	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1423 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1242 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1190 (F)	C8	227-230	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1435 (F) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1265 (MF) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1146 (MF)
C4	230-231	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1422 (MF) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1283 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1200 (F)	C9	142-145	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1437 (f) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1261 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1214 (F)
C5	180*	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1414 (F) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1240 (f) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1152 (f)	C10	155-158	$\nu_{\text{ass(N-H)}}$: --- $\nu_{\text{ass(N=N)}}$: 1423 (f) $\nu_{\text{ass(C-N)}}$: 1241 (F) $\nu_{\text{s(N-N)}}$: 1161 (F)

* se decompõe, tornando-se pó enegrecido.

3.8 Difração de raios-X em monocristal

Para elucidação das estruturas moleculares dos pré-ligantes triazenos e complexos triazenidos foi utilizado o método de difração de raios-X em monocristal, no qual os dados de difração dos complexos foram coletados à temperatura ambiente, através do Difratorômetro Bruker X8 Kappa Apex II CCD, dotado de um monocromador de grafite e fonte de radiação Mo-K α ($\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$), pertencente à Universidade Federal de Santa Maria (UFSM).

Um monocristal da amostra foi fixado num fio de vidro e submetido à coleta de dados de raios-X. A redução de dados e a correção de absorção foram executados com os programas *SAINT* e *SADABS*.⁸⁵ As estruturas foram solucionadas empregando-se Métodos Diretos. Os parâmetros estruturais foram obtidos através do refinamento, baseando-se nos quadrados dos fatores estruturais (F^2) e na técnica da matriz completa/mínimos quadrados, usando os pacotes dos programas cristalográficos *SHELXL*⁸⁶ e *SHELXLS*⁸⁶. Os átomos restantes foram localizados e refinados com parâmetros térmicos anisotrópicos. As coordenadas de alguns átomos de hidrogênio, principalmente aqueles envolvidos em ligações de hidrogênio, foram localizados experimentalmente através das densidades encontradas no mapa de Fourier, já as coordenadas fracionárias dos átomos de hidrogênio dos anéis fenila foram obtidos geometricamente (C–H = 0,93 \AA para os átomos Csp^2) refinados aos respectivos átomos de carbono com parâmetros térmicos isotrópicos, com valores de $U_{iso}(H)$ relacionados a $1,2U_{eq} Csp^2$; os hidrogênios das metilas foram obtidos geometricamente (C–H = 0,96 \AA para os átomos Csp^3) refinados aos respectivos átomos de carbono com parâmetros térmicos isotrópicos, com valores de $U_{iso}(H)$ relacionados a $1,5U_{eq} Csp^3$. Estes parâmetros foram fixados com o uso da instrução HFIX 137, o qual refina os hidrogênios de acordo com os ângulos de torção do mapa de Fourier.

As tabelas completas, com parâmetros térmicos e detalhes obtidos após a solução e o refinamento das estruturas cristalinas, foram gerados através da suíte de programas *WinGX*⁸⁷ e a criação das projeções gráficas das estruturas com o programa *DIAMOND*³⁰ (versão 3.2 f) e *MERCURY 2.3* (Build RC4)⁸⁸.

Analisando-se a classe integral das reflexões coletadas do pré-ligante PL2 e dos complexos C2 e C7 observou-se que não ocorrem extinções sistemáticas, deduzindo-se uma cela unitária primitiva, associada ao tipo de Bravais *P*. A Tabela 10 mostra as condições de reflexão observadas para a classe integral (*hkl*), zonal (*h0l*) e seriais (*0k0*, *00l*) correspondentes ao tipo de Bravais *P* e aos operadores de simetria cristalográficos 2_1 e *c*. O

grupo espacial determinado para estas condições é o monoclinico $P2_1/c$ (n° 14 – *International Tables for Crystallography*)⁸⁹. Este grupo espacial é centrossimétrico, apresenta simetria de Laue $2/m$.

Tabela 10: Condições de reflexão observadas para a rede com simetria monoclinica, $P2_1/c$.

Domínio da condição	Reflexão	Condição de reflexão	Elementos de simetria
Integral	hkl	---	P
Zonal	$h0l$	$l = 2n$	c
Serial	$0k0$	$k = 2n$	2_1
	$00l$	$l = 2n$	2_1

Analisando-se a classe integral das reflexões coletadas do pré-ligante PL4, observou-se que não ocorrem extinções sistemáticas, deduzindo-se uma cela unitária primitiva, associada ao tipo de Bravais P . Não foram observadas condições de reflexão para as classes integral e zonal, mas encontraram-se condições de reflexão para as classes seriais, conforme a Tabela 11. O grupo espacial determinado para estas condições é o ortorrômbico $P2_12_12_1$ (n° 19 – *International Tables for Crystallography*)⁸⁹. Este grupo espacial é centrossimétrico, apresenta simetria de Laue $mmm (2/m 2/m 2/m)$.

Tabela 11: Condições de reflexão observadas para a rede com simetria ortorrômbica, $P2_12_12_1$.

Domínio da condição	Reflexão	Condição de reflexão	Elementos de simetria
Integral	hkl	---	P
	$0kl$	---	---
Zonal	$h0l$	---	---
	$hk0$	---	---
	$h00$	$h = 2n$	$2_1//a$
Serial	$0k0$	$k = 2n$	$2_1//b$
	$00l$	$l = 2n$	$2_1//c$

Para o pré-ligante PL5, complexos C1, C3, C5, C8, C9 e C10 não foi observada uma sistemática nas condições de reflexão da classe integral nos dados coletados, deduzindo-se tratar-se do tipo de Bravais P . A simetria de Laue determinada foi $\bar{1}$, tratando-se de uma cela centrossimétrica. Portanto determinou-se o grupo espacial sendo triclinico $P\bar{1}$.

Analisando-se a classe integral das reflexões coletadas do complexo C4 observou-se que não ocorrem extinções sistemáticas, deduzindo-se uma cela unitária primitiva, associada ao tipo de Bravais P . A Tabela 12 mostra as condições de reflexão observadas para a classe integral (hkl), zonal ($h0l$) e serial ($0k0$) correspondentes ao tipo de Bravais P e aos operadores de simetria cristalográficos 2_1 e n . Este grupo espacial é centrossimétrico, apresenta simetria de Laue $2/m$.

Tabela 12: Condições de reflexão observadas para a rede com simetria monoclnica, $P2_1/n$.

Domínio da condição	Reflexão	Condição de reflexão	Elementos de simetria
Integral	hkl	---	P
Zonal	$h0l$	$h+l = 2n$	n
Serial	$0k0$	$k = 2n$	2_1

Para o complexo C6 não foi observada uma sistemática nas condições de reflexão da classe integral nos dados coletados, deduzindo-se tratar-se do tipo de Bravais P . O grupo espacial determinado para estas condições é o ortorrômbico $Pca2_1$ (n° 29 – *International Tables for Crystallography*)⁸⁹. Este grupo espacial é não-centrossimétrico, apresenta simetria de Laue mmm ($2/m 2/m 2/m$). Neste grupo espacial observa-se um plano de deslizamento do tipo c perpendicular ao eixo a , um plano de deslizamento do tipo a perpendicular ao eixo b , e um eixo de rotação-translação paralelo ao eixo c .

Tabela 13: Dados da coleta de intensidades e do refinamento da estrutura cristalina/molecular dos pré-ligantes (PL2), (PL4) e (PL5).

Parâmetros cristalográficos	PL2	PL4	PL5
Fórmula empírica	C ₁₄ H ₁₃ FN ₄ O	C ₁₇ H ₂₁ N ₅ O ₅ S	C ₃₀ H ₃₀ N ₁₀ O ₈
Peso molecular	272,28 g/mol	407,45 g/mol	658,64 g/mol
Temperatura	293(2) K	293(2) K	293(2)
Dimensões do cristal (mm)	0,61 x 0,21 x 0,11	0,41 x 0,22 x 0,13	0,45 x 0,18 x 0,08
Sistema cristalino	Monoclínico	Ortorrômbico	Triclínico
Grupo espacial	<i>P</i> 21/ <i>c</i> (n°. 14) ⁸⁹	<i>P</i> 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁ (n°. 19) ⁸⁹	<i>P</i> 1̄ (n°. 2) ⁸⁹
Parâmetros da cela unitária	<i>a</i> = 11,9475(5) Å <i>b</i> = 7,0918(4) Å <i>c</i> = 15,6725(7) Å <i>α</i> = 90° <i>β</i> = 90,083(3)° <i>γ</i> = 90°	<i>a</i> = 6,140 Å <i>b</i> = 15,853 Å <i>c</i> = 20,444 Å <i>α</i> = 90° <i>β</i> = 90° <i>γ</i> = 90°	<i>a</i> = 7,362 Å <i>b</i> = 12,272 Å <i>c</i> = 17,480 Å <i>α</i> = 86,19° <i>β</i> = 83,33° <i>γ</i> = 83,08°
Volume	1327,92(11) Å ³	1990,0 Å ³	1554,9 Å ³
Número de fórmulas elementares	<i>Z</i> =4	<i>Z</i> =4	<i>Z</i> =2
Densidade (calculada)	1,362 mg/m ³	1,360 mg/m ³	1,407 mg/m ³
Coefficiente de absorção	0,100 mm ⁻¹	0,201 mm ⁻¹	0,115 mm ⁻¹
<i>F</i> (000)	568	856	688
Região de varredura angular 2 θ	2,60° à 30,04°	2,57° à 29,99°	2,80 à 25,50°
Região de índices de varredura	-16 ≤ <i>h</i> ≤ 16 -9 ≤ <i>k</i> ≤ 9 -22 ≤ <i>l</i> ≤ 19	-8 ≤ <i>h</i> ≤ 8 -22 ≤ <i>k</i> ≤ 21 -28 ≤ <i>l</i> ≤ 28	-8 ≤ <i>h</i> ≤ 8 -14 ≤ <i>k</i> ≤ 14 -21 ≤ <i>l</i> ≤ 21
Reflexões coletadas	13764	40901	32197
Reflexões independentes	3867 [<i>R</i> _{int.} = 0,0456]	3315 [<i>R</i> _{int.} = 0,0883]	5732 [<i>R</i> _{int.} = 0,0368]
Reflexões observadas	1603	1648	3854
Critério de observação	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]
Transmissão, máxima e mínima	0,9891 e 0,9416	0,9743 e 0,9220	0,9916 e 0,9541
Solução da estrutura	SHELXS97	SIR2004	SHELXS86
Refinamento da estrutura	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97
Tabelas	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97
Método de refinamento	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²
Solução primária	Métodos Diretos	Métodos Diretos	Métodos Diretos
Dados / restrições / parâmetros	3867 / 0 / 190	3315 / 0 / 262	5732 / 0 / 453
Índices finais de discordância	<i>R</i> ₁ = 0,0544 <i>wR</i> ₂ = 0,1214	<i>R</i> ₁ = 0,0456 <i>wR</i> ₂ = 0,0905	<i>R</i> ₁ = 0,0443 <i>wR</i> ₂ = 0,1178
<i>S</i> , Índice de confiança incluindo <i>F</i> ²	0,972	0,986	1,072
Índices finais de discordância (todas as reflexões)	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,1594 / 0,1588	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,1218 / 0,1150	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0707 / 0,1299
Densidade eletrônica residual (max. e min.)	0,190 e -0,183 e.Å ⁻³	0,131 e -0,165 e.Å ⁻³	0,278 e -0,223 e.Å ⁻³

Tabela 14: Dados da coleta de intensidades e do refinamento da estrutura cristalina/molecular dos complexos de mercúrio (II).

Parâmetros cristalográficos	C1	C2	C3	C4	C5
Fórmula empírica	C ₃₆ H ₄₄ HgN ₁₀ O ₆ S ₂	C ₃₆ H ₄₄ HgN ₁₀ O ₆ S ₂	C ₁₆ H ₁₈ Hg _{0.50} N ₅ O ₄ S	C ₃₆ H ₃₈ Hg ₂ N ₁₀ O ₈	C ₂₀ H ₂₃ HgN ₅ O ₇
Peso molecular	977,52 g/mol	977,52 g/mol	476,71 g/mol	407,45 g/mol	646,02 g/mol
Temperatura	293(2) K	293(2) K	293(2) K	293(2) K	293(2) K
Dimensões do cristal (mm)	0,27 x 0,13 x 0,11	0,15 x 0,08 x 0,02	0,39 x 0,11 x 0,07	0,41 x 0,22 x 0,13	0,38 x 0,14 x 0,12
Sistema cristalino	Triclínico	Monoclínico	Triclínico	Monoclínico	Triclínico
Grupo espacial	<i>P</i> $\bar{1}$ (n.º. 2)*	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i> (n.º. 14)*	<i>P</i> $\bar{1}$ (n.º. 2)*	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i> (n.º. 14)*	<i>P</i> -1 (n.º. 2)*
Parâmetros da cela unitária	<i>a</i> = 11,258 Å <i>b</i> = 11,436 Å <i>c</i> = 18,515 Å α = 76,15° β = 72,83° γ = 62,46°	<i>a</i> = 17,3966(4) Å <i>b</i> = 19,3570(5) Å <i>c</i> = 6,1585(2) Å α = 90° β = 93,5730(3)° γ = 90°	<i>a</i> = 5,3640(2) Å <i>b</i> = 12,9278(5) Å <i>c</i> = 13,5385(5) Å α = 91,620(2)° β = 94,849(2)° γ = 91,860(2)°	<i>a</i> = 13,964(2) Å <i>b</i> = 7,2241(10) Å <i>c</i> = 20,657(3) Å α = 90° β = 105,511(3)° γ = 90°	<i>a</i> = 9,10120(10) Å <i>b</i> = 11,7719(2) Å <i>c</i> = 11,8993(2) Å α = 87,7170(10)° β = 86,8510(10)° γ = 70,2510(10)°
Volume	2004,5 Å ³	2069,82(10) Å ³	934,52(6) Å ³	1990,0 Å ³	1197,77(3) Å ³
Número de fórmulas elementares	Z=2	Z=2	Z=2	Z=2	Z=2
Densidade (calculada)	1,620 mg/m ³	1,568 mg/m ³	1,694 mg/m ³	1,360 mg/m ³	1,791 mg/m ³
Coefficiente de absorção	4,001 mm ⁻¹	3,874 mm ⁻¹	4,292 mm ⁻¹	0,201 mm ⁻¹	6,474 mm ⁻¹
<i>F</i> (000)	980	980	474	1096	628
Região de varredura angular 2 θ	2,02 à 28,38°	2,10° à 30,04°	3,02 to 25,50°	2,04 à 30,20°	1,84° à 28,31°
Região de índices de varredura	-15 ≤ <i>h</i> ≤ 14 -15 ≤ <i>k</i> ≤ 15 -24 ≤ <i>l</i> ≤ 24	-24 ≤ <i>h</i> ≤ 24 -27 ≤ <i>k</i> ≤ 27 -6 ≤ <i>l</i> ≤ 8	-6 ≤ <i>h</i> ≤ 6 -15 ≤ <i>k</i> ≤ 15 -16 ≤ <i>l</i> ≤ 16	-19 ≤ <i>h</i> ≤ 19 -10 ≤ <i>k</i> ≤ 10 -29 ≤ <i>l</i> ≤ 29	-12 ≤ <i>h</i> ≤ 12 -15 ≤ <i>k</i> ≤ 15 -15 ≤ <i>l</i> ≤ 15
Reflexões coletadas	50111	28349	14505	21835	21087
Reflexões independentes	9831	6062	3477	5951	5929
	[<i>R</i> _{int.} = 0,0367]	[<i>R</i> _{int.} = 0,0674]	[<i>R</i> _{int.} = 0,0754]	[<i>R</i> _{int.} = 0,0526]	[<i>R</i> _{int.} = 0,0298]
Reflexões observadas	6896	3222	2487	4598	5041
Critério de observação	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]
Transmissão, máxima e mínima	0,6673 e 0,4114	0,9265 e 0,5941	0,7532 e 0,2853	0,8019 e 0,1532	0,5105 e 0,1923
Solução da estrutura	SIR92	SIR92	SIR92	SHELXS97	SHELXL97
Refinamento da estrutura	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97
Tabelas	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97
Método de refinamento	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²
Solução primária	Métodos Diretos	Métodos Diretos	Métodos Diretos	Métodos Diretos	Métodos Diretos
Dados / restrições / parâmetros	9831 / 0 / 517	6062 / 0 / 250	3477 / 0 / 245	5951 / 0 / 265	5929 / 0 / 307
Índices finais de discordância	<i>R</i> ₁ = 0,0370	<i>R</i> ₁ = 0,0432	<i>R</i> ₁ = 0,0443	<i>R</i> ₁ = 0,0427	<i>R</i> ₁ = 0,0249
[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	<i>wR</i> ₂ = 0,0753	<i>wR</i> ₂ = 0,949	<i>wR</i> ₂ = 0,0742	<i>wR</i> ₂ = 0,0934	<i>wR</i> ₂ = 0,0590
<i>S</i> , Índice de confiança incluindo <i>F</i> ²	1,016	1,002	1,016	1,113	1,092
Índices finais de discordância (todas as reflexões)	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0697 / 0,0888	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,1155 / 0,1347	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0786 / 0,0850	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0624 / 0,1020	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0343 / 0,0716
Densidade eletrônica residual (max. e min.)	1,120 e -0,733 e.Å ⁻³	0,835 e -0,1713 e.Å ⁻³	0,395 e -0,605 e.Å ⁻³	3,751 e -2,884 e.Å ⁻³	0,544 e -0,744 e.Å ⁻³

* *International Tables for Crystallography*, Volume A.

Continuação da Tabela 14

Parâmetros cristalográficos	C6	C7	C8	C9	C10
Fórmula empírica	C ₁₆ H ₁₅ FHgN ₄ O ₃	C ₁₈ H ₁₇ HgN ₃ O ₄	C ₆₀ H ₄₃ HgN ₆ O ₄ P	C ₄₆ H ₃₇ HgN ₈ O ₆ P	C ₃₈ H ₃₄ HgN ₁₂ O ₁₂
Peso molecular	530,91 g/mol	539,94 g/mol	1023,46 g/mol	1029,40 g/mol	1051,36 g/mol
Temperatura	293(2) K	293(2) K	293(2)	293(2) K	293(2)
Dimensões do cristal (mm)	0,31 x 0,24 x 0,02	0,46 x 0,23 x 0,18	0,40 x 0,29 x 0,29	0,27 x 0,14 x 0,04	0,39 x 0,11 x 0,05
Sistema cristalino	Ortorrômbico	Monoclinico	Triclínico	Triclínico	Triclínico
Grupo espacial	<i>Pca</i> 2 ₁ (n.º. 29)*	<i>P2</i> ₁ / <i>c</i> (n.º. 14)*	<i>P</i> $\bar{1}$ (n.º. 2)*	<i>P</i> $\bar{1}$ (n.º. 2)*	<i>P</i> $\bar{1}$ (n.º. 2)*
Parâmetros da cela unitária	<i>a</i> = 8,39910(10) Å <i>b</i> = 12,2416(2) Å <i>c</i> = 16,9095(3) Å α = 90° β = 90° γ = 90°	<i>a</i> = 10,11260(10) Å <i>b</i> = 10,11950(10) Å <i>c</i> = 19,0688(2) Å α = 90° β = 102,4590(10)° γ = 90°	<i>a</i> = 12,09070(10) Å <i>b</i> = 13,5641(2) Å <i>c</i> = 15,0907(2) Å α = 93,0470(10)° β = 101,9130(10)° γ = 112,0540(10)°	<i>a</i> = 11,893 Å <i>b</i> = 13,348 Å <i>c</i> = 14,684 Å α = 91,74° β = 102,64° γ = 112,55°	<i>a</i> = 8,580 Å <i>b</i> = 13,847 Å <i>c</i> = 18,681 Å α = 104,08° β = 94,44° γ = 102,49°
Volume	1738,61(5) Å ³	1905,44(3) Å ³	2220,96(5) Å ³	2083,7 Å ³	2081,9 Å ³
Número de fórmulas elementares	Z=4	Z=4	Z=2	Z=2	Z=2
Densidade (calculada)	2,028 mg/m ³	1,882 mg/m ³	1,530 mg/m ³	1,641 mg/m ³	1,677 mg/m ³
Coefficiente de absorção	8,885 mm ⁻¹	8,104 mm ⁻¹	3,553 mm ⁻¹	3,793 mm ⁻¹	3,774 mm ⁻¹
<i>F</i> (000)	1008	1032	1024	1024	1044
Região de varredura angular 2 θ	2,93 à 30,08°	2,29 à 30,13°	2,30 à 28,41°	2,09 à 30,17°	2,78 à 29,17°
Região de índices de varredura	-11 ≤ <i>h</i> ≤ 11 -17 ≤ <i>k</i> ≤ 17 -23 ≤ <i>l</i> ≤ 23	-14 ≤ <i>h</i> ≤ 14 -14 ≤ <i>k</i> ≤ 13 -26 ≤ <i>l</i> ≤ 26	-16 ≤ <i>h</i> ≤ 16 -18 ≤ <i>k</i> ≤ 18 -11 ≤ <i>l</i> ≤ 20	-16 ≤ <i>h</i> ≤ 16 -18 ≤ <i>k</i> ≤ 18 -20 ≤ <i>l</i> ≤ 20	-11 ≤ <i>h</i> ≤ 11 -18 ≤ <i>k</i> ≤ 18 -25 ≤ <i>l</i> ≤ 25
Reflexões coletadas	17724	29972	37929	48461	45098
Reflexões independentes	5046 [<i>R</i> _{int.} = 0,0386]	5587 [<i>R</i> _{int.} = 0,02673]	10960 [<i>R</i> _{int.} = 0,0253]	12179 [<i>R</i> _{int.} = 0,0472]	11173 [<i>R</i> _{int.} = 0,0420]
Reflexões observadas	4101	4365	8753	9610	8215
Critério de observação	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]
Transmissão, máxima e mínima	0,8423 e 0,1693	0,3233 e 0,1182	0,4255 e 0,3306	0,5105 e 0,1923	0,8337 e 0,3208
Solução da estrutura	SHELXL97	SHELXL97	SIR92	SIR92	SIR2004
Refinamento da estrutura	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97
Tabelas	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97	SHELXL97
Método de refinamento	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²	mínimos-quadrados, matriz completa incluindo <i>F</i> ²
Solução primária	Métodos Diretos	Métodos Diretos	Métodos Diretos	Métodos Diretos	Métodos Diretos
Dados / restrições / parâmetros	5046 / 1 / 230	5587 / 0 / 238	10960 / 0 / 559	12179 / 0 / 561	11173 / 0 / 572
Índices finais de discordância	<i>R</i> ₁ = 0,0289	<i>R</i> ₁ = 0,0280	<i>R</i> ₁ = 0,0269	<i>R</i> ₁ = 0,0385	<i>R</i> ₁ = 0,0305
[<i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)]	<i>wR</i> ₂ = 0,0650	<i>wR</i> ₂ = 0,0681	<i>wR</i> ₂ = 0,0546	<i>wR</i> ₂ = 0,0744	<i>wR</i> ₂ = 0,0549
<i>S</i> , Índice de confiança incluindo <i>F</i> ²	1,003	1,018	1,007	1,022	1,016
Índices finais de discordância (todas as reflexões)	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0418 / 0,0702	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0431 / 0,0766	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0422 / 0,0591	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0575 / 0,0806	<i>R</i> ₁ / <i>wR</i> ₂ 0,0539 / 0,0609
Densidade eletrônica residual (max. e min.)	2,183 e -0,643 e.Å ⁻³	1,506 e -0,930 e.Å ⁻³	0,602 e -0,575 e.Å ⁻³	2,251 e -1,018 e.Å ⁻³	0,685 e -0,559 e.Å ⁻³

CAPÍTULO 4. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.1 Discussão estrutural dos pré-ligantes PL2, PL4 e PL5.

Obteve-se cristais aptos para difração de raios-x em monocristal a partir da evaporação lenta de 30 mL de metanol contendo 80 mg dos pré-ligantes PL2, e PL5, respectivamente. O pré-ligante PL4 foi cristalizado a partir da evaporação lenta de 30 mg dissolvidos em dimetilsulfóxido. Os três compostos apresentaram monocristais na forma de agulhas amareladas. A estrutura cristalina e molecular dos pré-ligantes PL2, PL4 e PL5 pertencem aos sistemas monoclinico ($P2_1/c$), ortorrômbico ($P2_12_12_1$) e triclinico ($P\bar{1}$), respectivamente. Na Figura 35 estão representadas as projeções estruturais do PL2, PL4 e PL5 incluindo parâmetros térmicos anisotrópicos, com a numeração dos principais átomos. A cela elementar dos pré-ligantes PL2, PL4 e PL5 possuem quatro, quatro e duas fórmulas elementares, respectivamente. No pré-ligante PL4 observa-se uma molécula de DMSO como solvato de cristalização e na cela elementar do pré-ligante PL5 observa-se duas unidades moleculares independentes, que serão denominadas como PL5-A e PL5-B. As distâncias de ligação e ângulos selecionados para os três compostos estão nas Tabela 15 e Tabela 16, respectivamente.

Tabela 15: Comprimentos (Å) de ligação selecionados para os pré-ligantes PL2, PL4 e PL5 (A e B).

	N11-H11	N11-N12	N12-N13	N1-O1	O1-H1	N11-C11/ N21-C31*	N13-C21/ N23-C43*
PL2	0,82(2)	1,320(2)	1,284(2)	1,400(2)	0,8200	1,400(3)	1,420(2)
PL4	0,81(4)	1,359(4)	1,257(3)	1,406(3)	0,8200	1,420(4)	1,391(4)
PL5-A	0,89(2)	1,349(2)	1,258(2)	1,410(2)	0,90(3)	1,379(2)	1,424(2)
PL5-B	0,89(2)	1,348(2)	1,256(2)	1,413(2)	0,87(3)	1,383(2)*	1,419(2)*

* As distâncias N21-C31 e N23-C43 pertencem somente ao PL5-B.

Tabela 16: Ângulos (°) de ligação selecionados para os pré-ligantes PL2, PL4 e PL5 (A e B).

	N11-N12-N13/ N21-N22-N23*	C11-N11-N12/ C41-N21-N22*	C21-N13-N12/ C31-N23-N22*
PL2	111,41(18)	121,3(2)	112,99(17)
PL4	111,8(2)	118,4(3)	113,5(2)
PL5-A	110,96(14)	120,44(15)	114,32(14)
PL5-B	110,92(15)	120,88(15)	114,59(15)

* Os ângulos N21-N22-C31; C41-N21-N22 e C31-N23-N22 pertencem somente ao PL5-B.

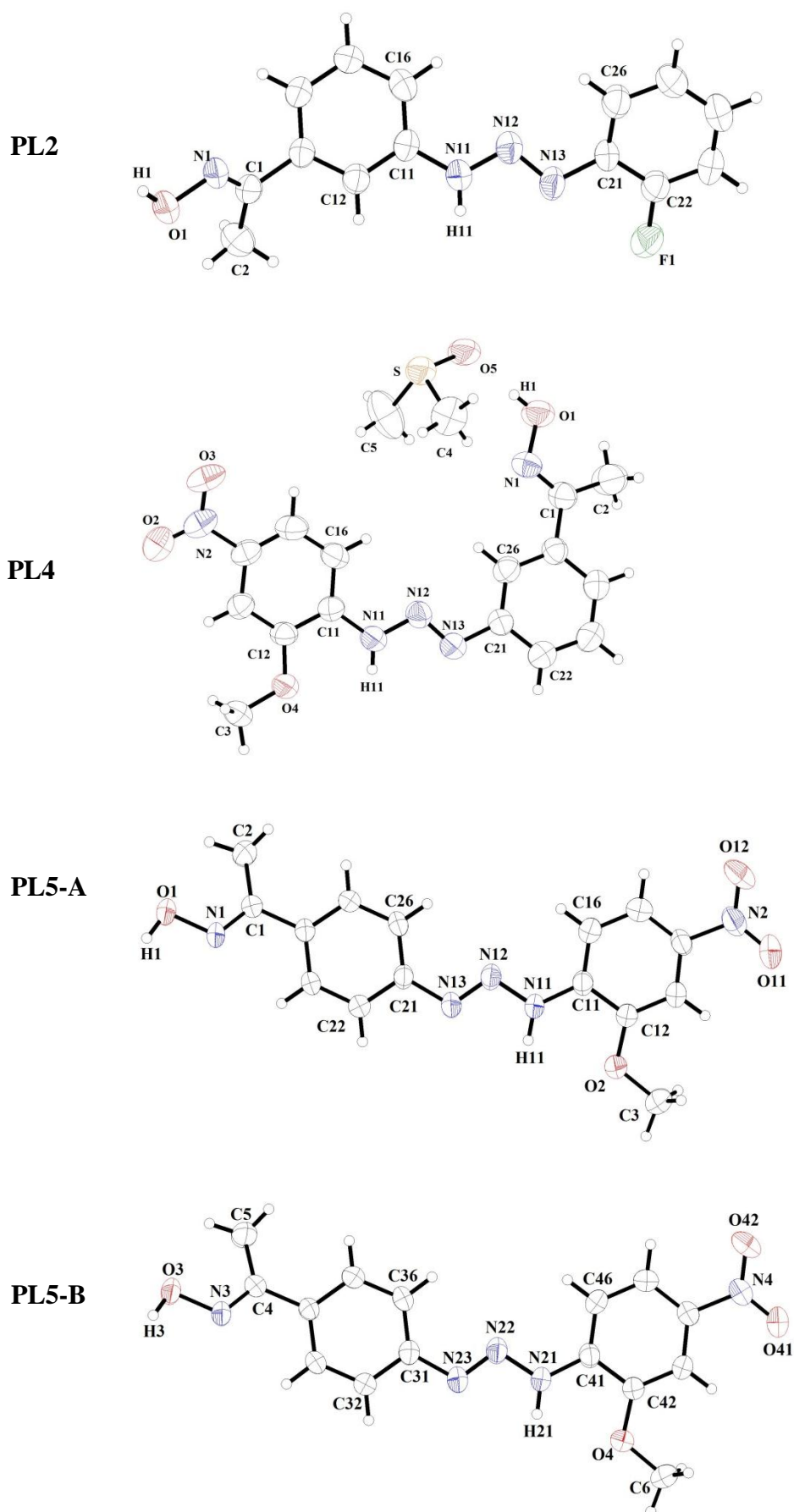


Figura 35: Projeção das estruturas moleculares dos pré-ligamentos PL2, PL4 e PL5 (A e B), incluindo parâmetros térmicos anisotrópicos na forma de elipsoides representados com nível de probabilidade de 50%.

A reprodução sistemática do conteúdo da cela unitária pode ser dada pela análise das operações de simetria contidas para cada grupo espacial. A Figura 36 mostra o pictograma do grupo espacial $P2_1/c$, onde podemos visualizar as operações de simetria para o pré-ligante PL2.

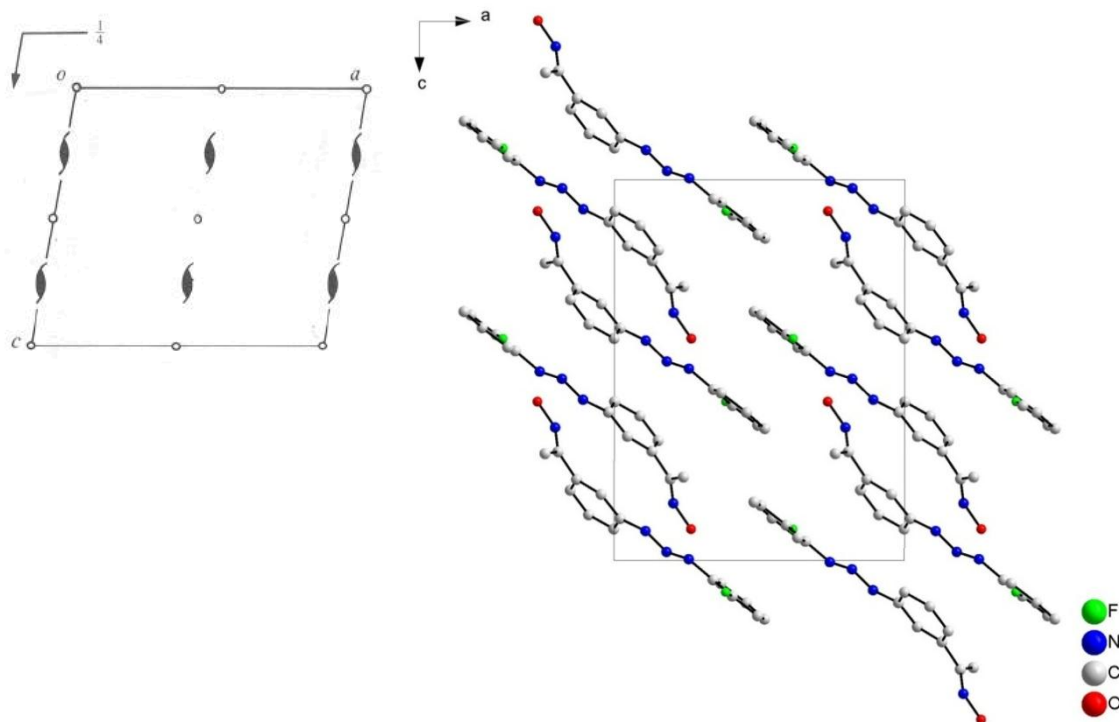


Figura 36: Pictograma para o grupo espacial $P2_1/c$ retirado da *International Tables for Crystallography* (esquerda) e projeção da cela unitária monoclinica do pré-ligante PL2 no plano ac (direita). Para melhor visualização foram excluídos os átomos de hidrogênio.

Pode-se identificar como operadores de simetria na cela unitária de PL2 um eixo de rotação-translação, um centro de inversão e um plano de espelhamento-translação paralelo ao eixo c .

A cela unitária ortorrômbica do pré-ligante PL4 inclui quatro fórmulas elementares que são relacionadas por três eixos de rotação-translação (2_1) ortogonais entre si. A reprodução do conteúdo de cela para o grupo espacial não centrossimétrico $P2_12_12_1$ pode ser vista a partir da análise dos operadores de simetria contidos na rede ortorrômbica conforme mostra a Figura 37.

A cela unitária do pré-ligante PL5 inclui duas fórmulas elementares que são relacionadas somente por um centro de inversão, característico do grupo espacial $P\bar{1}$. É importante ressaltar que uma fórmula elementar é formada por duas unidades moleculares

independentes. A Figura 38 mostra o pictograma do grupo espacial $P\bar{1}$, onde podemos visualizar as operações de simetria para pré-ligante PL5.

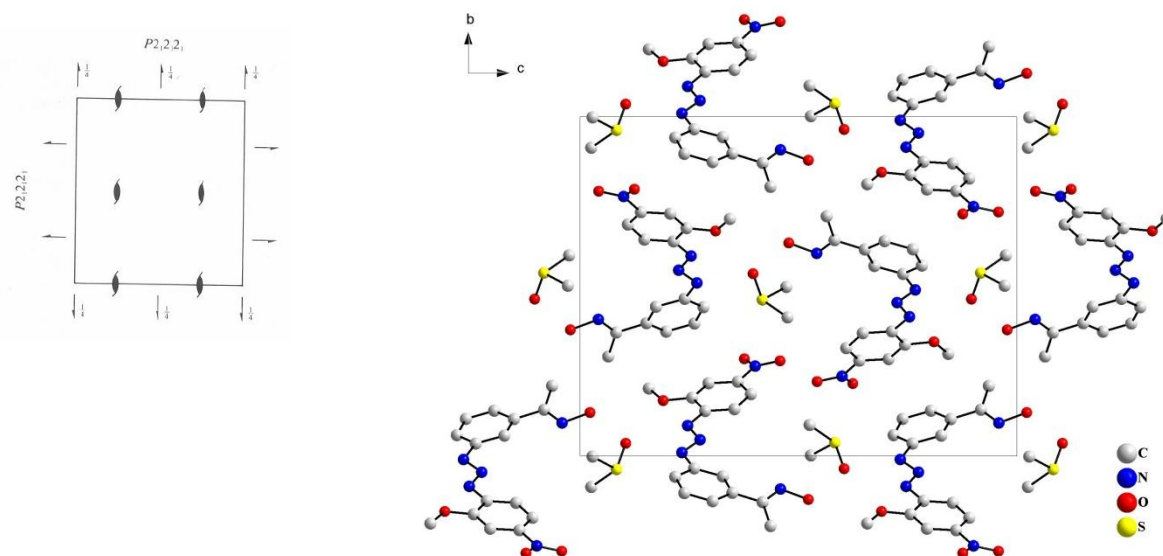


Figura 37: Pictograma para o grupo espacial $P2_12_12_1$ extraído da *International Tables for Crystallography* (esquerda) e a projeção da cela unitária ortorrômbica do pré-ligante PL4 no plano bc (direita) com oito fórmulas elementares para a visualização do operador de simetria 2_1 . Para melhor visualização foram excluídos os átomos de hidrogênio.

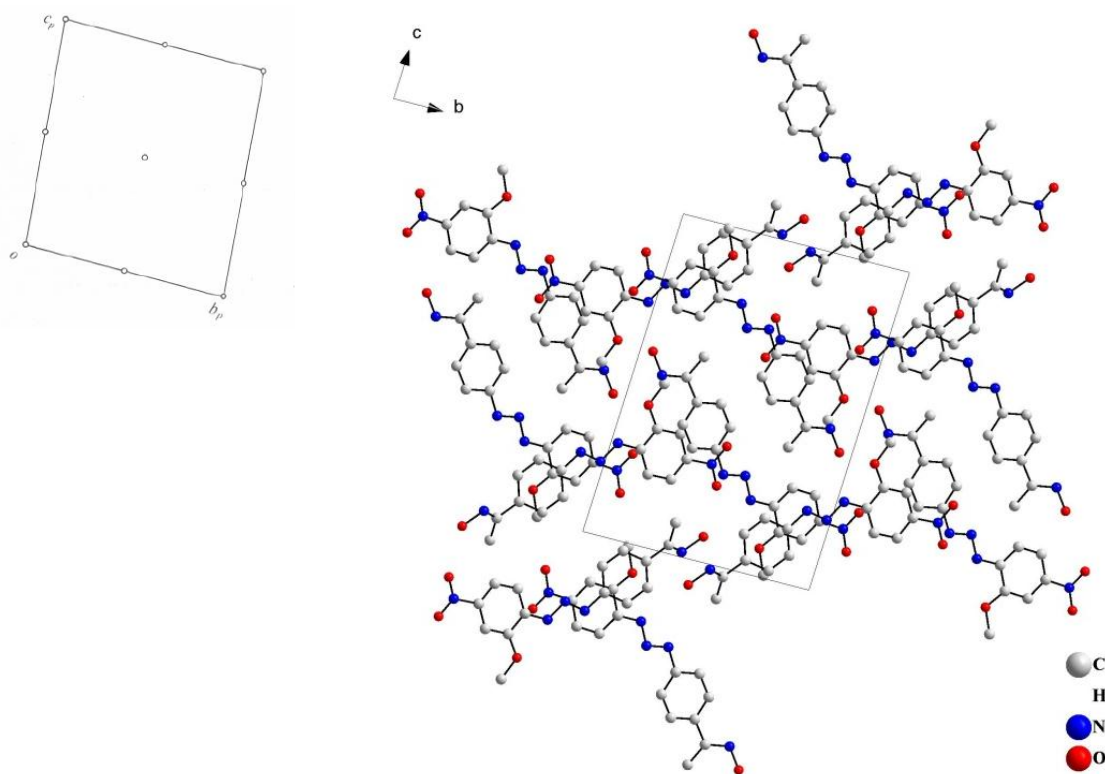


Figura 38: Pictograma para o grupo espacial $P\bar{1}$ extraído da *International Tables for Crystallography* (esquerda) e a projeção da cela unitária triclinica do pré-ligante PL5 no plano bc (direita). Para melhor visualização foram excluídos os átomos de hidrogênio.

Os aspectos geométricos que relacionam os átomos não hidrogenóides e suas ligações são discutidos a seguir.

Observa-se que os comprimentos de ligação das ligações N11–N12 são menores que o valor característico para uma ligação simples N–N (1,44 Å), enquanto que os comprimentos das ligações N12–N13 são maiores que o valor típico para uma ligação dupla N=N (1,24 Å). As ligações N11–C11 e N13–C21 são mais curtas que as esperadas para uma ligação simples N–C_{aril} (1,452 Å)⁵⁴ para aminas secundárias, NHR₂, com R envolvendo carbono sp^2 . Os valores de ligações citados indicam que ocorre uma forte deslocalização de elétrons π na cadeia triazenídica N11–N12–N13 que se estendem pelos anéis aromáticos e também pelos substituintes ligados aos anéis fenila. O átomo de nitrogênio N11 ligado ao hidrogênio “H11” é afetado pela deslocalização eletrônica. Uma vez que N11 liga-se aos átomos N12, C11 e H11 através ligações simples, a geometria esperada para N11 seria tetraédrica (hibridização sp^3), mas os resultados mostram que N11 apresenta uma geometria trigonal planar, característica de uma hibridização sp^2 . Desta forma, compreende-se que a cadeia triazenídica N11–N12–N13 apresenta caráter parcial sp^2 em todas suas ligações. Seria de se esperar que todas as moléculas fossem planas, como ocorre em muitas estruturas de pré-ligantes trizenos, mas a formação de ligações de hidrogênio no estado sólido através dos substituintes ligados aos anéis fenila podem torcer o anel nas ligações N–C_{aril}, quebrando a planaridade da molécula e, conseqüentemente, diminuindo a conjugação eletrônica.

4.1.1 Discussão da espectroscopia no uv-vis para os pré-ligantes

Os substituintes contribuem para a estabilidade da molécula, através do efeito eletrônico mesomérico. Substituintes com efeito mesomérico $-M$, tal como o nitro (-NO₂), deslocalizam os elétrons π na direção do substituinte, diminuem a carga eletrônica na cadeia triazenídica, aumentando a acidez do hidrogênio imínico. Já o efeito de substituintes $+M$, tal como os halogênios, aumentam a carga eletrônica no anel e, conseqüentemente, na cadeia triazenídica, diminuindo a acidez do hidrogênio imínico. Observam-se estes efeitos visualmente quando desprotonamos estes ligantes com uma base, onde percebemos que ocorre uma intensa mudança na coloração. Para o pré-ligante caracterizado por Ando^{62,90}, o 1,3-*bis*(4-nitrofenil)triazeno, observa-se coloração avermelhada intensa quando desprotonado, já para o 1,3-*bis*(4-fluorofenil)triazeno caracterizado por Anulewicz^{91,92}, a cor passa do amarelado claro para alaranjado forte quando desprotonado. A desprotonação do triazeno

torna o íon triazenido um nucleófilo mais forte, fazendo destes compostos boas bases de Lewis para a química de coordenação.

O cálculo do coeficiente de absorvidade molar (ϵ) para os pré-ligantes mostram diferenciação nos valores quando se analisa a força do efeito mesomérico e a posição do substituinte no anel fenila. A Tabela 17 mostra os valores de ϵ para o comprimento de onde máximo.

Tabela 17: Valores de épsilon para a banda de absorção máxima dos pré-ligantes PL1-PL8 e 1,3-*bis*(fenil)triazeno.

Pré-ligante	Épsilon ϵ^*	$\lambda_{(\text{máximo})}$
PL ^{**}	54335	354,5 nm
PL1	20350	360,0 nm
PL2	20992	355,5 nm
PL3	34057	376,2 nm
PL4	8653	400,0 nm
PL5	29557	408,0 nm
PL6	37840	381,0 nm
PL7	27839	397,5 nm
PL8	36717	372,5 nm

* ϵ é dado em $\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$. ** 1,3-*bis*(fenil)triazeno

Tomando-se como padrão de comparação o 1,3-*bis*(fenil)triazeno, com valores de $\epsilon = 54335 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ e $\lambda_{(\text{máximo})} = 354,5 \text{ nm}$, observa-se que é o maior valor de ϵ e o menor valor de $\lambda_{(\text{máximo})}$ quando comparado aos pré-ligantes PL1-PL8. O alto valor de ϵ do 1,3-*bis*(fenil)triazeno pode ser atribuído a sua alta deslocalização eletrônica devido ser uma molécula altamente coplanar.

Destaca-se que pré-ligantes triazeno com substituintes na posição *para* ao anel fenila possuem valores de ϵ maiores (acima de 30 mil) quando comparados aos substituintes *orto* e *meta* (abaixo de 30 mil). Supõe-se que quanto maior a deslocalização eletrônica, mais altos serão os valores de ϵ , sendo estes os pré-ligantes de maior acidez. Já valores menores denotam uma menor deslocalização eletrônica, assim sendo, poderá existir maior densidade de carga na cadeia triazenidica, diminuindo a acidez dos pré-ligantes.

Não há estudos teóricos na literatura, especificamente sobre compostos 1,3-diaril triazenos substituídos, que confirmem as atribuições sobre as bandas de maior intensidade nos espectros eletrônicos na região do ultravioleta-visível, mas há comparações entre cromóforos semelhantes na literatura. Os compostos triazenos apresentam absorções típicas relativas às transições $n \rightarrow \pi^*$ atribuídas ao grupo diazoamínico (N=N), transições $n \rightarrow \sigma^*$ atribuídas à cadeia diazoamínica $-\text{N}=\text{N}=\text{N}(\text{H})-$ além de transições características aos anéis aromáticos do tipo $\pi \rightarrow \pi^*$.⁹² O máximo de absorção de triazenos fica entre 300 e 450 nm, dependendo do

tipo de substituintes ligados aos anéis fenila. Provavelmente esta banda é alargada devido a um conjunto de outras bandas que estão sobrepostas e pode-se atribuir esta banda às transições de transferência de carga interna $n \rightarrow \pi^*$ e/ou $\pi \rightarrow \pi^*$. A Figura 39 mostra o perfil dos espectros Uv-vis para os pré-ligantes PL1-PL8 e 1,3-bis(fenil)triazeno sobrepostos.

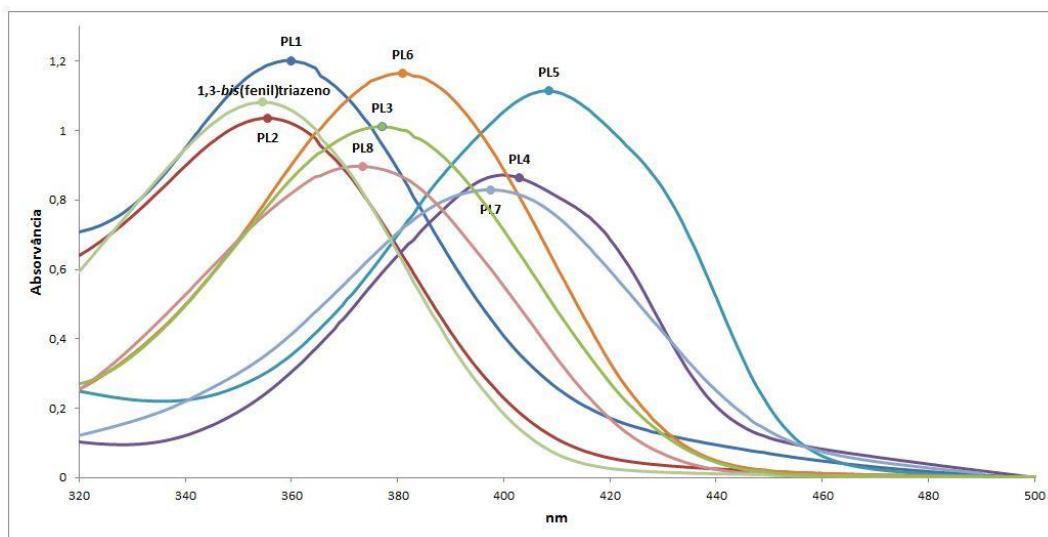


Figura 39: Espectros na região do ultravioleta e visível para os pré-ligantes PL1-PL8 e 1,3-bis(fenil)triazeno. As concentrações para a confecção de cada espectro são: PL1 (6×10^{-5} mol.L⁻¹); PL2 (5×10^{-5} mol.L⁻¹); PL3 (2×10^{-5} mol.L⁻¹); PL4 (1×10^{-5} mol.L⁻¹); PL5 (4×10^{-5} mol.L⁻¹); PL6 (5×10^{-5} mol.L⁻¹); PL7 (3×10^{-5} mol.L⁻¹); PL8 (3×10^{-5} mol.L⁻¹); 1,3-bis(fenil)triazeno (4×10^{-5} mol.L⁻¹).

4.1.2 Discussão estrutural do pré-ligante PL2

A estrutura molecular no estado sólido do pré-ligante PL2 mostra que existem ligações de hidrogênio clássicas e não-clássicas que formam uma cadeia unidimensional da direção cristalográfica [010], como mostra a Figura 40. O substituinte oxima faz ligações de hidrogênio clássicas bifurcadas O–H \cdots F e O–H \cdots N. O nitrogênio N11 da cadeia triazenidica faz uma ligação de hidrogênio clássica entre N–H \cdots N e o carbono do anel fenila *orto*-substituído pelo flúor faz uma ligação de hidrogênio não-clássica entre C–H \cdots F. Detalhes sobre os parâmetros geométricos para as interações intermoleculares estão na Tabela 18.

Tabela 18: Comprimentos e ângulos de ligação (Å, °) para as ligações de hidrogênio presentes no PL2. Desvio padrão em parênteses.

D–H \cdots A	D–H	H \cdots A	D \cdots A	\angle D–H \cdots A
O1–H1 \cdots F1 ¹	1,09(5)	2,35(4)	3,101(2)	125(3)
O1–H1 \cdots N13 ¹	1,09(5)	1,87(5)	2,904(3)	158(3)
N11–H11 \cdots N1 ²	0,82(3)	2,11(3)	2,918(3)	169(2)
C25–H25 \cdots F1 ³	0,93	2,53	3,283(3)	138

(D= átomo doador, A = átomo receptor)

Códigos de simetria: (1): $-x, -\frac{1}{2}-y, -\frac{1}{2}-z$; (2): $-x, \frac{1}{2}+y, -\frac{1}{2}-z$; (3): $x, 1+y, z$.

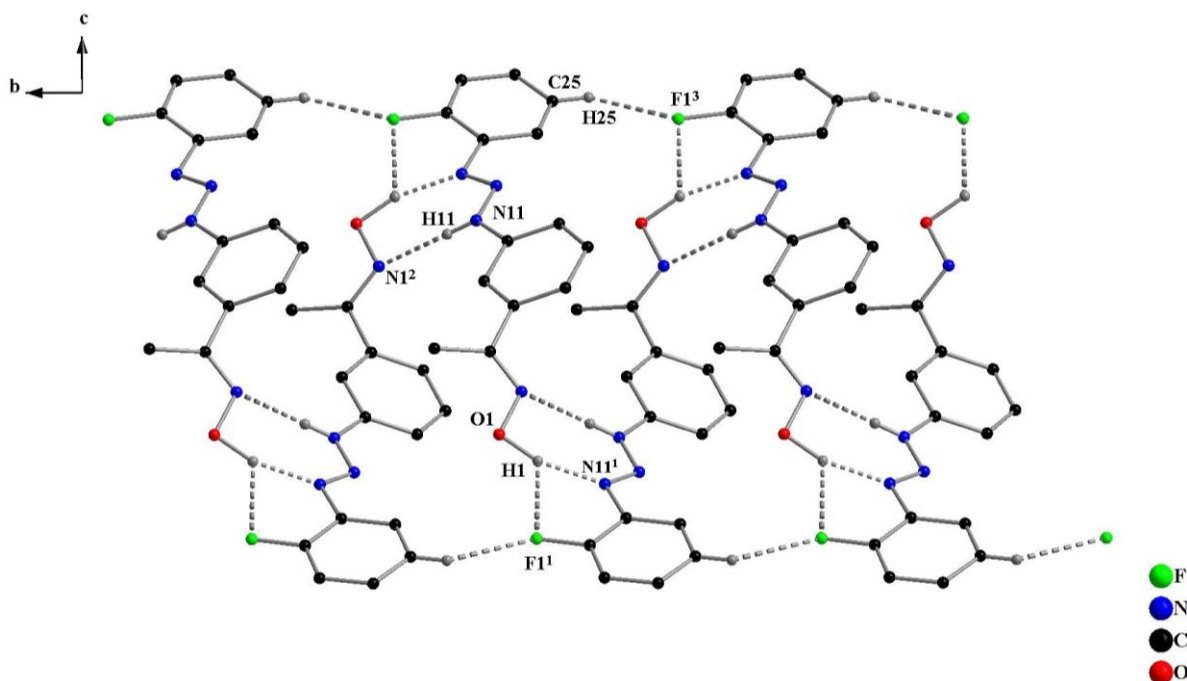


Figura 40: Projeção da seção bidimensional no plano cristalográfico bc do arranjo formado na direção cristalográfica $[010]$, destacando-se as ligações de hidrogênio clássicas $O1-H1\cdots F1^1$, $O1-H1\cdots N11^1$, $N11-H11\cdots N1^2$ e a ligação de hidrogênio não-clássica $C25-H25\cdots F1^3$. Os demais átomos de hidrogênio, que não participam das ligações não clássicas, foram omitidos para uma melhor visualização. Códigos de simetria para átomos equivalentes: (1) $-x, -1/2+y, -1/2-z$; (2) $-x, 1/2+y, -1/2-z$; (3) $x, -1+y, z$.

Com relação à planaridade, observamos que a estrutura molecular de PL2 não é planar (r.m.s. global = 0,4664 Å) (Figura 41). A confirmação deste dado é obtida analisando-se os ângulos interplanares dos principais fragmentos da estrutura molecular de PL2, indicados na Tabela 19. A planaridade é quebrada devido à forma em que ocorreu o empacotamento e a maneira como as ligações de hidrogênio estão alocadas.

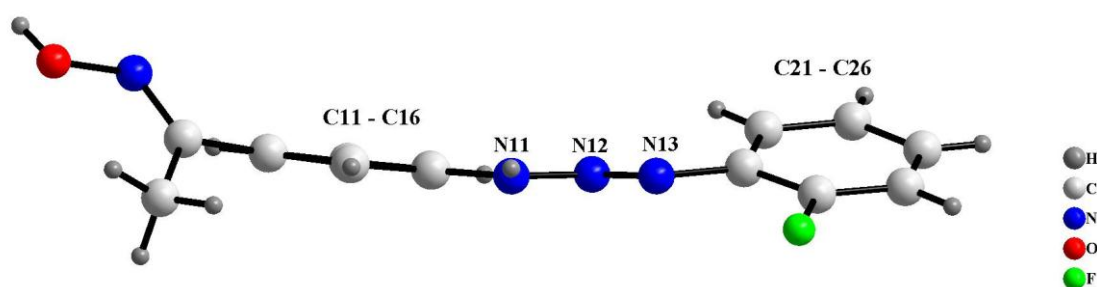


Figura 41: Projeção do pré-ligante PL2 ressaltando o grau de distorção da planaridade total.

Tabela 19: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos do composto PL2.

Fragmento	r.m.s (Å)	Ângulo interplanar (°)
C11 – C16/N11, N12, N13	0,0105/0,0000	6,4(2)
C21 – C26/N11, N12, N13	0,0052/0,0000	22,7(1)
C11-C16/O1, N1, C1, C2 (oxima)	0,0105/0,0031	46,8(1)
C11 – C16/C21 – C26	0,0105/0,0052	24,2(1)

Observou-se ainda interações intermoleculares do tipo empilhamento π (π -stacking) paralelamente deslocadas, como mostra a Figura 42.

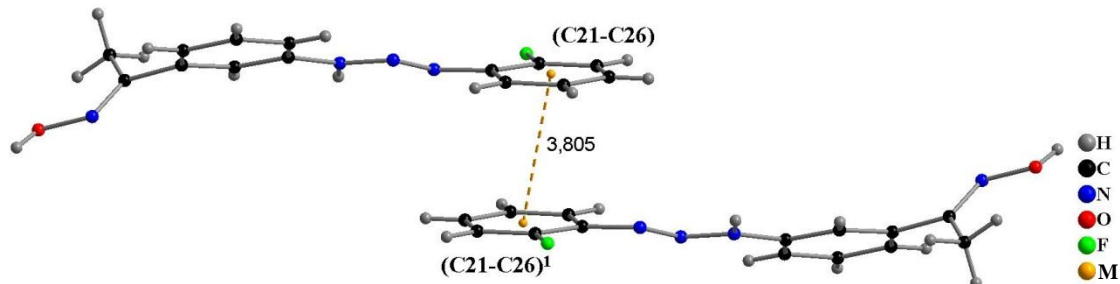


Figura 42: Projeção da interação de empilhamento π formado através da sobreposição dos anéis C21-C26. A linha alaranjada tracejada mostra a distância entre os centros dos anéis. Códigos de simetria para átomos equivalentes: (1) $1-x, -y, -z$.

As redes unidimensionais podem ser estendidas às bidimensionais (2-D) através das interações de empilhamento π formadas pela sobreposição dos anéis fenila C21-C26 ao longo da direção cristalográfica $[\bar{2}1\bar{4}]$, com uma distância de 3,805 Å entre os centros dos dois anéis. A Figura 43 mostra o arranjo 2-D formado por todas as ligações intermoleculares envolvidas no plano cristalográfico $(20\bar{4})$.

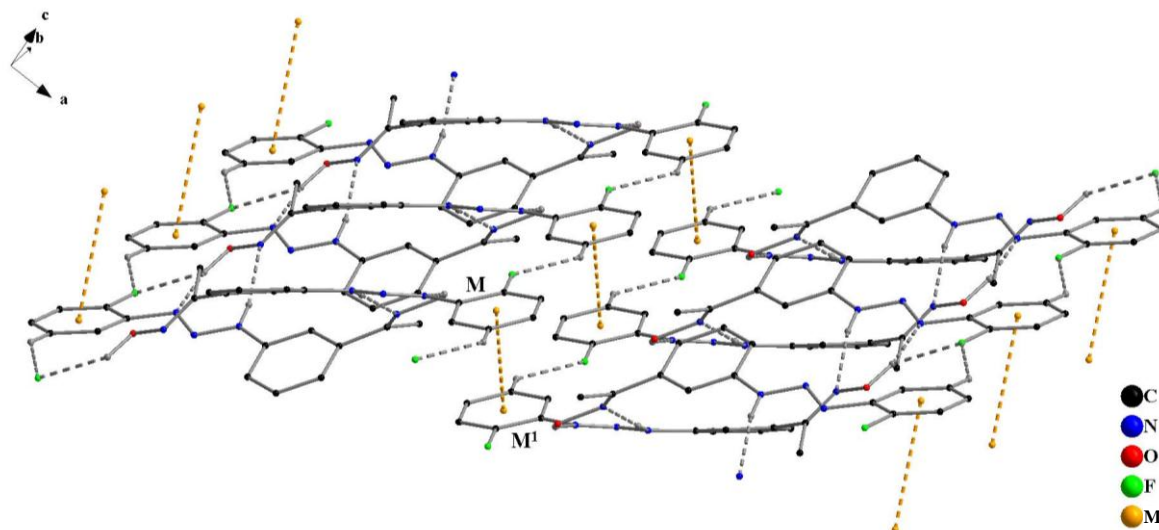


Figura 43: Projeção da rede bidimensional formada pelas interações intermoleculares de empilhamento π destacados pela linha tracejada em alaranjado. Os demais átomos de hidrogênio, que não participam das ligações não clássicas foram omitidos para uma melhor visualização. Códigos de simetria para átomos equivalentes: (1) $1-x, -y, -z$.

4.1.3 Discussão estrutural do pré-ligante PL4

A estrutura do pré-ligante PL4 pertence ao sistema ortorrômbico, grupo espacial $P2_12_12_1$ (nº. 19; *International Tables for Crystallography*, Volume A), com número de

fórmulas elementares iguais a quatro. Cada fórmula elemental é constituída por uma molécula do pré-ligante PL4 e uma molécula de DMSO que atua como um solvato de cristalização. A Figura 44 mostra a cela elemental no plano cristalográfico *bc* com cada fórmula elemental diferenciada por uma cor.

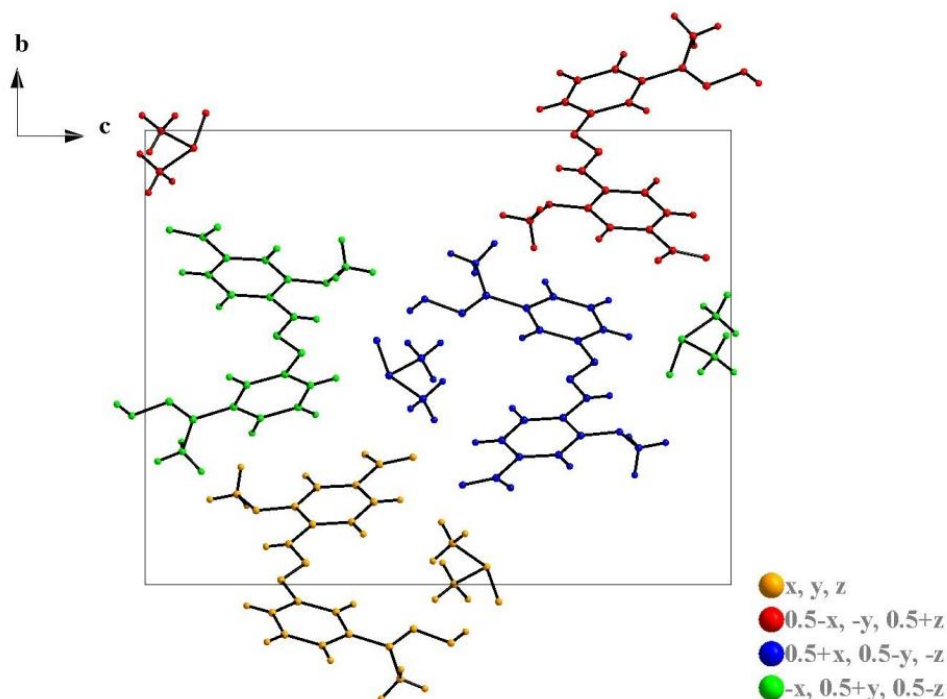


Figura 44: Projeção da cela elemental do pré-ligante PL4 formada por quatro fórmulas elementares constituídas por uma molécula de PL4 e uma molécula de DMSO. As cores diferenciam os códigos de simetria.

O arranjo cristalino é formado por ligações de hidrogênio clássicas N11–H11···O5 e ligações não-clássicas C3–H3B···O1, compondo cadeias unidimensionais ao longo do eixo cristalográfico [001]. Ainda há ligações intramoleculares de hidrogênio não-clássicas formadas por C2–H2A···O1 e C4–H4A···N1. A Tabela 20 mostra os parâmetros geométricos das ligações de hidrogênio e a Figura 45 mostra a projeção do arranjo unidimensional.

Tabela 20: Comprimentos e ângulos de ligação (Å, °) para as ligações de hidrogênio presentes no PL4. Desvio padrão em parênteses.

D–H···A	D–H	H···A	D···A	∠D–H···A
N11–H11···O5 ¹	0,81(4)	2,23(4)	3,023(4)	167(3)
O1–H1···O5	0,82	1,83	2,652(3)	174
C3–H3B···O1 ¹	0,96	2,49	3,323(4)	146
C2–H2A···O1	0,96	2,21	2,620(5)	105
C4–H4A···N1	0,96	2,59	3,452(4)	149

(D= átomo doador, A = átomo receptor). Códigos de simetria: (1): $-0,5-x, -y, -1/2+z$.

A molécula isolada do pré-ligante PL4 não é completamente planar (r.m.s. global = 0,2612 Å) (Figura 46), considerando-se os nitrogênios N11, N12 e N13 como o plano principal em relação aos anéis fenila, observa-se ângulos interplanares diferentes de zero, sendo mais acentuado o ângulo [17,03 (0,20) °] entre o plano do anel C21-C26 e o plano dos nitrogênios N11, N12 e N13. Os desvios devem-se principalmente à forma em que as ligações de hidrogênio estão alocadas. Outros dados em relação aos desvios da planaridade estão na Tabela 21.

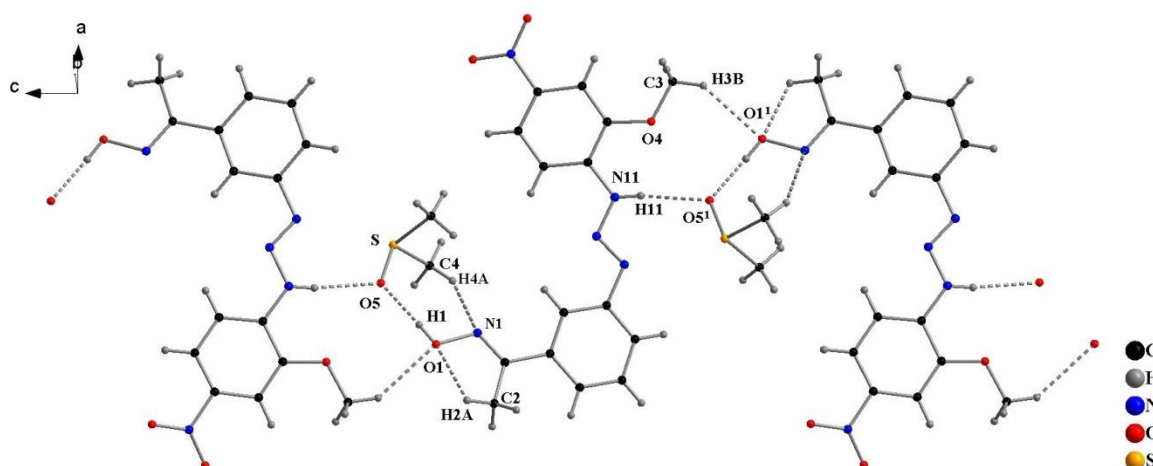


Figura 45: Projeção do arranjo unidimensional formado pelas ligações intermoleculares destacando-se as ligações de hidrogênio clássicas N11–H11...O5¹, e as ligações de hidrogênio não-clássicas C3–H3B...O1², C2–H2A...O1 e C4–H4A...N1. Códigos de simetria para átomos equivalentes: (1): -0,5-x, -y, -½+z.

Tabela 21: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos do composto PL4.

Fragmento	r.m.s (Å)	Ângulo interplanar (°)
C11 – C16/N11, N12, N13	0,0065/0,0000	3,25 (0,22)
C21 – C26/N11, N12, N13	0,0024/0,0000	17,03 (0,20)
C21 – C26/O1, N1, C1, C2 (oxima)	0,0024/0,0042	16,00 (0,26)
C11-C16/N2, O2, O3 (nitro)	0,0065/0,0000	11,54(0,50)
C11 – C16/C21 – C26	0,0065/0,0024	18,49 (0,14)

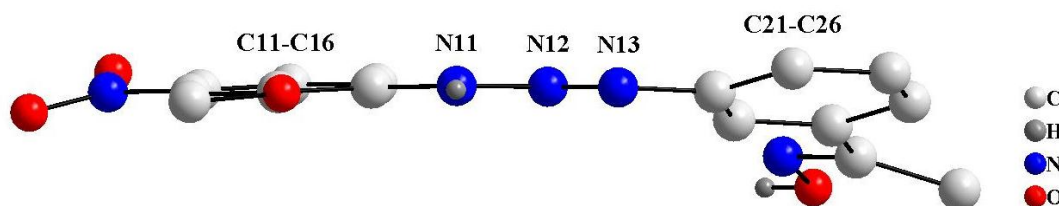


Figura 46: Projeção do pré-ligante PL4 ressaltando o grau de distorção da planaridade total.

4.1.4 Discussão estrutural do pré-ligante PL5

O pré-ligante PL5 cristalizou no sistema triclinico $P\bar{1}$, com número de fórmulas elementares igual a dois. A cela elementar é formada por quatro unidades moleculares independentes, sendo que cada par origina uma fórmula elementar. A cela unitária está demonstrada na Figura 47.

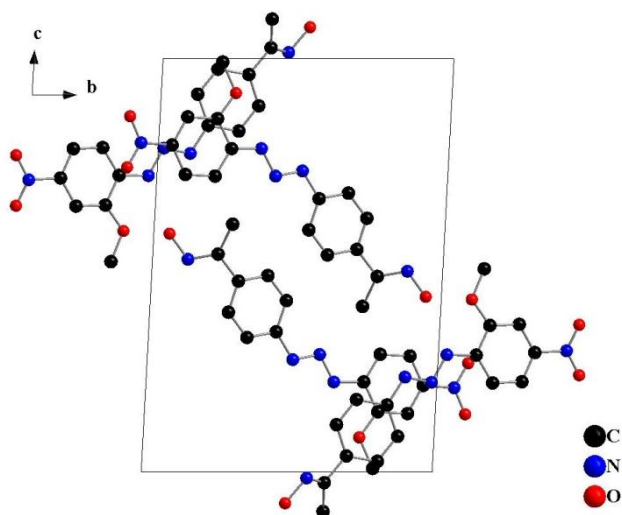


Figura 47: Projeção da cela elementar do pré-ligante PL5.

A estrutura supramolecular é formada a partir de ligações de hidrogênio clássicas entre $N-H\cdots O$ e $O-H\cdots N$ e não-clássicas entre $C-H\cdots O$. Há a formação de cadeias unidimensionais e bidimensionais e cada unidade molecular independente forma cadeias de maneira diferente, com distâncias e ângulos de ligação diferentes. Deste modo, será nomeada cada unidade independente como A e B, como mostra a Figura 48. As ligações intermoleculares encontradas para o pré-ligante PL5 estão na Tabela 22.

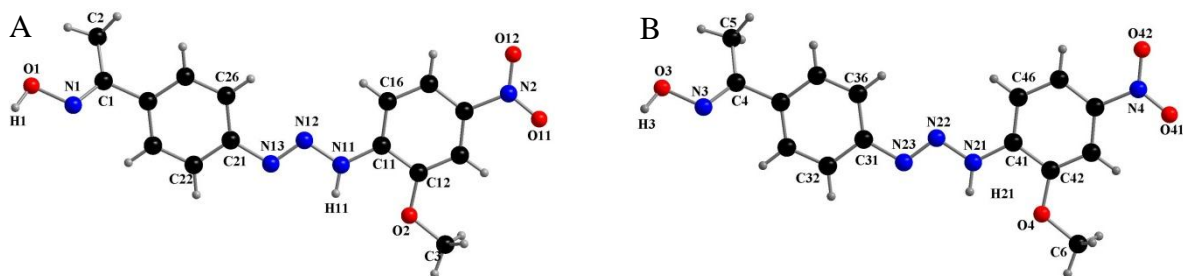


Figura 48: Projeção das unidades independentes que pertencem à cela unitária de PL5, nomeadas e "A" (esquerda) e "B" (direita).

Tabela 22: Parâmetros geométricos para as interações intermoleculares (\AA , $^\circ$) presentes no PL2. Desvio padrão em parênteses.

Unidade Molecular	D-H...A	D-H	H...A	D...A	$\angle\text{D-H}\cdots\text{A}$
A	O1-H1...N1	0,90(3)	2,02(3)	2,869(2)	157(2)
	N11-H11...O3	0,89(2)	2,28(2)	3,131(2)	160,9(19)
	C23-H23...O12	0,93	2,38	3,117(3)	136
	C25-H25...O41	0,93	2,60	3,4447(2)	150,7(19)
B	O3-H3...N3	0,87(2)	2,02(3)	2,8329(19)	157(3)
	N21-H21...O1	0,89(2)	2,32(2)	3,153(2)	156(2)
	C33-H33...O42	0,93	2,41	3,146(2)	136
	C35-H35...O11	0,93	2,45	3,357(3)	164

(D= átomo doador, A = átomo receptor). Códigos de simetria: (1): $-0,5-x, -y, -1/2+z$.

As cadeias unidimensionais são constituídas por ligações de hidrogênio clássicas entre N11-H11...O3 e N21-H21...O1, formando uma cadeia 1-D ao longo do eixo cristalográfico c , como mostra a Figura 49.

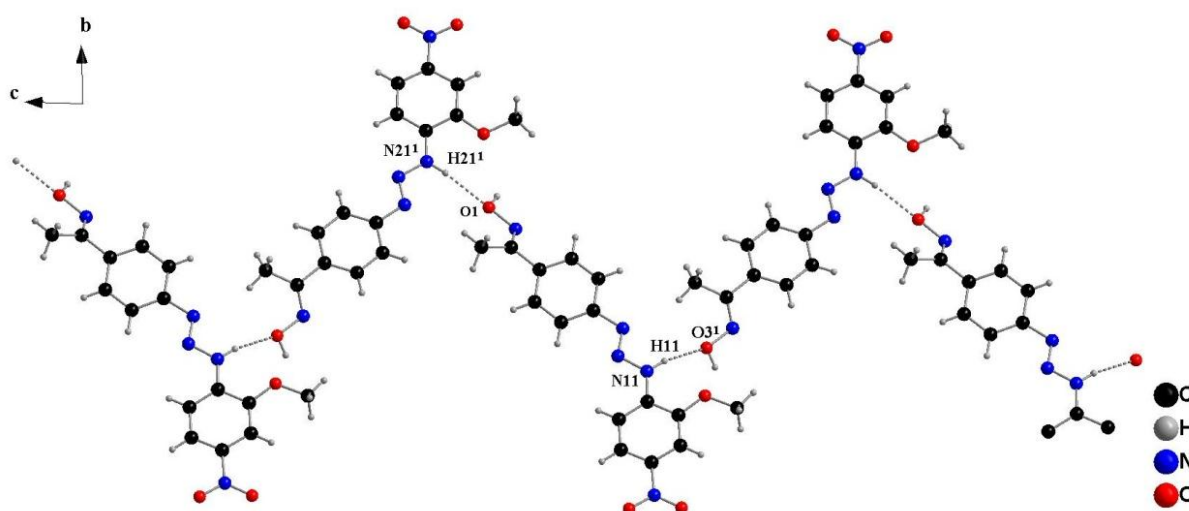


Figura 49: Projeção da seção da cadeia unidimensional de PL5 na direção [001]. As linhas tracejadas demonstram a formação das ligações de hidrogênio clássicas entre as unidades moleculares A e B. Código de simetria: (1) $-x, 1-y, 1-z$; (2) $-x, 1-y, 2-z$.

Sobre a planaridade global do ligante [$\text{r.m.s.}=0,2420 \text{ \AA}$] (Figura 50), considerando-se os nitrogênios N11, N12 e N13 (A) e N21, N22 e N23 (B) como o plano principal e relacionando-o com os anéis fenila, podemos afirmar que o ligante é praticamente plano, ocorrendo um desvio da planaridade devido ao grupo oxima que apresenta valores de ângulos interplanares de $38,73 (0,08)^\circ$ e $32,05 (0,09)^\circ$ para PL5-A e PL5-B, respectivamente. A distorção do grupo oxima em relação ao restante da molécula ocorre de modo à acomodar a ligação de hidrogênio entre N11-H11...O3 e N21-H21...O1. Outros valores envolvendo a planaridade da molécula estão na Tabela 23.

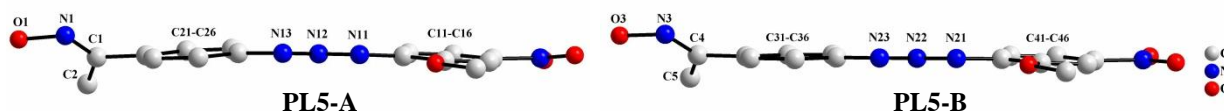


Figura 50: Projeção do pré-ligante PL5 (A e B), ressaltando o grau de distorção da planaridade total.

Tabela 23: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos do composto PL5. Desvio padrão entre parênteses.

Fragmento	r.m.s (Å)	Ângulo interplanar (°)
C11-C16/N11, N12, N13	0,0027/0,0000	4,32 (0,13)
C21-C26/N11, N12, N13	0,0046/0,0000	6,32 (0,12)
C21-C26/O1, N1, C1, C2 (oxima)	0,0046/0,0042	38,73 (0,08)
C11-C16/N2, O2, O3 (nitro)	0,0027/0,0000	8,70 (0,29)
C11-C16/C21-C26	0,0027/0,0046	6,86 (0,08)
C31-C36/N21, N22, N23	0,0042/0,0000	2,79 (0,12)
C41-C46/N21, N22, N23	0,0046/0,0000	4,98 (0,12)
C31-C36/C4, C5, N3, N4 (oxima)	0,0042/0,0041	32,05 (0,07)
C41-C46/N4, O41, O42 (nitro)	0,0046/0,0000	2,06 (0,27)
C31-C36/C41-C46	0,0042/0,0046	3,70 (0,08)

4.2 Discussão estrutural dos complexos C1, C2 e C3

As Figuras 51, 52 e 53 mostram as projeções das estruturas moleculares de C1, C2 e C3, respectivamente, incluindo parâmetros térmicos anisotrópicos na forma de elipsoides representados com nível de probabilidade de 50%.

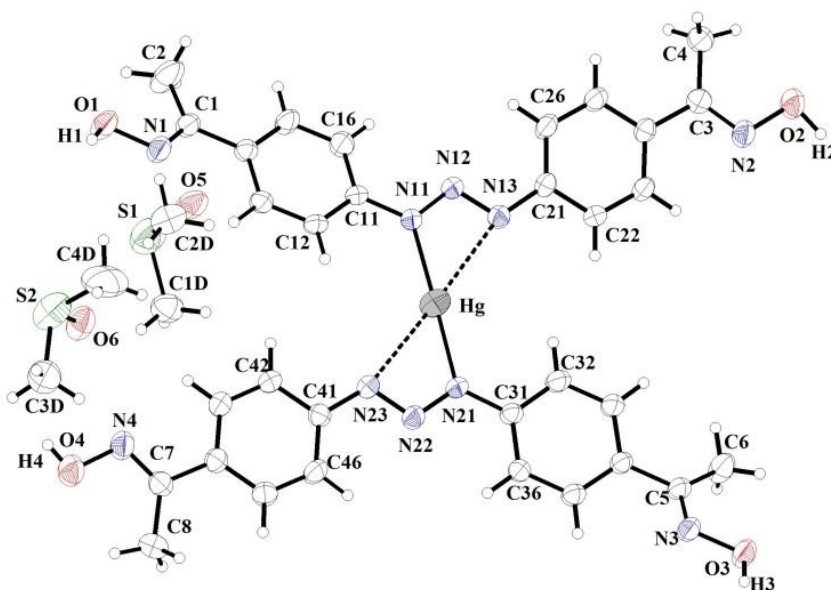


Figura 51: Projeção da estrutura molecular do complexo C1. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%. As linhas tracejadas representam interações secundárias.

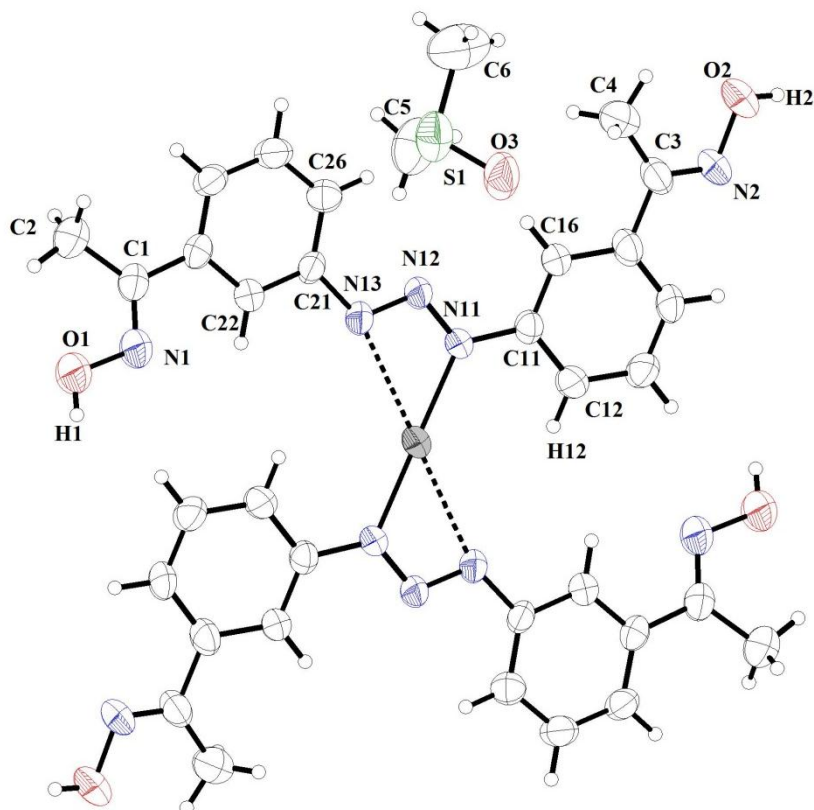


Figura 52: Projeção da estrutura molecular do complexo C2. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%. As linhas tracejadas representam interações secundárias. Átomos não numerados são equivalentes aos numerados e são gerados por simetria: ($\bar{}$) $-x, -y, -z$.

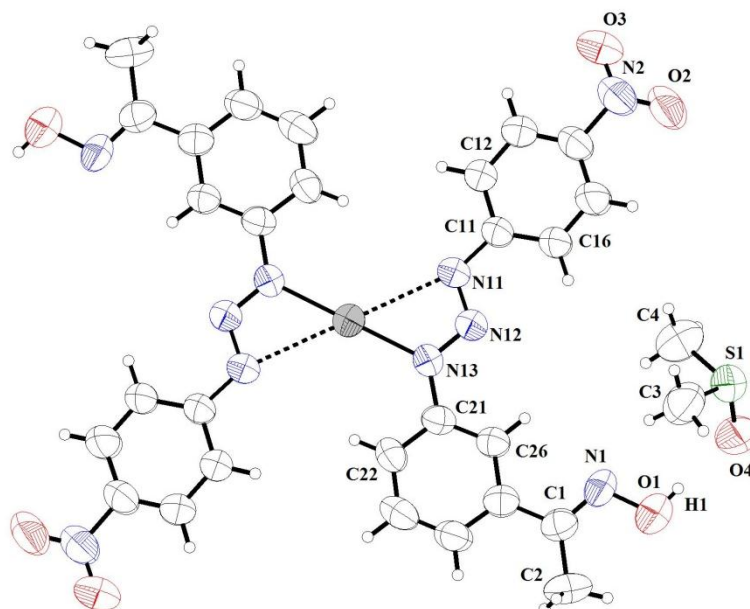


Figura 53: Projeção da estrutura molecular do complexo C3. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%. As linhas tracejadas representam interações secundárias. Átomos não numerados são equivalentes aos numerados e são gerados por simetria: (i) $-x, -y, -z$.

No complexo C1, a unidade assimétrica é formada por dois ligantes triazenidos coordenados ao íon Hg^{2+} e duas moléculas de dimetilsulfóxido atuando como solvato de cristalização (Figura 51). Nos complexos C2 e C3, dois ligantes 1,3-diaril substituídos desprotonados estão coordenados numa *via* oposta para um íon Hg(II) por meio de duas ligações primárias $\text{Hg} - \text{N11}$ e duas interações secundárias $\text{Hg} \cdots \text{N13}$, demonstradas como linhas tracejadas nas Figuras 52 e 53. A unidade assimétrica é formalmente relacionada com a outra metade da molécula através de um centro de inversão, localizado sobre o íon Hg^{2+} . As distâncias e os ângulos de ligação estão selecionados na Tabela 24.

Tabela 24: Comprimentos (Å) e ângulos ($^{\circ}$) de ligações para os complexos C1, C2 e C3. Desvio padrão entre parênteses.

Ligação	Comprimento de Ligação (Å)			Ângulo de Ligação			
	C1	C2	C3	Ligações	C1	C2	C3
N11–N12	1,318(5)	1,322(6)	1,307(6)	N11–N12–N13	111,0(3)	110,1 (4)	110,8(5)
N12–N13	1,279(5)	1,284(6)	1,300(6)	N21–N22–N23	110,8(4)	---	---
N21–N22	1,315(5)	---	---	C11–N11–N12	117,9(3)	118,4(4)	119,1(5)
N22–N23	1,278(5)	---	---	C21–N13–N12	114,3(4)	114,5(5)	114,0(5)
Hg–N11	2,072(3)	2,064(4)	2,083(5)	C31–N21–N22	118,2(3)	---	---
Hg \cdots N13	2,728(5)	2,688(5)	2,702(4)	C41–N23–N22	114,9(4)	---	---
Hg–N21	2,081(3)	---	---	C1–N1–O1	113,5(4)	111,9(5)	112,3(5)
Hg \cdots N23	2,679(4)	---	---	N1–O1–H1	104(3)	109,4(4)	109,5
N11–C11	1,409(5)	1,409(6)	1,416(7)	C3–N2–O2	112,1(4)	---	---
N13–C21	1,415(5)	1,425(7)	1,393(7)	N2–O2–H2	102(3)	109,5(4)	---
N21–C31	1,411(5)	---	---	C5–N3–O3	111,5(3)	---	---
N23–C41	1,413(5)	---	---	N3–O3–H3	102(3)	---	---
C1–N1	1,268(5)	1,283(7)	1,278(8)	C7–N4–O4	111,4(4)	112,9(5)	---
N1–O1	1,410(5)	1,406(6)	1,396(7)	N4–O4–H4	109,5	---	---
N2–O2	1,396(5)	1,407(6)	---				
N3–O3	1,416(5)	---	---				
N4–O4	1,407(5)	---	---				
O1–H1	1,05(5)	0,82	0,82				
O2–H2	0,97(5)	0,82	0,82				
O3–H3	0,89(5)	---	---				
O4–H4	0,8200	---	---				
Hg \cdots Cg		3,420(6)	3,261				

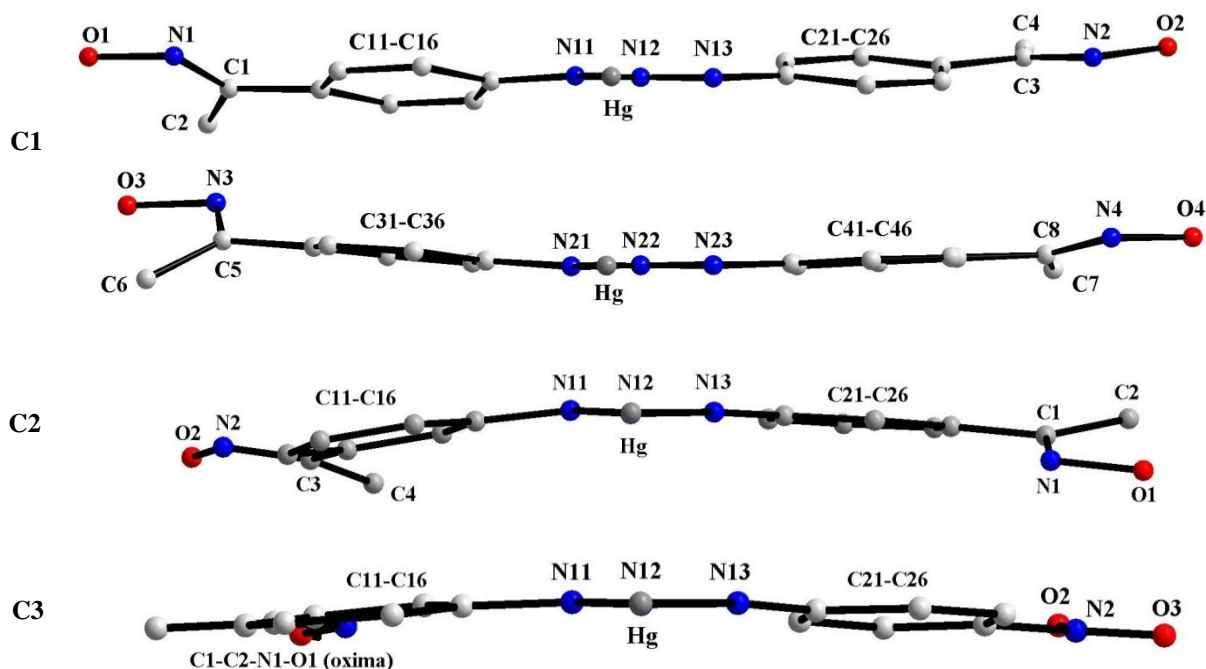
As estruturas moleculares de C2 e C3, desconsiderando a molécula de DMSO, não são completamente planares, mas aproximam-se bastante de uma estrutura planar, onde os valores do r.m.s. global das estruturas calculados experimentalmente, para C2 e C3 são 0,2350 Å e 0,0716 Å respectivamente (Figura 54). Considerando-se os átomos N11, N12, N13 e Hg como o plano principal, e relacionando este plano com os anéis fenila, observam-se ângulos interplanares diferente de zero, sendo mais acentuado o ângulo 12,70 (0,21) $^{\circ}$, entre o plano do anel C11-C16 e o plano N11, N12, N13 e Hg, para o complexo C1. Outros dados em relação aos desvios da planaridade estão na Tabela 25 para o complexo C1 e Tabela 26 para os complexos C2 e C3.

Tabela 25: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos do complexo C1.

Fragmento	Complexo C1	
	r.m.s (Å)	(°)
C11 – C16/N11, N12, N13, Hg	0,0031/ 0,0030	12,70 (0,21)
C21 – C26/N11, N12, N13, Hg	0,0067/0,0030	9,12 (0,25)
C31 – C36/N21, N22, N23, Hg	0,0030/0,0033	6,12 (0,22)
C41 – C46/N21, N22, N23, Hg	0,0046/0,0033	2,17 (0,25)
C11-C16/O1, N1, C1, C2 (oxima)	0,0031/0,0005	13,29 (0,34)
C21 – C26 / O2, N2, C3, C4 (oxima)	0,0067/0,0033	7,21 (0,28)
C31-C36/O3, N3, C5, C6 (oxima)	0,0030/0,0081	32,08 (0,24)
C41-C46/O4, N4, C7, C8 (oxima)	0,0046/0,0063	9,38 (0,31)
C11 – C16/C21 – C26	0,0031/0,0067	21,65 (0,19)
C31 – C36/C41 – C46	0,0030/0,0046	7,89 (0,21)

Tabela 26: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos do complexo C2 e C3.

Fragmento	Complexo C2		Complexo C3	
	r.m.s (Å)	(°)	r.m.s (Å)	(°)
C11 – C16/N11, N12, N13, Hg	0,0062/0,0151	10,72 (0,30)	0,0093/0,0079	5,80 (0,34)
C21 – C26/N11, N12, N13, Hg	0,0066/0,0151	3,04 (0,30)	0,0036/0,0079	5,27 (0,44)
C11-C16/O1, N1, C1, C2 (oxima)	0,0066/0,0023	17,96 (0,35)	0,0093/0,0037	6,46 (0,53)
C21 – C26 / O2, N2, C3, C4 (oxima)	0,0062/0,0017	11,54(0,50)	---	---
C21 – C26 /N2,O2,O3 (Nitro)	---	---	0,0036/0,0000	8,35 (1,26)
C11 – C16/C21 – C26	0,0062/0,0062	12,54 (0,31)	0,0093/0,0036	8,82 (0,41)

**Figura 54:** Projeções das estruturas de C1, C2 e C3 ressaltando o grau de distorção da planaridade total.

O arranjo supramolecular de C1 é composto por uma cadeia unidimensional formada por ligações de hidrogênio clássicas O–H···O entre o substituinte oxima e a molécula de dimetilsulfóxido ao longo do eixo cristalográfico $[01\bar{1}]$, como mostra a Figura 55. Esta cadeia relaciona-se através de um centro de inversão com outra cadeia igual, mas antiparalela, ligada através de ligações clássicas entre O–H···N e interações do tipo metal areno π , entre o anel C41-C46 e o íon Hg^{2+} [$\text{Hg}\cdots\text{Cg}=3,284 \text{ \AA}$] (Figura 56). A Tabela 27 compõe todas as interações envolvidas na formação da cadeia 1-D.

Tabela 27: Comprimentos e ângulos (\AA , $^\circ$) para as ligações de hidrogênio clássicas encontradas para o C1.

Doador – H···A	D – H	H···A	D···A	D – H···A
O3–H3···O5 ³	0,88 (6)	1,83 (6)	2,861 (5)	168 (4)
O4–H4···O5 ³	0,82	2,03	2,839 (5)	170
O1–H1···N3 ⁷	1,05 (6)	1,83 (6)	2,861 (5)	168 (4)

Código de simetria: (3) $-1+x, y, 1+z$; (7) $1-x, 1-y, 1-z$.

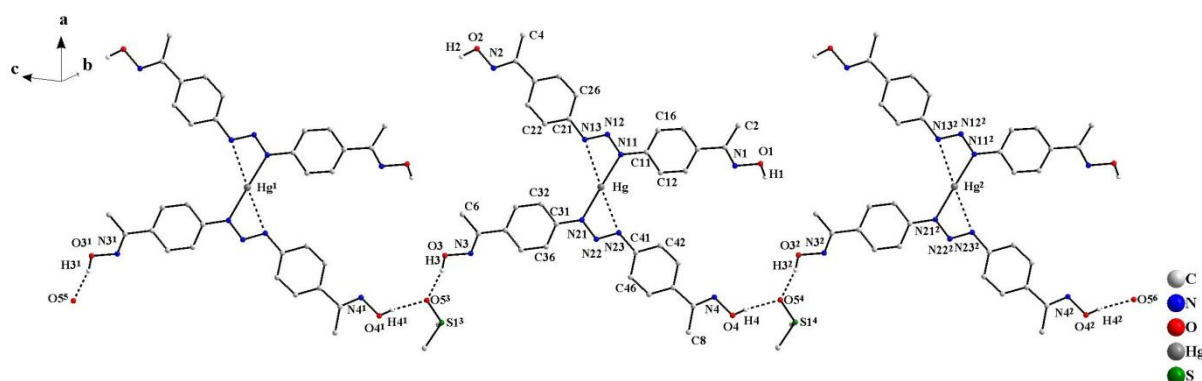


Figura 55: Projeção da cadeia unidimensional formada por ligações de hidrogênio clássicas entre o oxigênio do substituinte oxima e o oxigênio do DMSO na direção cristalográfica $[01\bar{1}]$. Os átomos de hidrogênio que não participam de ligações de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Códigos de simetria: (1) $x, -1+y, 1+z$; (2) $x, 1+y, -1+z$; (3) $-1+x, y, 1+z$; (4) $-1+x, 1+y, z$; (5) $-1+x, -1+y, 2+z$; (6) $-1+x, 2+y, -1+z$.

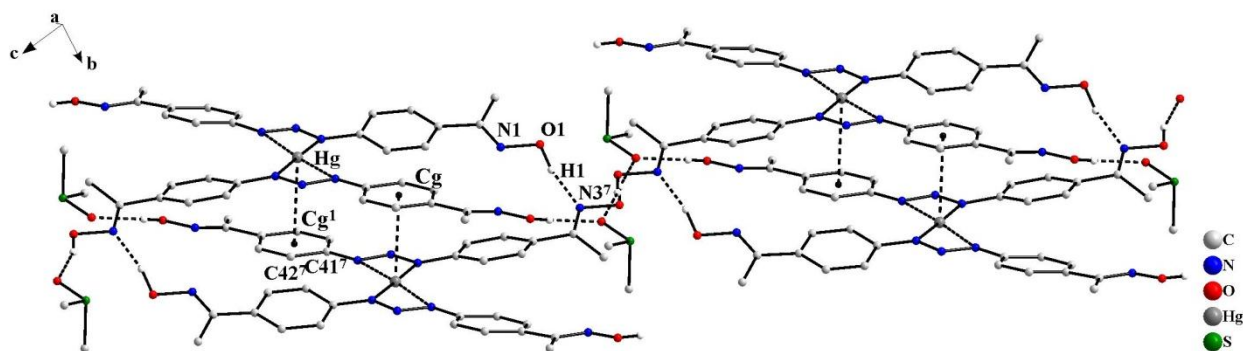


Figura 56: Projeção da cadeia unidimensional ao longo da direção cristalográfica $[01\bar{1}]$ evidenciando as interações $\text{Hg}\cdots\text{Cg}$. Os átomos de hidrogênio que não participam de ligações de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Código de simetria: (7) $1-x, 1-y, 1-z$.

A estrutura cristalina de C2 apresenta um arranjo bidimensional formado por dois tipos distintos de interações:

- *via* ligações de hidrogênio clássicas entre o oxigênio do substituinte oxima e o oxigênio do DMSO na direção cristalográfica [101] (Figura 57), (Tabela 28);
- *via* interações metal-areno π na direção cristalográfica [001] (Figura 58).

Tabela 28: Distâncias e ângulos (Å, °) para as ligações de hidrogênio clássicas encontradas para o C2.

Doador – H ... Receptor	D – H	H...A	D...A	D – H...A
O1 – H1...O3 ²	0,82	1,93	2,741(6)	172 °
O2 ⁴ – H2 ⁴ ...O3 ²	0,82	1,90	2,696(6)	163 °

Código de simetria: (2) $-x, -y, -1-z$; (4) $-1+x, y, -1+z$;

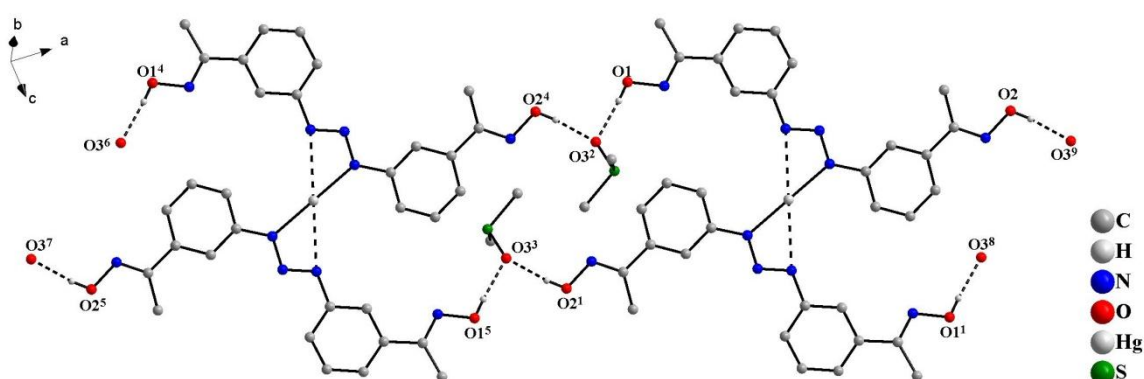


Figura 57: Projeção da cadeia unidimensional formada por ligações de hidrogênio clássicas entre o oxigênio do substituinte oxima e o oxigênio do DMSO na direção cristalográfica [101]. Os átomos de hidrogênio que não participam de ligações de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Códigos de simetria:

(1) $-x, -y, -z$; (2) $-x, -y, -1-z$; (3) $-1+x, y, z$; (4) $-1+x, y, -1+z$; (5) $-1-x, -y, -1-z$; (6) $-1-x, -y, -2-z$; (7) $-2+x, y, -1+z$; (8) $x, y, 1+z$; (9) $1-x, -y, -z$.

A translação operada pela unidade $\{\text{Hg}^{\text{II}}[\text{HON}(\text{CH}_3)\text{CPhNNNPhC}(\text{CH}_3)\text{NOH}]_2\}$ gera unidades empilhadas unidimensionalmente ao longo do eixo cristalográfico c através de interações não-clássicas metal-areno π [$\text{Hg}(\text{II})-\eta^2, \eta^2\text{-areno } \pi$], entre o íon Hg^{2+} e os átomos de carbono dos anéis periféricos de duas unidades moleculares vizinhas, como mostra a Figura 58. Os dois anéis fenila da interação $\text{Hg-areno-}\eta^2, \eta^2 \pi$ estão localizadas paralelamente ao plano molecular principal do complexo $\{\text{Hg}^{\text{II}}[\text{HON}(\text{CH}_3)\text{CPhNNNPhC}(\text{CH}_3)\text{NOH}]_2\}$ e coordenado ao íon Hg^{2+} numa ligação do tipo π . Em cada molécula, os dois anéis fenila da cadeia triazenídica estão ligados diretamente ao centro metálico, acima e abaixo do plano, reforçando o encadeamento da rede. Deste modo, cada complexo $\{\text{Hg}^{\text{II}}[\text{HON}(\text{CH}_3)\text{CPhNNNPhC}(\text{CH}_3)\text{NOH}]_2\}$ está ligado com outros dois através de quatro interações secundárias do tipo metal- η^2 .

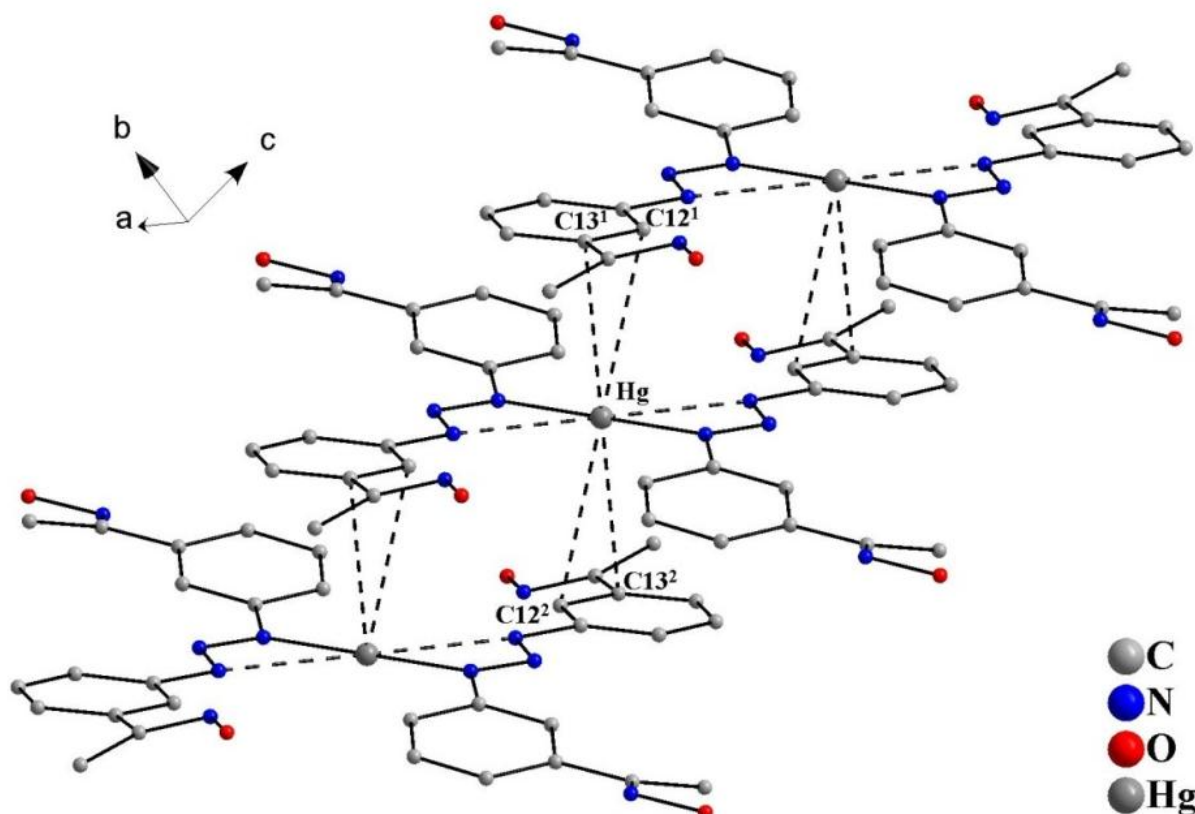


Figura 58: Projeção do empilhamento das unidades monoméricas do complexo C2 na direção cristalográfica [001] mostrando as interações Hg-areno- $\eta^2, \eta^2 \pi$ entre o íon Hg(II) e os átomos de carbono dos anéis periféricos C12 e C13 das duas unidades vizinhas. Os átomos de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Códigos de simetria: (1) $x, y, 1+z$; (2) $-x, -y, -1-z$.

Dois átomos de carbono C12 – C13 do anel possuem distâncias curtas em relação ao íon Hg^{2+} : estas pequenas distâncias intermoleculares a partir do centro Hg^{2+} , em direção aos anéis fenila são 3,343(6) Å ($\text{Hg} \cdots \text{C12}^1$) e 3,420(6) Å ($\text{Hg} \cdots \text{C13}^1$), código de simetria (1) $x, y, 1+z$. A distância do íon metálico para o ponto central da ligação C12¹– C13¹ é 3,308 Å e a distância entre o ponto centróide do anel fenila e o íon Hg^{2+} é 3,410 Å. Observando-se a assimetria dos contatos π , em $\{\text{Hg}^{\text{II}}[\text{HON}(\text{CH}_3)\text{CPhNNNPhC}(\text{CH}_3)\text{NOH}]_2\}$, permitem excluir a possibilidade da ocorrência de interações intermoleculares do tipo $\text{Hg} \cdots \eta^6$ areno π .

As cadeias unidimensionais mostradas separadamente nas Figuras 57 e 58 formam uma estrutura bidimensional (2-D), como mostra a Figura 59.

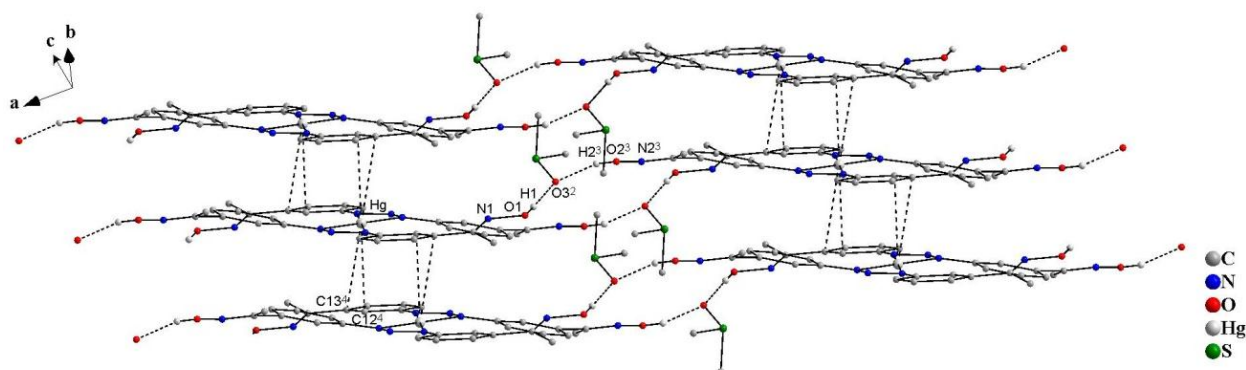


Figura 59: Projeção da seção da rede bidimensional (2-D) do auto-arranjo de C2. Interações intermoleculares centrossimétricas $\text{Hg(II)}-\eta^2, \eta^2$ -areno π na direção do eixo cristalográfico [001] e ligações de hidrogênio clássicas $\text{O-H}\cdots\text{O}$ na direção cristalográfica [101] são mostradas nas linhas tracejadas. Códigos de simetria usados para gerar os átomos equivalentes: (2) $-x, -y, -1-z$; (3) $-x, -y, -1-z$; (4) $-1+x, y, -1+z$.

A estrutura cristalina de C3 apresenta um arranjo tridimensional formado pelas seguintes interações intermoleculares descritas abaixo:

- *via* ligações de hidrogênio não-clássicas entre C-H_{Ar} e oxigênio do grupo nitro na direção $[\bar{1}01]$ (Figura 60);
- *via* ligações de hidrogênio não-clássicas entre C-H e entre moléculas de DMSO na direção $[211]$ (Figura 61);
- *via* interação metal-areno π $[\text{Hg}\cdots\text{Cg}]$ e $\text{C-H}\cdots\pi$ $[\text{C-H}\cdots\text{Cg}]$ na direção do eixo $[100]$ (Figura 62);

A estrutura cristalina de C3 apresenta cadeias unidimensionais formada por ligações de hidrogênio não-clássicas bifurcadas entre o carbono do anel aromático e o oxigênio do grupo nitro da molécula vizinha $\text{C13-H13}\cdots\text{O3}$ e $\text{C23-H23}\cdots\text{O3}$ na direção cristalográfica $[\bar{1}01]$, conforme Figura 60. Comprimentos e ângulos de ligação selecionados estão na Tabela 29.

Tabela 29: Comprimentos e ângulo (Å, °) das interações selecionadas para o complexo C3. Desvio padrão entre parênteses.

Doador – H ... Receptor	H ... A	D ... A	D–H ... A
O1–H1 ... O4	1,87(6)	2,687(6)	174°
C13–H13 ... O3 ¹	2,24(6)	2,654(8)	105°
C23–H23 ... O3 ²	2,56(6)	3,490(9)	173,6°
C4 ³ –H4B ³ ... O4 ⁴	2,53(5)	3,42(9)	154,45°
C3 ⁵ –H3B ⁵ ... O4 ⁴	2,68(5)	3,52(9)	147,4°
C2 ⁶ –H2B ⁶ ... Cg ⁷	2,74(1)	3,58(6)	146,4°

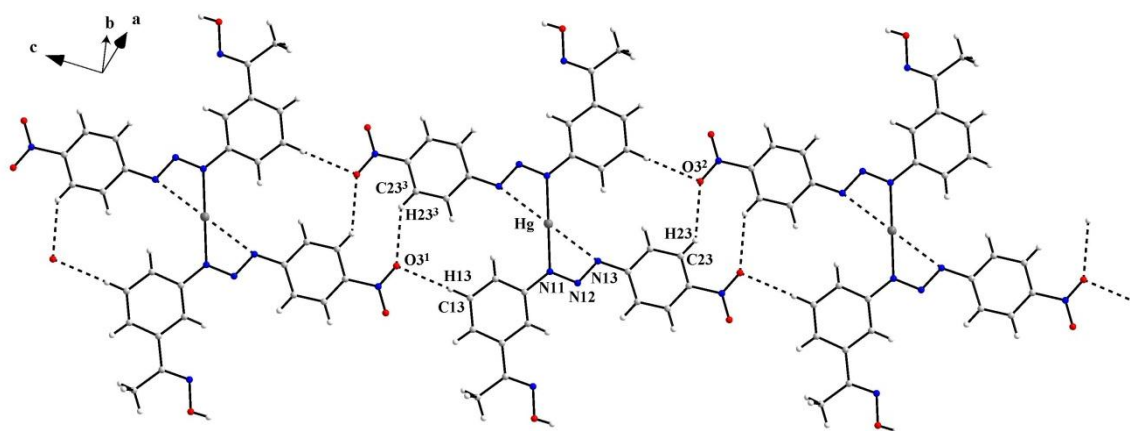


Figura 60: Projeção da cadeia unidimensional de C3 formada por ligações de hidrogênio não-clássicas entre o carbono do anel aromático e o oxigênio do grupo nitro da molécula vizinha C13–H13...O3 e C23–H23...O3 na direção cristalográfica $[\bar{1}01]$. Códigos de simetria: (1) $-1+x, y, 1+z$; (2) $3-x, 1-y, 1-z$; (3) $2-x, 1-y, 2-z$.

As moléculas de dimetilsulfóxido que atuam como solvato de cristalização possuem importante função na estrutura cristalina, expandindo a rede cristalina unidimensional para bidimensional, onde duas moléculas de dimetilsulfóxido interagem com ligações de hidrogênio não-clássicas entre C3–H3B...O4 e C4–H4B...O4 com duas cadeias adjacentes, através de ligações de hidrogênio clássicas e não clássicas entre O1–H1...O4 e C3–H3B...O2, como mostra a Figura 61.

A rede expande-se de bidimensional para tridimensional através de interações não-clássicas metal-areno π [$\text{Hg(II)}-\eta^6, \eta^6\text{-areno } \pi$], entre o íon Hg^{2+} e os átomos de carbono dos anéis fenila periféricos de duas unidades moleculares vizinhas, como mostra a Figura 62. Destaca-se na Figura 62 as ligações de hidrogênio não-clássicas entre um carbono do grupo metila e o centro geométrico (centróide) do anel aromático C11-C16 [C2–H2B ... Cg].

A Tabela 30 mostra os comprimentos e ângulos de interações selecionados e valores de referência encontrados na literatura.

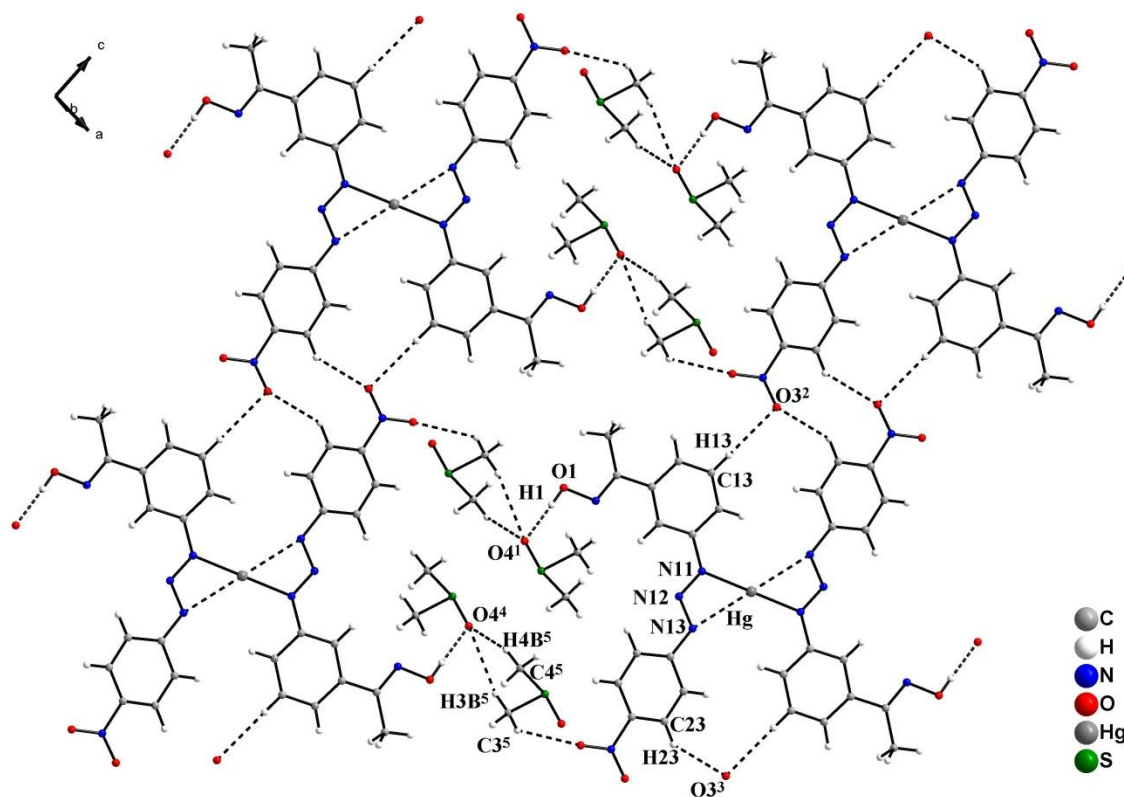


Figura 61: Projeção da cadeia bidimensional de C3 formada por ligações de hidrogênio clássicas e não-clássicas entre o DMSO e os átomos de oxigênios das cadeias adjacentes. Códigos de simetria: (1) x, y, z ; (2) $1-x, y, 1+z$; (3) $3-x, 1-y, 1-z$; (4) $-x, -y, 1-z$; (5) $1-x, -y, 1-z$.

Tabela 30: Valores da literatura para comparação das interações C—H \cdots π entre o complexo C3 e compostos encontrados na literatura .

	C—H \cdots Cg		
	H \cdots A	D \cdots A	D—H \cdots A
Complexo C3 (C2—H2B \cdots Cg)	2,74(1)	3,58(6)	146,4 °
Referência			
93	2,88	3,480(5)	122
94	2,71	3,505(2)	142
95	2,67	3,466(3)	137
96	2,96	3,629(2)	129
97	2,97	3,902(4)	169

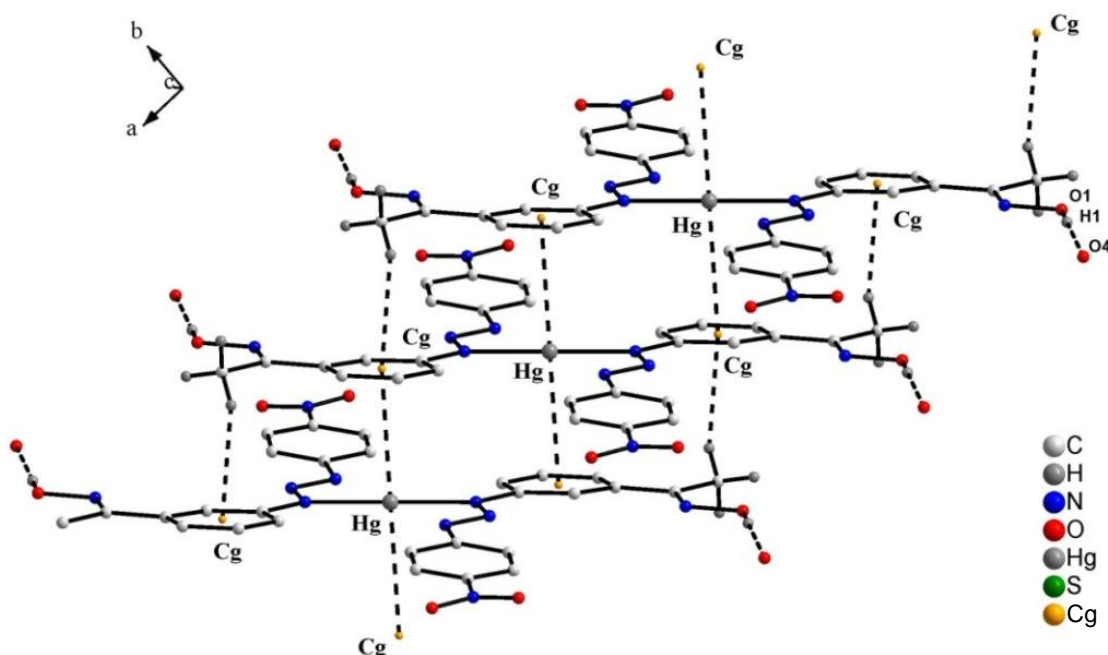


Figura 62: Projeção do empilhamento das unidades monoméricas de C3 na direção do eixo cristalográfico [100] mostrando as interações Hg-areno- $\eta^6, \eta^6 \pi$ entre o íon Hg^{2+} e os átomos de carbono dos anéis fenílicos periféricos C12-C16 das duas unidades vizinhas. Os átomos de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Códigos de simetria: (1) $x, y, 1+z$; (2) $-x, -y, -1-z$.

Em cada molécula, os dois anéis fenílicos da cadeia triazenídica estão ligados diretamente ao centro metálico, acima e abaixo do plano, reforçando o encadeamento da rede. Deste modo, cada complexo $\{\text{Hg}^{\text{II}}[\text{HON}(\text{CH}_3)\text{CPhNNNPhNO}_2]_2\}$ está ligado com outros dois através de doze interações secundárias do tipo metal- η^6 -areno π . Os seis átomos de carbono C11–C16 do anel possuem distâncias curtas em relação ao íon $\text{Hg}(\text{II})$. Estas pequenas distâncias intermoleculares a partir do $\text{Hg}(\text{II})$ em direção aos átomos de carbono C11 ao C16 são [3,489(5); 3,480(6); 3,513(7); 3,607(6); 3,625(5); 3,540(5) Å]. A distância entre o ponto centróide do anel fenílico e o íon $\text{Hg}(\text{II})$ é 3,261 Å. Observando-se a simetria dos contatos π em $\{\text{Hg}^{\text{II}}[\text{HON}(\text{CH}_3)\text{CPhNNNPhCNO}_2]_2\}$, e considerando-se o anel C11–C16 um plano e a distância ao ponto centróide ao íon Hg^{2+} uma linha que atravessa o plano, o ângulo encontrado é de 3,39(10)°, mostrando que as interações são do tipo areno $\text{Hg} \cdots \eta^6$ -areno π .

4.3 Discussão estrutural dos complexos C4, C5, C6 e C7

Os complexos C4, C5, C6 e C7 foram sintetizados da mesma maneira, misturando-se uma solução de acetato de mercúrio (II) dissolvido em metanol em uma solução do pré-ligante dissolvido em acetona P.A., com posterior desprotonação com sódio metálico. Cristais

aptos à difração de raios-x em monocristal foram obtidos a partir da evaporação lenta da solução-mãe, não havendo formação de precipitado.

Nestes complexos o íon Hg^{2+} encontra-se coordenado a um ligante triazenido e um ligante acetato, apresentando geometria linear típica de uma hibridização *sp*. As projeções das estruturas moleculares dos complexos C4, C5, C6 e C7 estão nas Figuras 63-66, respectivamente.

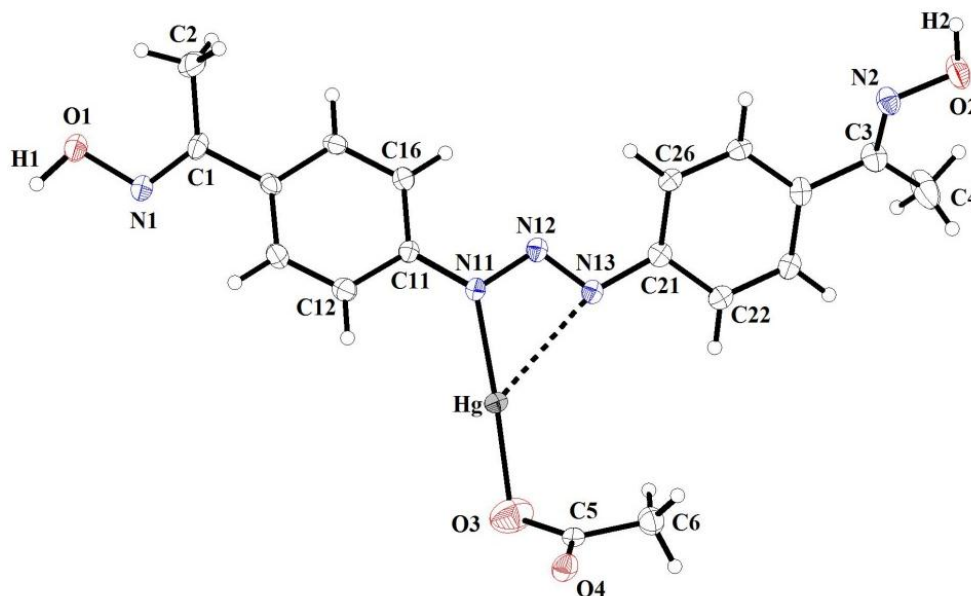


Figura 63: Projeção da estrutura molecular do complexo C4. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%. As linhas tracejadas representam interações secundárias.

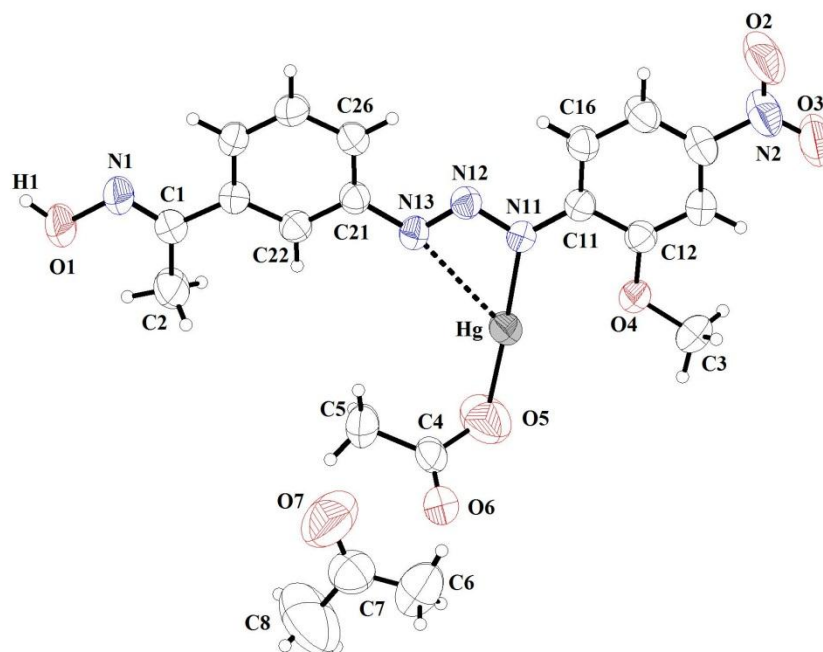


Figura 64: Projeção da estrutura molecular do complexo C5. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%. As linhas tracejadas representam interações secundárias.

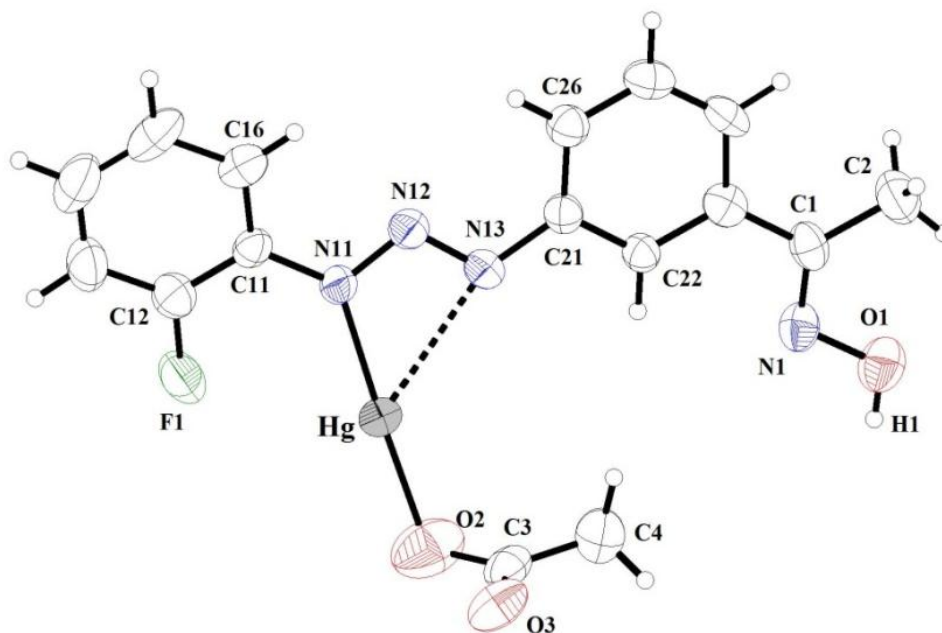


Figura 65: Projeção da estrutura molecular do complexo C6. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%. As linhas tracejadas representam interações secundárias.

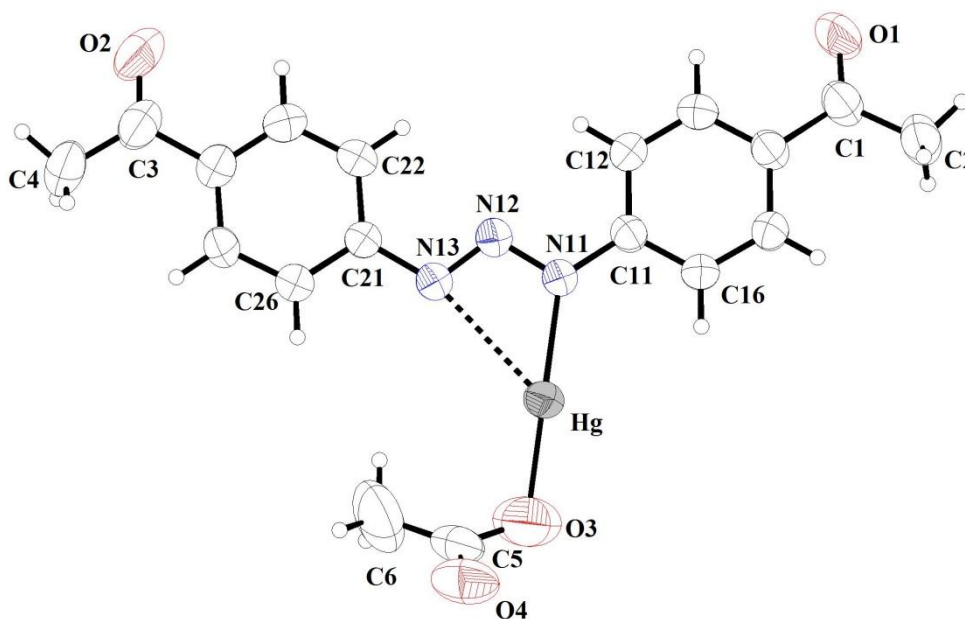


Figura 66: Projeção da estrutura molecular do complexo C7. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%. As linhas tracejadas representam interações secundárias.

Na Tabela 31 estão as distâncias de ligação e na Tabela 32 os ângulos selecionadas para os complexos C4, C5, C6 e C7.

Tabela 31: Comprimentos (Å) de ligações selecionados para os complexos C4, C5, C6 e C7. Desvio padrão entre parênteses.

Ligação	C4	C5	C6	C7
Hg – N11	2,093(5)	2,099(3)	2,097(4)	2,095(3)
Hg ... N13	2,672(5)	2,806(3)	2,656(4)	2,749(3)
Hg – O	2,090(6)	2,108(4)	2,091(5)	2,092(5)
N11 – N12	1,332(6)	1,339(4)	1,311(6)	1,321(4)
N12 – N13	1,277(6)	1,266(4)	1,285(6)	1,269(4)
N11 – C11	1,398(7)	1,386(5)	1,414(6)	1,399(5)
N13 – C21	1,406(7)	1,428(4)	1,415(6)	1,406(4)

Tabela 32: Ângulos (°) de ligações selecionados para os complexos C4, C5, C6 e C7. Desvio padrão entre parênteses.

Ângulos	C4	C5	C6	C7
N11 – Hg – O	174,3(2)	177,19(15)	177,35(19)	177,99(19)
N11–N12–N13	110,1(5)	112,0(3)	111,4(4)	112,1(3)
N12–N11–C11	117,2(5)	114,6(3)	115,7(4)	115,8(3)
N12–N13–C21	114,0(5)	112,9(3)	115,7(4)	112,9(3)

As estruturas moleculares dos complexos C4 a C7 se diferenciam bastante quanto a planaridade. Os complexos C4, C5, C6 e C7 apresentam distorções globais (considerando-se apenas o ligante triazenido, sem o ligante acetato), com valores globais de desvio da planaridade, r.m.s., de 0,4096 Å; 0,1375 Å; 0,1185 Å e 0,0944 Å; respectivamente. Na Figura 67 podem ser visualizados os desvios da planaridade dos substituintes fenila em relação ao plano N11-N12-N13-Hg. Outros dados em relação aos desvios da planaridade então na Tabela 33.

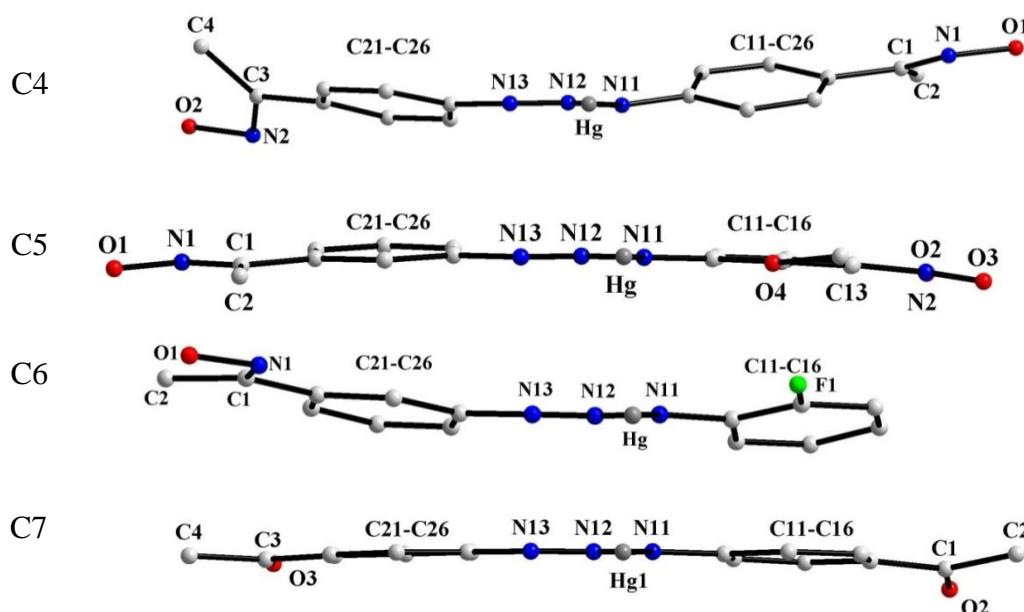
**Figura 67:** Projeções das estruturas de C4 a C7 ressaltando o grau de distorção da planaridade dos anéis em relação à cadeia de triazeno.

Tabela 33: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos dos complexos C4, C5, C6 e C7.

Complexo	Fragmento	r.m.s (Å)	(°)
C4	C11 – C16/C21 – C26	0,0094/ 0,0117	29,62 (0,18)
	C11 – C16/N11, N12, N13, Hg	0,0094/0,0123	18,03 (0,16)
	C21 – C26/N11, N12, N13, Hg	0,0117/0,0123	12,46 (0,26)
	C11-C16/O1, N1, C1, C2 (oxima)	0,0094/0,0009	25,77 (0,24)
	C21 – C26 / O2, N2, C3, C4 (oxima)	0,0117/0,0001	29,99 (0,38)
C5	C11 – C16/C21 – C26	0,0102/0,0057	5,82(0,20)
	C11 – C16/N11, N12, N13, Hg	0,0102/0,0076	3,07(0,21)
	C21 – C26/N11, N12, N13, Hg	0,0057/0,0076	5,38(0,20)
	C21 – C26 / O1, N1, C2, C1 (oxima)	0,0057/0,0031	1,74(0,29)
	C11 – C16/N2O2O3 (nitro)	0,0102/0,0000	11,93(0,71)
C6	C11 – C16/C21 – C26	0,0075/0,0050	12,38(0,30)
	C11 – C16/N11, N12, N13, Hg	0,0075/0,0081	15,56(0,28)
	C21 – C26/N11, N12, N13, Hg	0,0050/0,0093	11,68(0,26)
	C21 – C26 / O1, N1, C2, C1 (oxima)	0,0050/0,0081	3,65(0,36)
C7	C11 – C16/C21 – C26	0,0074/0,0052	4,01(0,22)
	C11 – C16/N11, N12, N13, Hg	0,0074/0,0024	4,10(0,24)
	C21 – C26/N11, N12, N13, Hg	0,0052/0,0024	3,80(0,82)
	C11 – C16/C1, C2, O2 (acetil)	0,0074/0,0000	13,32(0,73)
	C21 – C26/ C3, C4, O3 (acetil)	0,0052/0,0000	3,80(0,82)

4.3.1 Discussão estrutural do complexo C4

O arranjo cristalino de C4 é formado através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H \cdots N [O2 \cdots N1¹=2,847(8) Å; O2–H2 \cdots N1¹=175(10)°; código de simetria: (1) 1+x, 1+y, z], formando um arranjo unidimensional na direção cristalográfica [110], conforme mostra a Figura 68. Esta cadeia relaciona-se através de um centro de inversão com outra cadeia adjacente ligada através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H \cdots O [O1 \cdots O4²=2,656(6); O1–H1 \cdots O4²=162(11)°; código de simetria: (2) -1+x,-1+y,z], conforme mostra a Figura 69. A Tabela 34 mostra as ligações de hidrogênio clássicas para C4.

Tabela 34: Parâmetros geométricos para as interações intermoleculares (Å, °) para as ligações de hidrogênio presentes no complexo C4. Desvio padrão em parênteses.

D–H \cdots A	D–H	H \cdots A	D \cdots A	\angle D–H \cdots A
O2–H2 \cdots N1 ¹	0,95(3)	1,90(11)	2,847(8)	175(10)
O1–H1 \cdots O4 ²	0,97(12)	1,72(13)	2,656(6)	162(11)

(D= átomo doador, A = átomo receptor)

Códigos de simetria: (1) 1+x,1+y, z; (2) -1+x,-1+y, z.

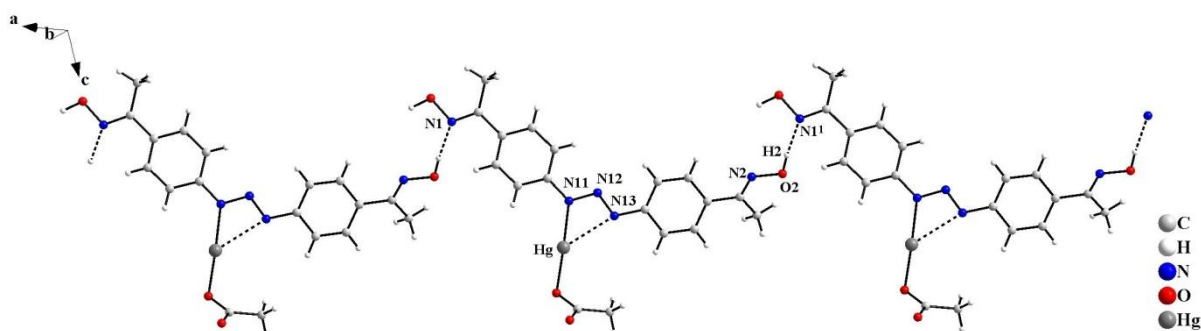


Figura 68: Projeção para o complexo C4 da cadeia unidimensional formada por ligações de hidrogênio clássicas entre o oxigênio do substituinte oxima e o nitrogênio do grupo oxima da molécula vizinha O2–H2···N1 na direção cristalográfica [110]. Códigos de simetria: (1) $1+x, 1+y, z$.

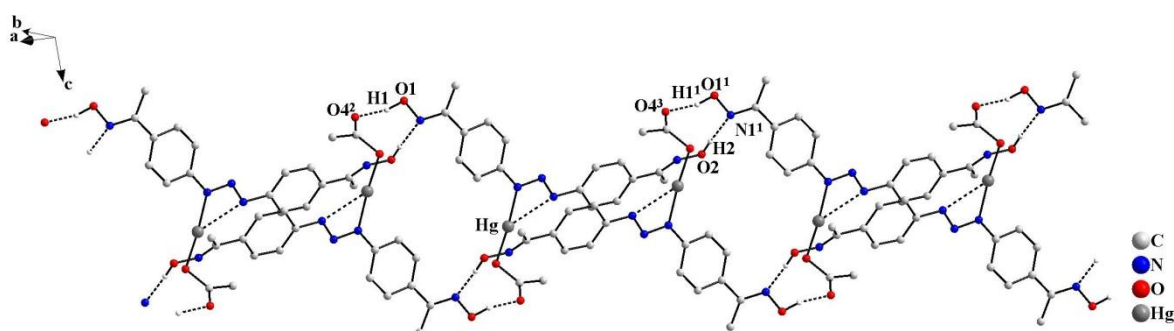


Figura 69: Projeção para o complexo C4 da cadeia unidimensional formada por ligações de hidrogênio clássicas entre o oxigênio do substituinte oxima e o nitrogênio do grupo oxima da molécula vizinha O2–H2···N1¹ na direção cristalográfica [110] e as ligações de hidrogênio clássicas O1–H1···O4², que interagem com a cadeia formada através de um centro de inversão. Os átomos de hidrogênios que não participam das ligações de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Códigos de simetria: (1) $1+x, 1+y, z$; (2) $-1+x, -1+y, z$; (3) $1-x, 1-y, -z$.

4.3.2 Discussão estrutural do complexo C5

O arranjo cristalino de C5 é formado através de ligações de hidrogênio clássicas entre O–H···O [O1···O6=2,753(5); O1–H1···O6=161(5)°; código de simetria: (1) $-1+x, 1+y, z$], formando uma cadeia unidimensional na direção cristalográfica $[1\bar{1}0]$, conforme mostra a Figura 70.

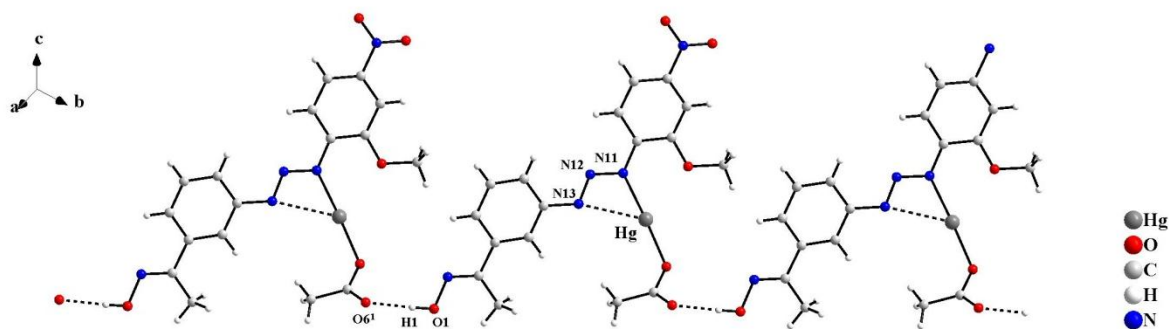


Figura 70: Projeção da cadeia unidimensional de C5 formada por ligações de hidrogênio clássicas entre o oxigênio O1 do substituinte oxima e o oxigênio O6 do ligante acetato da molécula vizinha ($O1-H1 \cdots O6^1$) na direção cristalográfica $[1\bar{1}0]$. Código de simetria: (1) $1+x, 1+y, z$.

Comparando-se as estruturas do pré-ligante PL4 e o complexo C5 observa-se que os comprimentos de ligação entre os nitrogênios N11 e N12 diminuem quando complexados ao mercúrio(II) e os nitrogênios N12 e N13 aumentam. Já os comprimentos de ligação N11 e C11 diminuem e N13 e C21 aumentam. Os valores comparativos de comprimento de ligação estão na Tabela 35. Estas diferenças de valores ocorrem são ocasionados pela desprotonação do pré-ligante.

Tabela 35: Comparação entre os comprimentos de ligações (Å) entre os pré-ligante PL4 e o complexo C5. Desvio padrão entre parênteses.

PL4	C5
N(11)–N(12) = 1,359(4)	N(11)–N(12) = 1,339(4)
N(12)–N(13) = 1,257(3)	N(12)–N(13) = 1,266(4)
C(11)–N(11) = 1,420(4)	C(11)–N(11) = 1,386(5)
C(21)–N(13) = 1,391(4)	C(21)–N(13) = 1,428(4)

Com relação à planaridade, observa-se que para o pré-ligante PL4 a planaridade global possui valor de r.m.s. = 0,2612 Å e o ligante triazenido no complexo C5 possui valor de r.m.s. = 0,1375 Å. Esta diminuição do valor deve-se à diminuição do ângulo interplanar entre os fragmentos fenil-oxima em relação à cadeia de nitrogênios, onde para o PL4 temos o valor de 16,00 ° e para o C5, 1,74 °.

4.3.3 Discussão estrutural do complexo C6

O arranjo cristalino de C6 é formado através de unidades moleculares do complexo C6 empilhadas e operadas por uma operação de simetria de translação-rotação, onde destacam-se ligações de hidrogênio clássicas entre O–H...O [O1...O3¹=2,749(7) Å; O1–H1...O3¹=156°; código de simetria: (1) $-\frac{1}{2}+x, 1-y, z$], ligações de hidrogênio não-clássicas entre C–H...F [C25...F1²=3,285(7) Å; C25–H25...F1²=123,1(4)°; código de simetria: (2) $\frac{1}{2}+x, 1-y, z$], interações intermoleculares do tipo empilhamento π (π -stacking) paralelamente deslocadas [Cg1...Cg2=3,756 Å, onde Cg1 e Cg2 são os pontos centroides do anéis C11–C16 e C21–C26, respectivamente], e interações do tipo Hg(II)- η^1 -areno π [Hg...C26=3,245 Å], formando uma cadeia unidimensional na direção cristalográfica [100] conforme mostra a Figura 72. Ainda pela Figura 72 é possível observar que esta cadeia expande-se a um arranjo bidimensional através de ligações de hidrogênio não-clássicas bifurcadas entre C–H...F [C24...F1²=2,645 Å; C24–H24...F1²=165,46(4)°; C2–F1²=2,623; C2–H2B...F1²=129,44(4)°; códigos de simetria: (2) $-1+x, -1+y, z$] ao longo do eixo cristalográfico [010]. A Figura 71 mostra o arranjo unidimensional formado através do eixo cristalográfico [010] e a Figura 72 mostra o arranjo bidimensional no plano (001), formado por todas as interações intermoleculares citadas acima e que estão listadas na Tabela 36.

Tabela 36: Parâmetros geométricos para as interações intermoleculares (Å, °) para as ligações de hidrogênio presentes no C6. Desvio padrão em parênteses.

D–H...A	D–H	H...A	D...A	\angle D–H...A
O1–H1...O3 ¹	0,820	1,980	2,749(7)	155,91
C24–H24...F1 ²	0,93	2,64	3,552(7)	165,4
C2–H2B...F1 ²	0,96	2,62	3,318(8)	129,5
C25–H25...F1 ³	0,93	2,68	3,285(7)	123,1

(D= átomo doador, A = átomo receptor). Códigos de simetria: (1) $-\frac{1}{2}+x, 1-y, z$; (2) $-1+x, -1+y, z$; (3) $\frac{1}{2}+x, 1-y, z$.

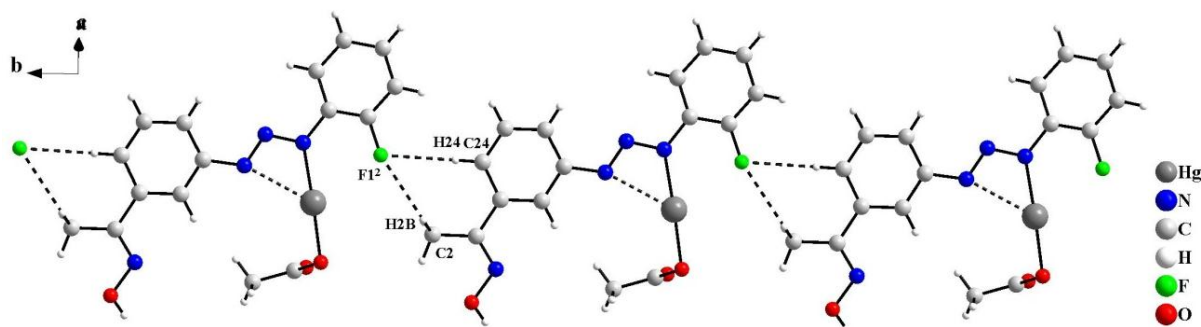


Figura 71: Projeção do arranjo unidimensional formado através do eixo cristalográfico [010].

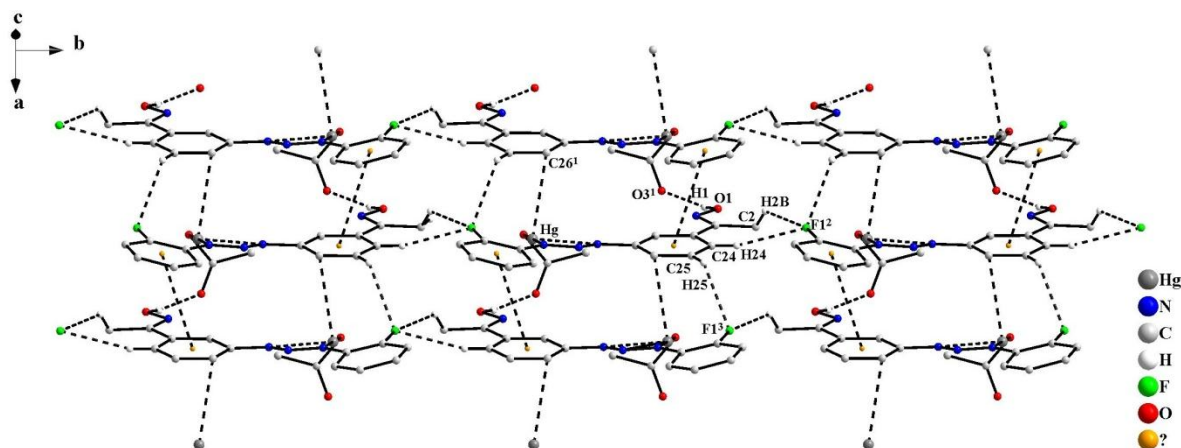


Figura 72: Projeção do empilhamento das unidades de C6 mostrando as interações Hg-areno- $\eta^1 \pi$ entre o íon Hg(II) e o átomo de carbono C26 do anel fenila periférico C21-C26. Cg é o ponto centróide do anel fenila que forma uma interação do tipo empilhamento π (π -stacking) paralelamente deslocadas. Os átomos de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Códigos de simetria: (1) $-\frac{1}{2}+x, 1-y, z$; (2) $-1+x, -1+y, z$; (3) $\frac{1}{2}+x, 1-y, z$.

Comparando-se as estruturas do pré-ligante PL2 e o complexo C6 observa-se que os comprimentos de ligação entre os nitrogênios N11 e N12 diminuem quando complexados ao mercúrio(II) e os nitrogênios N12 e N13 aumentam. Já os comprimentos de ligação N11 e C11 diminuem e N13 e C21 aumentam. Os valores comparativos de comprimento de ligação estão na Tabela 35. Estas diferenças de valores ocorrem devido ao deslocamento de densidade eletrônica ocasionado pela complexação com o Hg^{2+} .

Tabela 37: Comparação dos comprimentos de ligações (Å) entre os pré-ligante PL2 e o complexo C6. Desvio padrão em parênteses.

PL2	C6
N(11) – N(12) = 1,320(2)	N(11) – N(12) = 1,311(6)
N(12) – N(13) = 1,284(2)	N(12) – N(13) = 1,285(6)
C(11) – N(11) = 1,400(3)	C(11) – N(11) = 1,414(6)
C(21) – N(13) = 1,420(2)	C(21) – N(13) = 1,415(6)

Com relação à planaridade, observa-se que para o pré-ligante PL2 a planaridade global possui valor de r.m.s. = 0,4664 Å e o ligante triazenido no complexo C6 possui valor de r.m.s. = 0,1185 Å. Esta diminuição do valor deve-se à diminuição do ângulo interplanar entre os fragmentos fenilas em relação à cadeia de nitrogênios.

4.3.4 Discussão estrutural do complexo C7

O arranjo cristalino de C7 é constituído por duas cadeias unidimensionais que formam um arranjo bidimensional, formado por ligações de hidrogênio não clássicas entre C–H...O [$C25\cdots O1= \text{Å}$; $C25-H25\cdots O1^\circ$] e [$C2\cdots O2= \text{Å}$; $C2-H2B\cdots O2^\circ$]. A Tabela 38 mostra os comprimentos e ângulos de ligações e as Figuras Figura 73 e Figura 74 mostram as cadeias unidimensionais formadas ao longo do eixo cristalográfico $[\bar{1}10]$ e $[201]$, respectivamente.

Tabela 38: Parâmetros geométricos para as interações intermoleculares (Å, °) para as ligações de hidrogênio presentes em C7. Desvio padrão em parênteses.

D-H...A	D-H	H...A	D...A	$\angle D-H\cdots A$
$C25-H25\cdots O1^1$	0,93	2,50	3,216(7)	130,9
$C2-H2B\cdots O2^1$	0,96	2,50	3,397(6)	162,0

(D= átomo doador, A = átomo receptor). Código de simetria: (1) $-1+x, 1+y, z$.

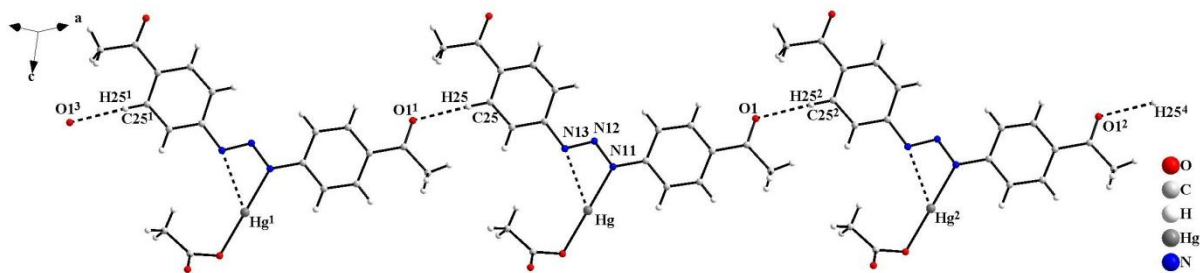


Figura 73: Projeção da cadeia unidimensional formada por ligações de hidrogênio não-clássicas entre o oxigênio O1 do substituinte acetila e o oxigênio C25 do anel aromático na direção cristalográfica $[\bar{1}10]$. Códigos de simetria: (1) $-1+x, 1+y, z$; (2) $1+x, -1+y, z$; (3) $-2+x, 2+y, z$; (4) $2+x, -2+y, z$.

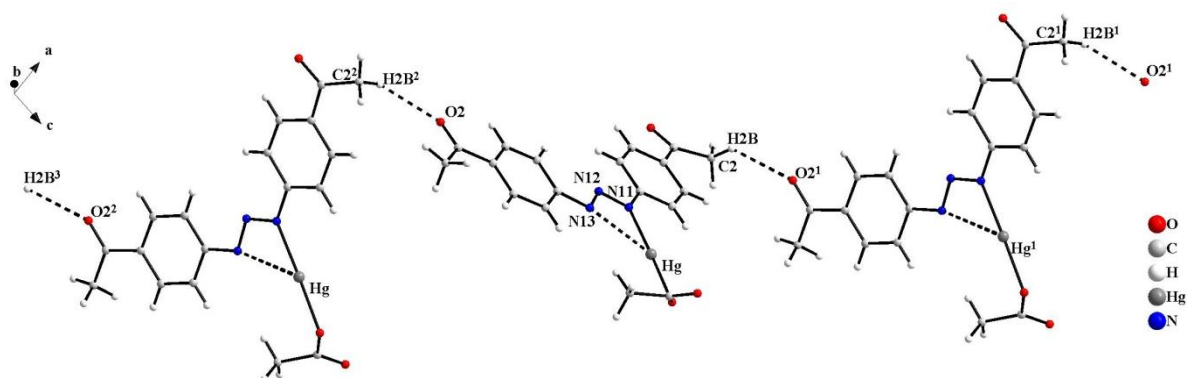


Figura 74: Projeção da cadeia unidimensional formada por ligações de hidrogênio não-clássicas entre o oxigênio C2 do substituinte acetila e o oxigênio O2 do substituinte acetil da molécula vizinha na direção cristalográfica $[201]$. Códigos de simetria: (1) $-1+x, 1+y, z$; (2) $1+x, -1+y, z$; (3) $-2+x, 2+y, z$.

O substituinte acetila mostra-se bastante versátil, com o oxigênio atuando como receptor de elétrons na formação de ligações de hidrogênio. Quando se analisa as duas cadeias unidimensionais mostradas nas Figuras 73 e 74 notam-se a formação do arranjo bidimensional mostrado na Figura 75.

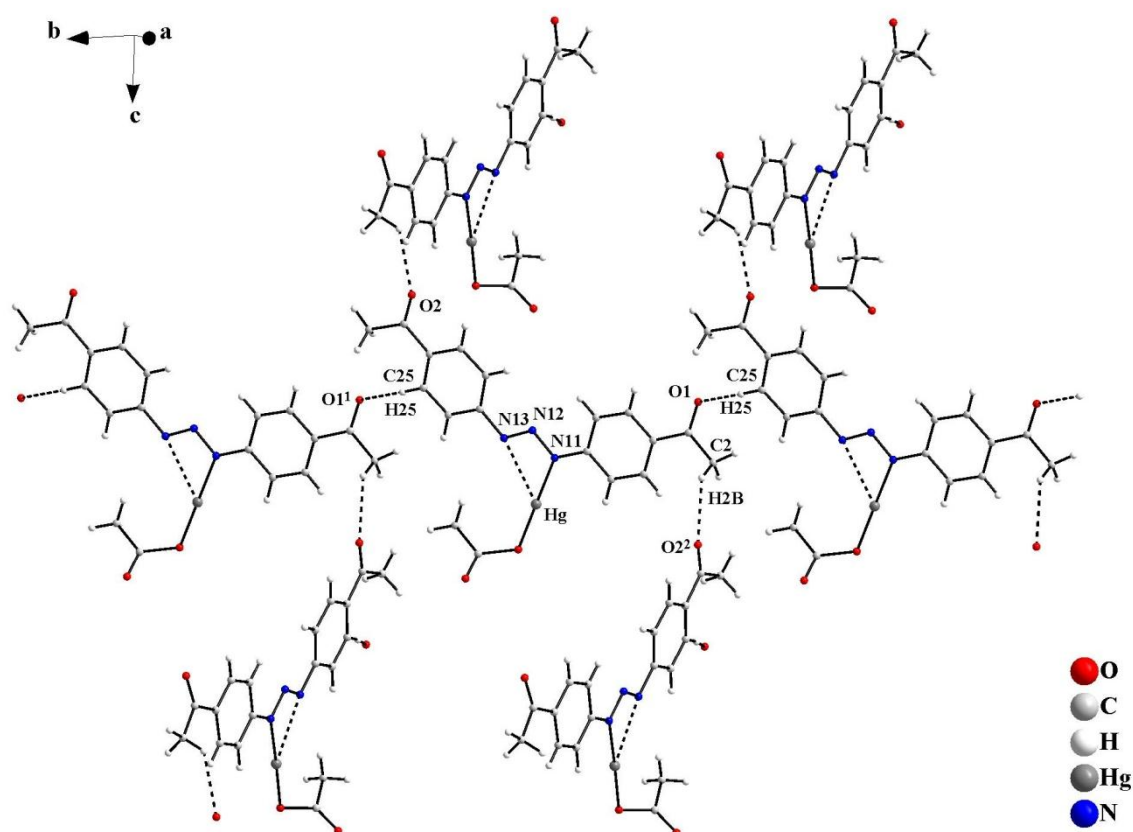


Figura 75: Projeção da cadeia bidimensional formada por ligações de hidrogênio não-clássicas entre o oxigênio O1 do substituinte acetil e o oxigênio C25 do anel aromático na direção cristalográfica $[\bar{1}10]$ e o oxigênio O2 do substituinte acetil e o oxigênio C2 do substituinte acetil na direção cristalográfica $[201]$. Códigos de simetria: (1) $-1+x, 1+y, z$; (2) $1+x -1+y, z$.

4.4 Discussão estrutural dos complexos C8 e C9

Os complexos C8 e C9 foram sintetizados reagindo-se, respectivamente, os pré-ligantes 1,3-*bis*-(4-acetilfenil)triazeno e 1-(4-nitrofenil)-3-(4-acetilfenil)triazeno com cloreto de mercúrio na proporção 2:1, com posterior adição de uma parte de trifetilfosfina. Nos dois complexos, dois ligantes 1,3-diaril substituídos desprotonados estão coordenados a um íon Hg^{2+} de modo monodentado e há a presença de uma ligação do metal com o átomo de fósforo

da trifenilfosfina. Nos complexos C8 e C9 com o íon Hg^{2+} apresentando uma esfera de coordenação trigonal planar, típica de uma hibridização sp^2 . As projeções das estruturas moleculares de C8 e C9 estão nas Figura 76 e Figura 77.

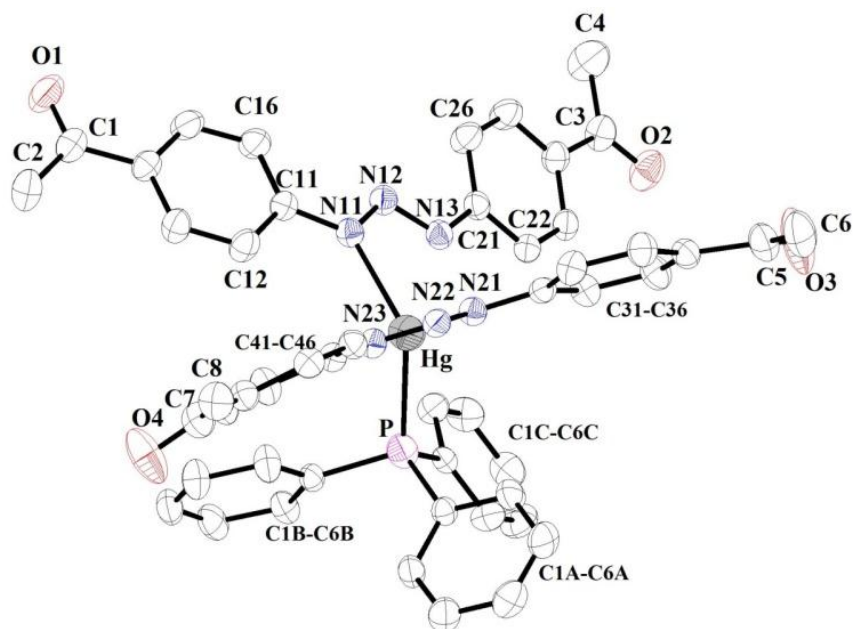


Figura 76: Projeção da estrutura molecular do complexo C8. Os átomos de hidrogênio foram omitidos para melhor visualização. Elipsoides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%.

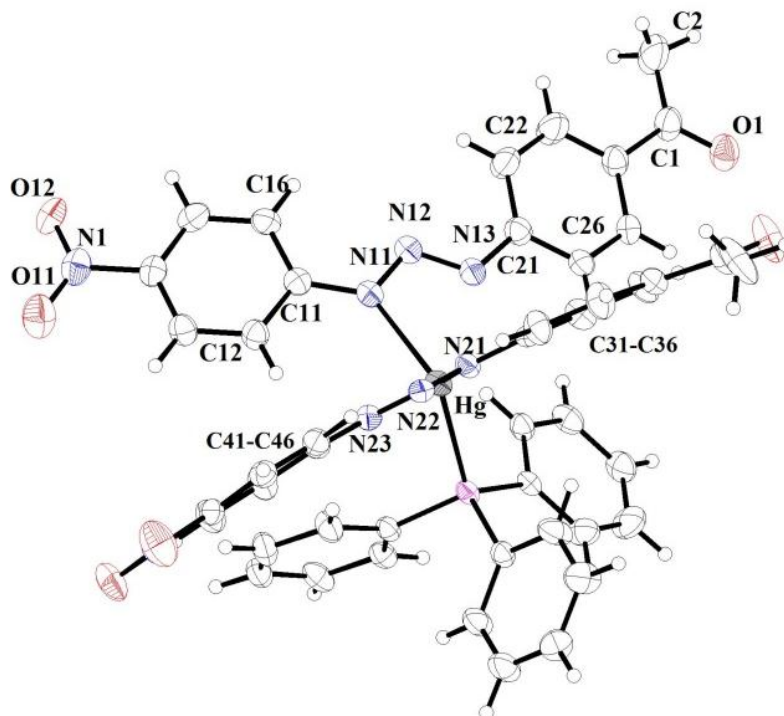


Figura 77: Projeção da estrutura molecular do complexo C9. Elipsoides térmicos representados com um nível de probabilidade de 50%.

Na Tabela 39 estão comprimentos e ângulos de ligação selecionados para os complexos C8 e C9.

Tabela 39: Comprimentos e ângulos de ligação (Å, °) selecionados para os complexos C8 e C9. Desvio padrão entre parênteses.

Comprimentos de Ligação			Ângulos de Ligação		
Ligação	C8	C9	Ângulos	C8	C9
Hg–N11	2,223 (2)	2,235 (3)	N11–Hg–P	135,07 (5)	132,13 (17)
Hg–N21	2,246 (2)	2,246 (3)	N21–Hg–P	119,14 (5)	120,05 (7)
Hg...N13	2,618 (2)	2,594 (3)	N11–Hg–N21	105,50 (7)	107,12 (10)
Hg – P	2,415 (6)	2,411 (9)	N11–N12–N13	110,7 (2)	109,5 (3)
N11–N12	1,305 (3)	1,314 (4)	N12–N11–C11	117,2 (2)	116,4 (3)
N21–N22	1,316 (3)	1,310 (4)	N12–N13–C21	114,7 (2)	114,8 (2)
N12–N13	1,298 (3)	1,302 (4)	N21–N22–N23	111,5 (2)	111,4 (2)
N22–N23	1,301 (3)	1,294 (4)	N22–N21–C31	116,3 (2)	116,6 (2)
N11–C11	1,403 (3)	1,397 (4)	N22–N23–C41	113,7 (2)	113,8 (2)
N21–C31	1,391 (3)	1,398 (4)			
N13–C21	1,405 (3)	1,410 (4)			
N23–C41	1,395 (3)	1,409 (4)			

As estruturas moleculares dos ligantes triazenidos de C8 e C9 não são completamente planares, mas aproximam-se bastante de uma estrutura planar, onde o valor do r.m.s. global dos ligantes triazenidos calculado experimentalmente para C8 e C9 está na Tabela 40. Considerando-se os átomos N11, N12, N13 e Hg como o plano principal, em relação aos anéis fenila observam-se ângulos interplanares diferente de zero. Os valores selecionados em relação aos desvios da planaridade entre fragmentos estão na Tabela 41.

Tabela 40: Valores do desvio da planaridade (r.m.s.) global para os ligantes triazenidos nos complexos C8 e C9.

	r.m.s. global do ligante triazenido	Projeção do ligante triazenido
C8	0,3351 Å	
	0,2599 Å	
C9	0,2893 Å	
	0,1526 Å	

Tabela 41: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos dos complexos C8 a C9. Desvio padrão entre parênteses.

Complexo	Fragmento	r.m.s (Å)	(°)
C8	O1,C1,C2/C11-C16	0,0000/0,0119	5,32 (054)
	Hg,N11,N12,N13/C11-C16	0,0142/0,0119	12,39 (0,17)
	Hg,N11,N12,N13/C21-C26	0,0142/0,0045	12,48 (0,14)
	O2,C3,C4/C21-C26	0,0000/0,0045	4,37 (0,52)
	O3,C5,C6/C31-C35	0,0000/0,0181	10,89 (0,66)
	Hg,N21,N22,N23/C31-C35	0,0028/0,0181	12,19 (0,17)
	Hg,N41,N42,N43/C41-C46	0,0028/0,0176	7,37 (0,15)
	O4,C8,C8/C41-C46	0,0000/0,0176	9,28 (0,48)
C9	N1,O11,O12/C11-C16	0,0000/0,0096	4,49 (0,63)
	Hg,N11,N12,N13/C11-C16	0,0137/0,0096	12,61 (0,21)
	Hg,N11,N12,N13/C21-C26	0,0137/0,0087	15,60 (0,18)
	O1,C1,C2/C21-C26	0,0000/0,0087	3,60 (0,64)
	O2,C3,C4/C31-C35	0,0000/0,0101	8,78 (0,70)
	Hg,N21,N22,N23/C31-C35	0,0098/0,0101	5,33 (0,23)
	Hg,N41,N42,N43/C41-C46	0,0098/0,0111	6,10 (0,20)
	N2,O21,O22/C41-C46	0,0000/0,0111	1,48 (0,56)

Como forma de variar o número de coordenação do íon Hg^{2+} , sua hibridização e obter estruturas moleculares não planares, optou-se por introduzir o ligante trifenilfosfina, observando-se que não ocorreram na estrutura supramolecular a formação de ligações de hidrogênio clássicas como nas estruturas essencialmente planares. A partir de uma análise mais apurada encontrou-se ligações de hidrogênio não clássicas, que contribuem para a formação de cadeias unidimensionais nos complexos C8 e C9.

A estrutura supramolecular de C8 é formada através de dímeros formados por ligações de hidrogênio não clássicas entre C23 e O2 [$\text{C23}\cdots\text{O2}=3,501(4)$ Å; $\text{C23-H23}\cdots\text{O2}=157,0^\circ$], onde uma unidade molecular se relaciona com a outra através de um centro de inversão. A Figura 78 mostra a projeção do dímero.

Este dímero relaciona-se com outro dímero através de ligações não clássicas entre C6C e O1 [$\text{C6C}\cdots\text{O1}=3,423(3)$ Å; $\text{C6C-H6C}\cdots\text{O1}=142,0^\circ$] e interações do tipo empilhamento π [$\text{Cg}^1\cdots\text{Cg}^2=3,824$], onde uma unidade dimérica relaciona-se com a outra através de um centro de inversão, formando uma cadeia na direção cristalográfica $[10\bar{1}]$ (Figura 79).

A estrutura cristalina de C9 também apresenta a formação de dímeros formados através de ligações de hidrogênio não clássicas entre C25 e O1 [$\text{C25}\cdots\text{O1}=3,385(4)$ Å; $\text{C25-H25}\cdots\text{O1}=154,0^\circ$], onde uma unidade molecular se relaciona com a outra através de um centro de inversão. Entretanto, os valores de outras interações são incompatíveis quando comparados a outros valores de comprimento e ângulos de ligação, concluindo-se que o complexo C9 não apresenta a formação de uma estrutura supramolecular. A Figura 80 mostra a projeção do dímero.

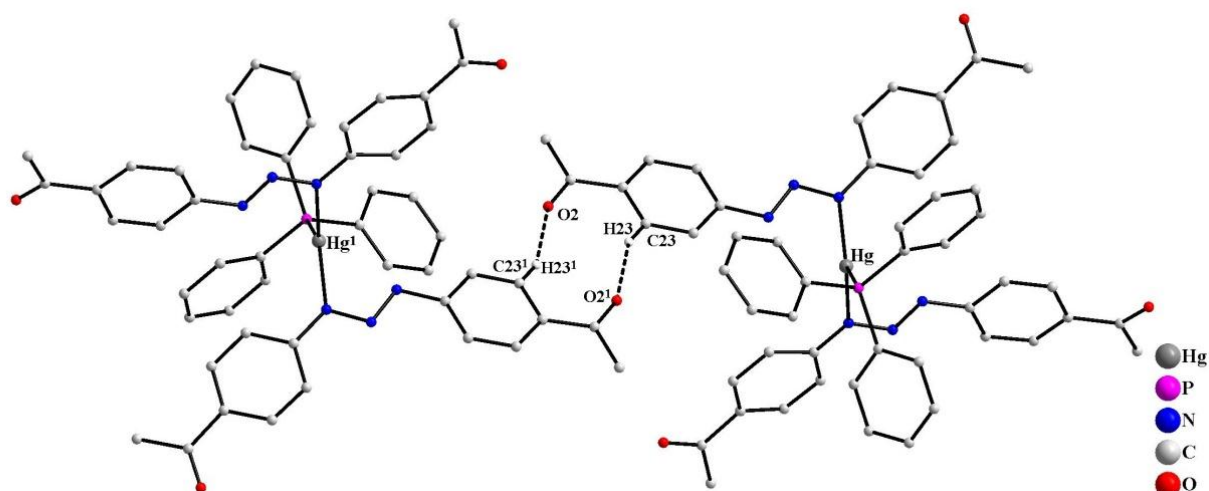


Figura 78: Projeção da estrutura molecular do dímero formado através das ligações de hidrogênio não clássicas entre C–H...O. Os átomos de hidrogênio que não participam das ligações intermoleculares foram omitidos para melhor visualização. Código de simetria: (1) $1-x, 2+y, -z$.

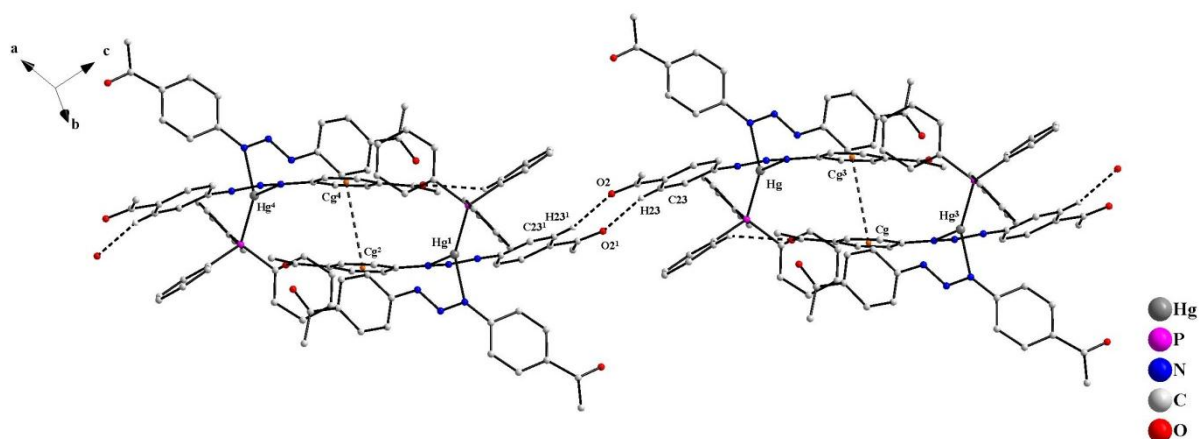


Figura 79: Projeção da estrutura molecular da cadeia unidimensional formada na direção cristalográfica $[10\bar{1}]$. Os átomos de hidrogênio que não participam das ligações intermoleculares foram omitidos para melhor visualização. Código de simetria: (1) $1-x, 2+y, -z$; (2) $1+x, y, -1+z$; (3) $-x, 2-y, 1-z$; (4) $1+x, y, -1+z$.

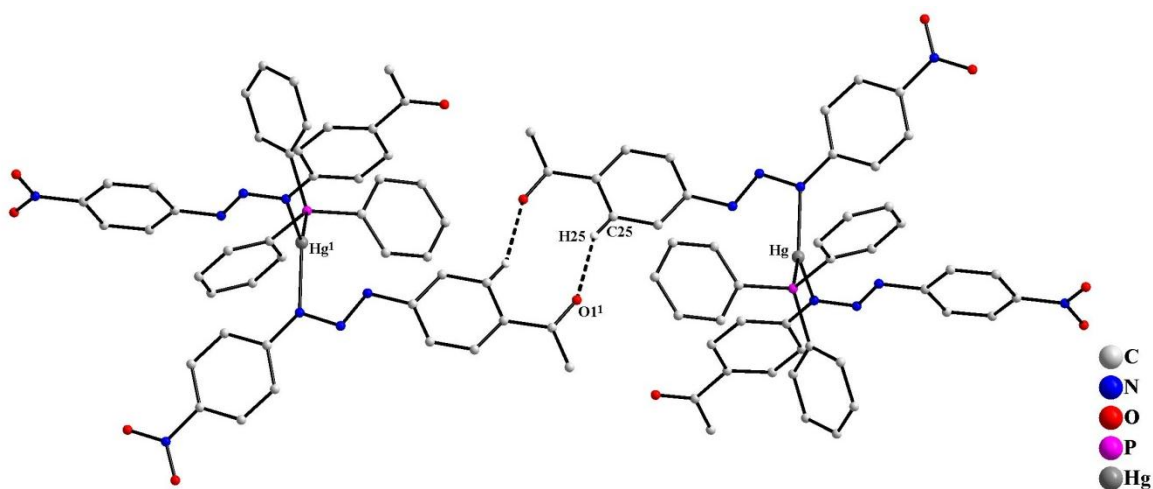


Figura 80: Projeção da estrutura molecular do dímero formado através das ligações de hidrogênio não clássicas entre C–H...O. Os átomos de hidrogênio que não participam das ligações intermoleculares foram omitidos para melhor visualização. Código de simetria: (1) $2-x, 1-y, 1-z$.

4.5 Discussão do complexo C10

O complexo C10 foi sintetizado com o pré-ligante 1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno obtido por Villis⁶⁵ em seu trabalho de doutorado, sendo a proporção entre o pré-ligante e o acetato de mercúrio(II) na síntese de 2:1, obtendo-se um pó de cor alaranjado, que, depois de seco, foi solubilizado em piridina. O complexo C10 apresenta na sua esfera de coordenação dois ligantes triazenidos coordenados de modo monodentado e dois ligantes piridina, evidenciando uma geometria tetraédrica distorcida para o íon Hg^{2+} , típica de uma hibridização sp^3 . A projeção da estrutura de C10 é apresentada na Figura 81. Na Tabela 42 estão comprimentos e ângulos de ligação selecionados para o complexo C10.

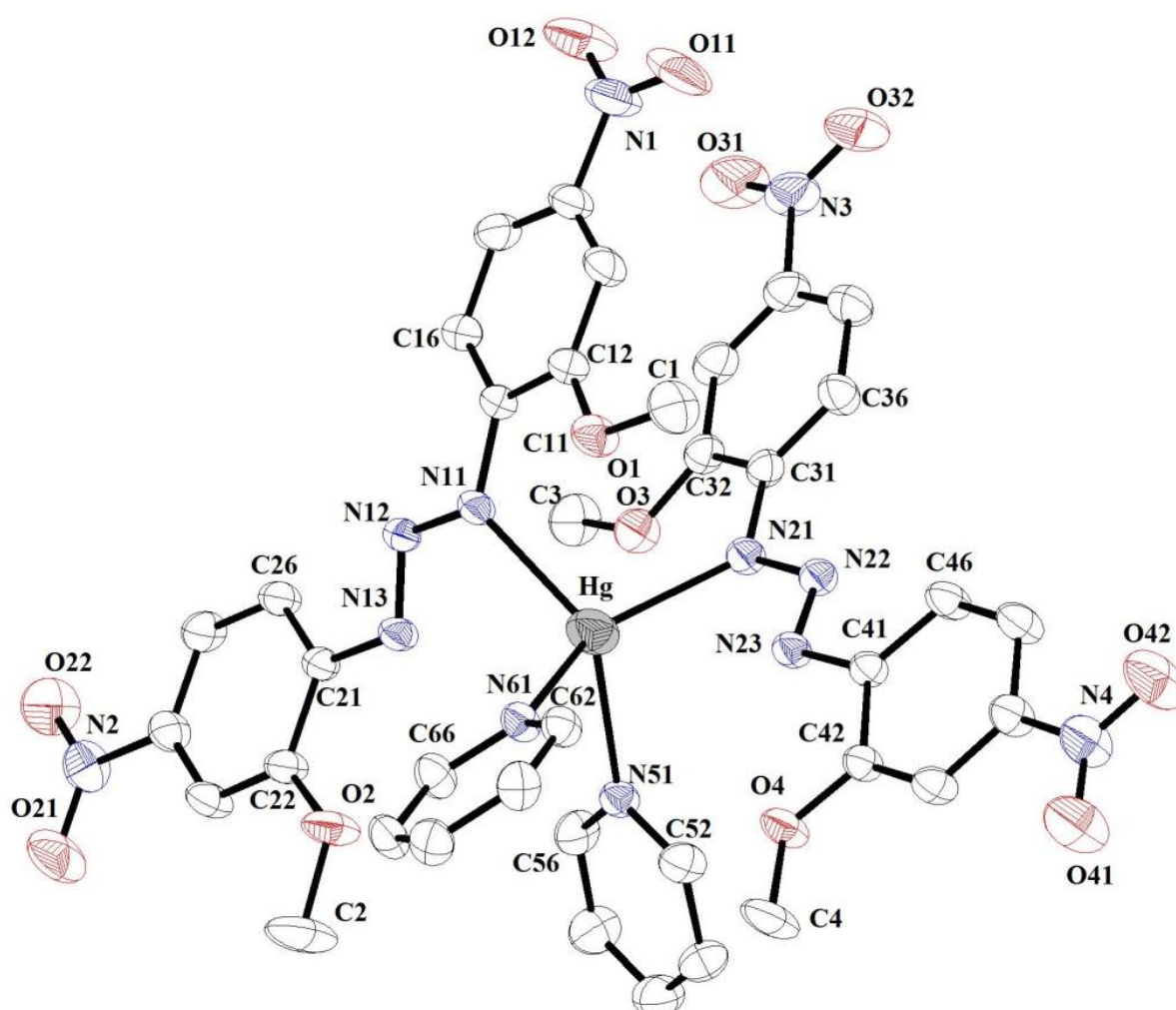


Figura 81: Projeção da estrutura molecular do complexo C10. Os hidrogênios foram omitidos para melhor visualização. Elipsóides térmicos representados com um nível de probabilidade de 30%.

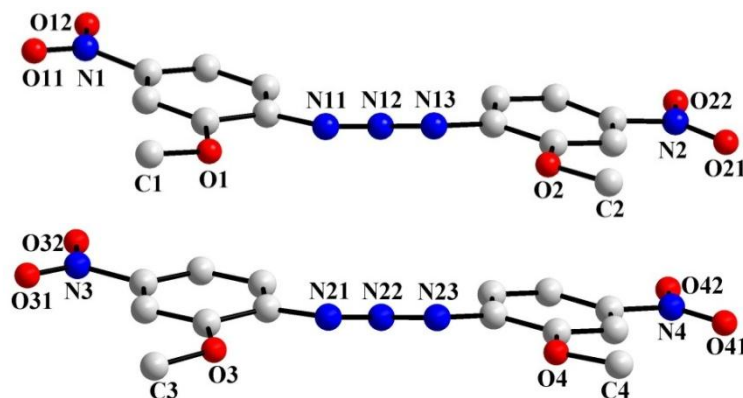
Tabela 42: Comprimentos e ângulos de ligação (Å, °) selecionados para o complexo C10.

Ligação	Å	Ângulos	°
Hg–N11	2,249 (2)	N11–Hg–N51	131,38 (7)
Hg–N21	2,246 (2)	N11–Hg–N61	103,60 (8)
Hg–N51	2,414(2)	N11–Hg–N21	104,33 (8)
Hg–N61	2,301 (2)	N21–Hg–N51	101,31 (8)
N11–N12	1,307 (3)	N21–Hg–N61	135,17 (8)
N21–N22	1,307 (3)	N51–Hg–N61	85,27 (7)
N12–N13	1,297 (3)	N11–N12–N13	111,7 (3)
N22–N23	1,293 (3)	N12–N11–C11	114,9 (2)
N11–C11	1,397 (3)	N12–N13–C21	112,2 (2)
N21–C31	1,400 (3)	N21–N22–N23	112,4 (2)
N13–C21	1,403 (3)	N22–N21–C31	114,5 (2)
N23–C41	1,404 (3)	N22–N23–C41	111,8 (2)

A análise da planaridade dos substituintes triazenidos mostra que os anéis fenila possuem desvios angulares consideráveis em relação ao plano formado pela cadeia de nitrogênios, mas quando se comparam os ângulos interplanares de um anel fenila em relação ao outro, temos que o fragmento aproxima-se da planaridade. Na Tabela 43 estão os valores de r.m.s. e ângulos interplanares dos principais fragmentos de C10 e na Figura 82 estão as projeções dos fragmentos dos ligantes triazenidos mostrando o grau de distorção da planaridade dos substituintes fenila em relação à cadeia de nitrogênios.

Tabela 43: Ângulos interplanares entre os principais fragmentos dos complexos C10.

Fragmento	r.m.s (Å)	(°)
N1,O11,012/C11–C16	0,0000/0,0184	2,91 (0,70)
N11,N12,N13/C11–C16	0,0000/0,0184	23,67 (0,17)
N11,N12,N13/C21–C26	0,0000/0,0123	21,63 (0,17)
N2,O21,O22/C21–C26	0,0000/0,0123	1,91 (0,31)
N3,O31,O32/C31–C36	0,0000/0,0128	2,75 (0,68)
N21,N22,N23/C31–C36	0,0000/0,0128	21,35 (0,27)
N21,N22,N23/C41–C46	0,0000/0,0033	17,93 (0,29)
N4,O41,O42/C41–C46	0,0000/0,0033	0,18 (0,34)
C11–C16/C21–C26	0,0184/0,0123	3,90 (0,16)
C31–C36/C41–C46	0,0128/0,0033	11,02 (0,17)

**Figura 82:** Projeções dos fragmentos triazenidos destacando o grau de distorção da planaridade dos anéis fenilas em relação a cadeia de nitrogênios.

A estrutura supramolecular de C10 é formada por um arranjo unidimensional formado através de ligações de hidrogênio não clássicas entre C–H···O ao longo do eixo cristalográfico [010]. A Tabela 44 reúne todos os valores de comprimentos e ângulos de ligação das ligações de hidrogênio não clássicas. A Figura 83 mostra a projeção da unidade estrutural de C10 enfatizando as ligações de hidrogênio não-clássicas entre C···O.

Tabela 44: Distâncias e ângulos das ligações de hidrogênio não clássicas no complexo C10. Desvio padrão entre parênteses.

D-H···A	D-H	H···A	D···A	∠D-H···A
C45–H45···O12 ¹	0,93	2,52	3,312(4)	143,0
C46–H46···O11 ¹	0,93	2,53	3,377(4)	151,8
C55–H55···O41 ²	0,93	2,49	3,293(4)	145,2
C62–H62···O22 ³	0,93	2,50	3,265(4)	139,2
C63–H63···O21 ³	0,93	2,53	3,317(4)	143,1
C4–H4C···O21 ³	0,96	2,59	3,435(5)	146,4
C25–H25···O32 ⁴	0,93	2,61	3,392(4)	142,1
C26–H26···O31 ⁴	0,93	2,61	3,472(4)	154,1

(D= átomo doador, A = átomo receptor). Códigos de simetria: (1) 1-x, 1-y, -z; (2) x,-1+y, z; (3) x, 1+y, z; (4) 1-x, -y, -z.

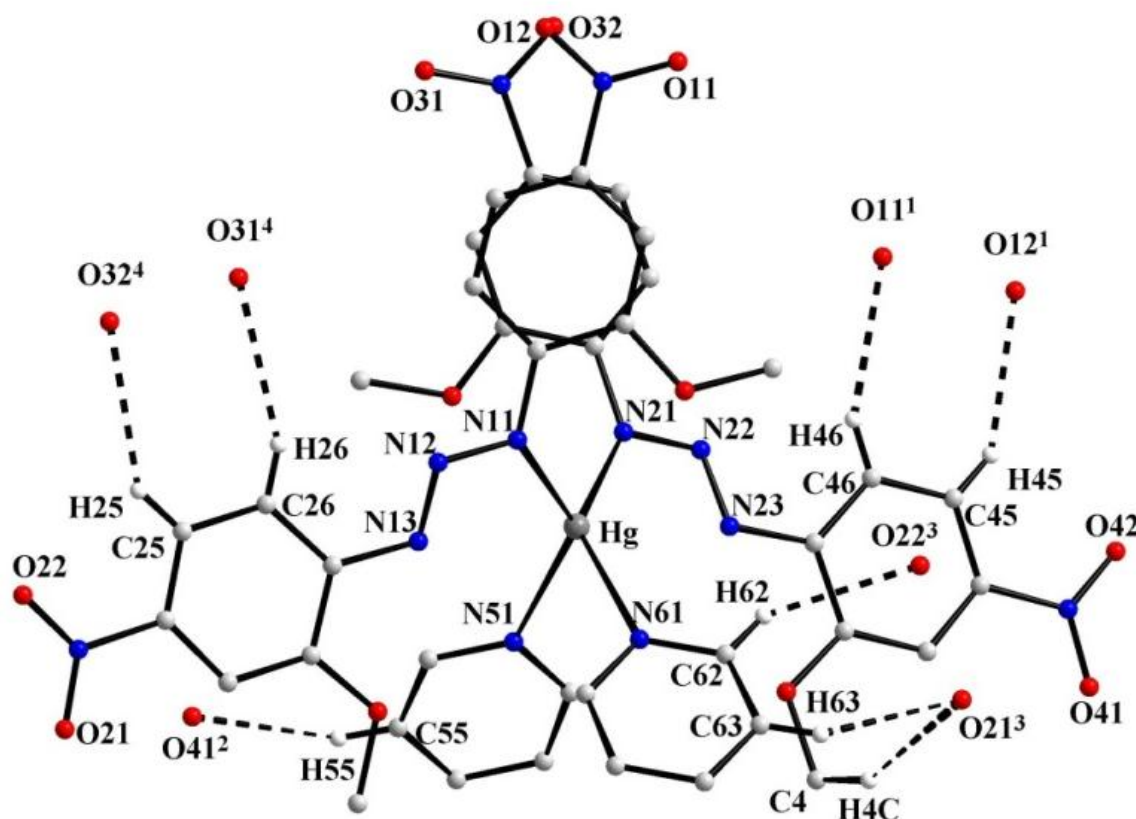


Figura 83: Projeção da unidade estrutural de C10 enfatizando as ligações de hidrogênio não clássicas entre C–H···O. Códigos de simetria: (1) 1-x, 1-y, -z; (2) x,-1+y, z; (3) x, 1+y, z; (4) 1-x, -y, -z.

Observa-se que todos os oxigênios dos grupos nitro são fundamentais para o arranjo supramolecular formado por ligações de hidrogênio não-clássicas entre C...O ao longo do eixo cristalográfico [010], onde cada unidade estrutural é operada por uma translação através das ligações entre carbonos dos ligantes piridina e os oxigênios do grupo nitro [$C55\cdots O41^1=3,293(4)$ Å, $C55-H55\cdots O41^1=145,2^\circ$; $C62\cdots O22^2=3,265(4)$ Å, $C62-H62\cdots O22^2=139,2^\circ$; $C63\cdots O21^2=3,317(4)$ Å, $C63-H63\cdots O21^2=143,1^\circ$], e também o carbono C4 do fragmento *o*-metóxi do ligante triazenido liga-se ao O21 do grupo nitro, formando uma ligação bifurcada ao receptor [$C4\cdots O21^2=3,435(5)$ Å, $C4-H4C\cdots O21^2=3,435(5)^\circ$] (

Figura 84). Esta cadeia interliga-se através de ligações de hidrogênio não-clássicas C-H...O a outra cadeia, operada por um centro de inversão, através dos carbonos dos anéis fenila dos ligantes triazenidos com átomos de oxigênio do grupo nitro [$C25\cdots O32^5=3,392(4)$ Å, $C25-H25\cdots O32^5=142,1^\circ$; $C26\cdots O31^5=3,472(4)$ Å, $C26-H26\cdots O31^5=154,1^\circ$; $C45\cdots O12^1=3,312(4)$ Å, $C45-H45\cdots O12^1=143,0^\circ$, $C46\cdots O11^1=3,377(4)$ Å, $C46-H46\cdots O11^1=151,8^\circ$] conforme a projeção mostrada na Figura 85.

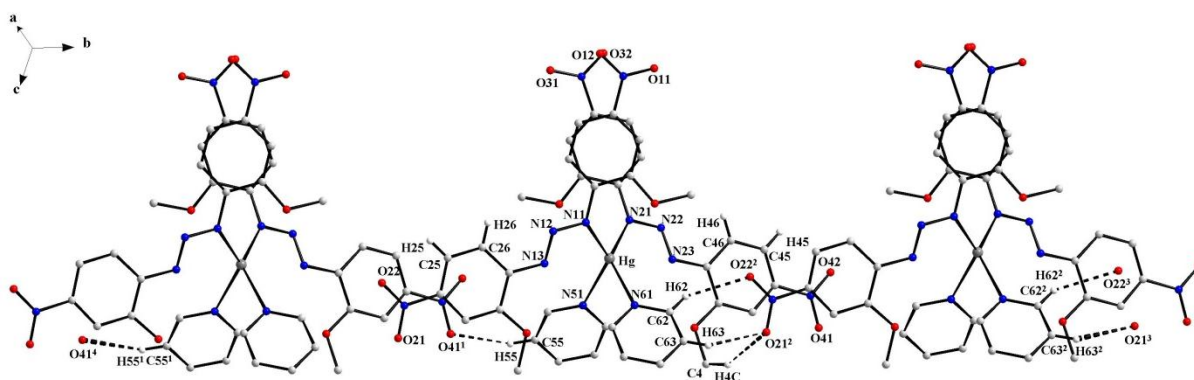


Figura 84: Projeção da cadeia formada na direção cristalográfica [010] enfatizando o arranjo formado pelas ligações de hidrogênio não-clássicas entre C-H...O, dos ligantes piridina e os oxigênios do grupo nitro [$C55\cdots O41^1=3,293(4)$ Å, $C55-H55\cdots O41^1=145,2^\circ$; $C62\cdots O22^2=3,265(4)$ Å, $C62-H62\cdots O22^2=139,2^\circ$; $C63\cdots O21^2=3,317(4)$ Å, $C63-H63\cdots O21^2=143,1^\circ$], e o carbono C4 do fragmento *o*-metóxi do ligante triazenido liga-se ao O21 do grupo nitro, formando uma ligação bifurcada ao receptor [$C4\cdots O21^2=3,435(5)$ Å, $C4-H4C\cdots O21^2=3,435(5)^\circ$]. Os átomos de hidrogênio que não participam de ligações intermoleculares foram omitidos para melhor visualização. Códigos de Simetria: (1) $x, -1+y, z$; (2) $x, 1+y, z$; (3) $x, 2+y, z$; (4) $1-x, 1-y, -z$. Desvio padrão entre parênteses.

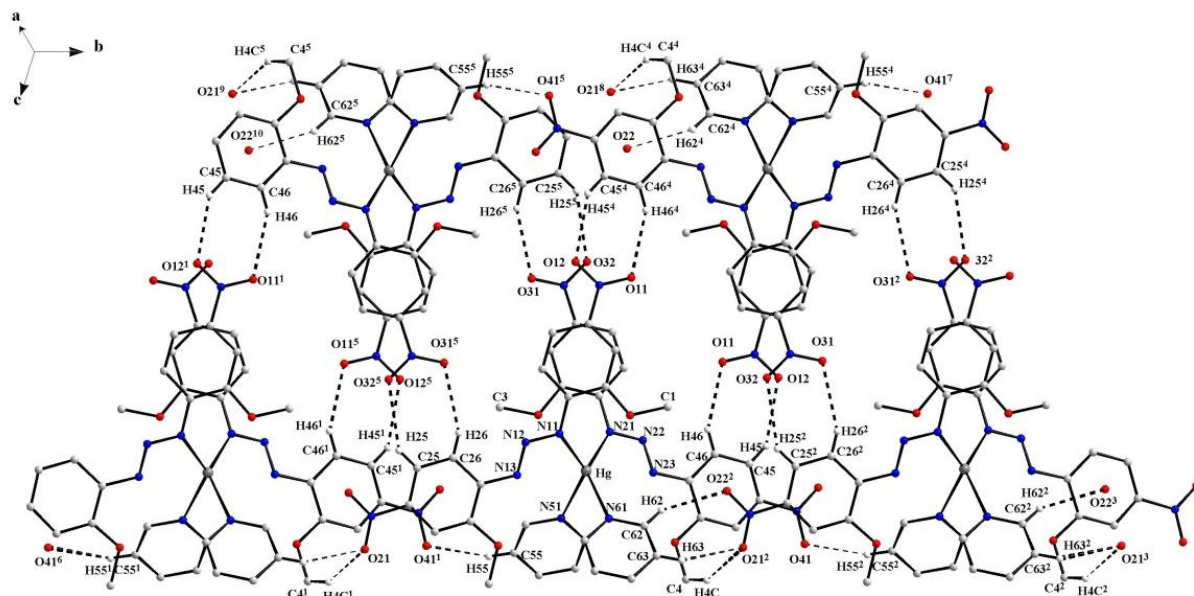


Figura 85: Projeção da cadeia formada na direção cristalográfica [010] mostrando a cadeia operada por um centro de inversão que se liga através dos carbonos dos anéis fenila dos ligantes triazenido com átomos de oxigênio do grupo nitro [C25...O32=3,392(4) Å, C25-H25...O32=142,1°; C26...O31=3,472(4) Å, C26-H26...O31=154,1°; C45...O12=3,312(4) Å, C45-H45...O12=143,0°, C46...O11=3,377(4) Å, C46-H46...O11=151,8°]. Os átomos de hidrogênio que não participam de ligações intermoleculares foram omitidos para melhor visualização. Códigos de Simetria: (1) $x, -1+y, z$; (2) $x, 1+y, z$; (3) $x, 2+y, z$; (4) $1-x, 1-y, -z$; (5) $1-x, -y, -z$; (6) $x, -2+y, z$; (7) $1-x, 2-y, -z$; (8) $1-x, -y, -z$; (9) $1-x, -y, -z$; (10) $1-x, -1-y, -z$.

4.6 Comparações entre os Complexos

O íon metálico mercúrio(II) apresenta na camada de valência dez elétrons ($5d^{10}$) e considerando que não existe efeito de estabilização no campo ligante deste íon, devido a sua camada externa d estar completa, pode-se dizer que a estereoquímica de seus compostos é determinada levando-se em consideração o seu tamanho, forças eletrostáticas e forças covalentes de ligação.⁹⁸ A Figura 86 mostra as esferas de coordenação para os complexos C1, C2 e C3.

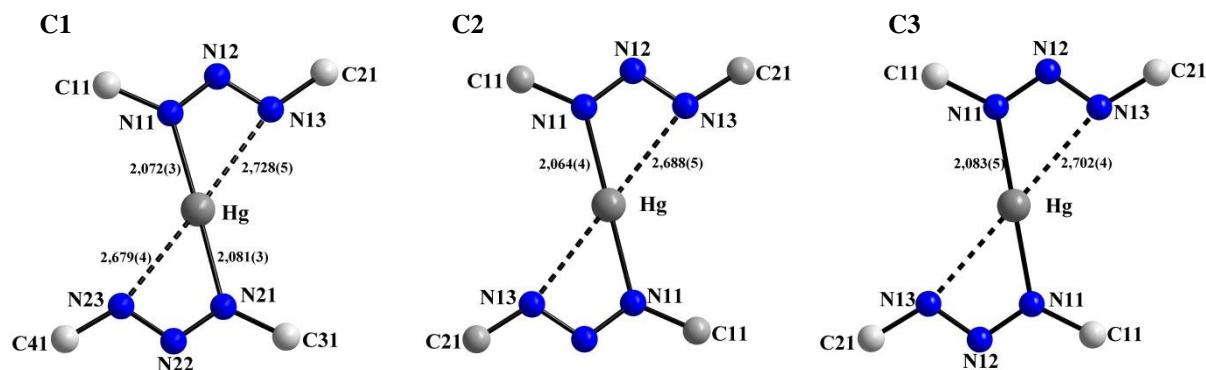


Figura 86: Esferas de coordenação para os complexos C1, C2 e C3. No detalhe de cada ilustração estão os comprimentos de ligação (Å). As linhas tracejadas mostram ligações polarizadas. Desvio padrão entre parênteses.

Entre o íon Hg^{2+} e todos os seis átomos de nitrogênio da cadeia de nitrogênios, o desvio máximo de coplanaridade é de 0,0236 Å; 0,0167 Å e 0,0088 Å para C1, C2 e C3, respectivamente, mostrando que as distorções encontradas para as estruturas são devido aos desvios interplanares dos substituintes dos anéis fenila, provocados pelas interações intermoleculares. A coordenação linear do íon Hg^{2+} formada por dois ânions triazenidos através de N11–Hg e N21–Hg [2,072(3) Å e 2,081(3)] para C1 e N11–Hg e N11'–Hg [2,064(4) Å e 2,083(5) Å] para C2 e C3, respectivamente, e uma fraca interação $\text{Hg}\cdots\text{N13}$ e $\text{Hg}\cdots\text{N23}$ [2,728(5) Å e 2,679(4) Å] para C1, e $\text{Hg}\cdots\text{N13}$ [2,688(5) Å e 2,702(4) Å], para C2 e C3, respectivamente. Estas distâncias entre Hg–N11 e $\text{Hg}\cdots\text{N13}$ são similares às distâncias de ligação correspondentes no complexo triazenido sintetizado por Hörner e Bonini⁹⁹, $\{[\text{Hg}^{\text{II}}(\text{NNN}(\text{PhR}')_2)_2]_n$ (R = NO₂, F), Hg–N(11) = 2,077(4) e $\text{Hg}\cdots\text{N}(13) = 2,768(3)$ Å.

O comprimento de ligação Hg–N11 [C1=2,072(3) Å; C2=2,064(4) Å; C3=2,083 Å] é significativamente mais curto que a soma dos raios covalentes (2,275 Å)^{100,101} e, corresponde a uma ligação covalente simples. A geometria de coordenação do íon Hg(II) é linear [(C1): N11–Hg–N21=178,54(12)°], [(C2): N11–Hg–N11'=180,0(2)°; (°) $-x+1, -y+1, -z+1$] e [(C3): N11–Hg–N11'=180,0°; (°) $-x, -y, -z$], típica para este íon com hibridização *sp*, destacando-se as ligações Hg–N11 [2,072(3) Å; 2,064(4) Å e 2,083(5) Å] para C1, C2 e C3, respectivamente, e Hg–N13 [2,728(5) Å; 2,688(5) Å e 2,702(4) Å] para C1, C2 e C3, respectivamente. Esta última classifica-se como uma ligação secundária polarizada, bastante fraca comparando-se com uma ligação clássica, porém suficiente para estabilizar a interação metal-nitrogênio. Portanto, o ligante triazenido encontra-se coordenado de forma assimétrica ao centro metálico, descaracterizando-o como um ligante bidentado.

Como consequência do modo de coordenação monodentado do ligante triazenido, os comprimentos das ligações N11–N12 [1,322(6) Å e 1,307(5) Å para C2 e C3, respectivamente] e N12–N13 [1,284(5) Å e 1,300(6) Å para C2 e C3, respectivamente] são diferenciados. O comprimento da ligação N11–N12 é menor que o valor característico para uma ligação simples N–N (1,44 Å)¹⁰², enquanto que o comprimento da ligação N12–N13 é maior que o comprimento de ligação típico para uma ligação dupla, N=N (1,24 Å). Por outro lado as ligações N13–C21 [1,425 (7) Å] e N11–C11 [1,409(7) Å], são mais curtas que a esperada para uma ligação simples N–C_{aril} (1,452 Å para aminas secundárias, NHR₂, com R envolvendo carbono com hibridização *sp*²)¹⁰². Estes valores, juntamente com os comprimentos de ligação N–N acima citados, implicam em ligações com caráter parcial de

duplas e evidenciam uma deslocalização dos elétrons π na cadeia triazenídica ($-\text{N}=\text{N}=\text{N}-$)⁻ desprotonada, na direção dos substituintes fenila.

Os valores de ligação de N11–N12 e N12–N13 para o complexo C3 são muito próximos [1,307(5) Å e 1,300(6) Å], mostrando que, entre os três complexos, em C3 a deslocalização eletrônica é bem mais intensa, provavelmente devido ao efeito do substituinte nitro na posição *para*.

Os complexos C4, C5, C6 e C7 também apresentam geometria de coordenação linear e número de coordenação igual a dois, sendo um ligante triazenido e outro o ligante acetato, conforme mostra a Figura 87, com comprimentos de ligação entre Hg–N11 [C4=2,093(5) Å; C5=2,081(3) Å; C6=2,097(4) Å e C7=2,095(3) Å] e Hg–O [C4=2,090(6) Å; C5=2,108(4) Å; C6=2,091(5) Å e C7=2,092(5) Å]. Os ângulos entre N11–Hg–O [C4=174,3(2)°; C5=177,19(15)°; C6=177,35(19)° e C7=177,99(19)°] mostram valores muito próximos do ideal, 180°, para a geometria linear.

A mesma discussão feita para os complexos C1, C2 e C3 pode ser feita para os compostos seguintes. Como consequência do modo de coordenação monodentado do ligante triazenido, os comprimentos das ligações N11–N12 [C4=1,332(6) Å; C5=1,339(4) Å; C6=1,311(6) e C7=1,321(4)] e N12–N13 [C4=1,277(6) Å; C5=1,266(4) Å; C6=1,285(6) e C7=1,269(4)] são menores que o valor característico para uma ligação simples N–N (1,44 Å)¹⁰², enquanto que o comprimento da ligação N12–N13 é maior que o comprimento de ligação típico para uma ligação dupla, N=N (1,24 Å)¹⁰². Por outro lado, as ligações N11–C11 [C4=1,398(7) Å; C5=1,386(5) Å; C6=1,414(6) e C7=1,399(5)] e N13–C21 [C4=1,406(7) Å; C5=1,428(4) Å; C6=1,415(6) e C7=1,406(4)], são mais curtas que a esperada para uma ligação simples N–C_{aril} (1,452 Å para aminas secundárias, NHR₂, com R envolvendo carbono com hibridização sp^2)¹⁰².

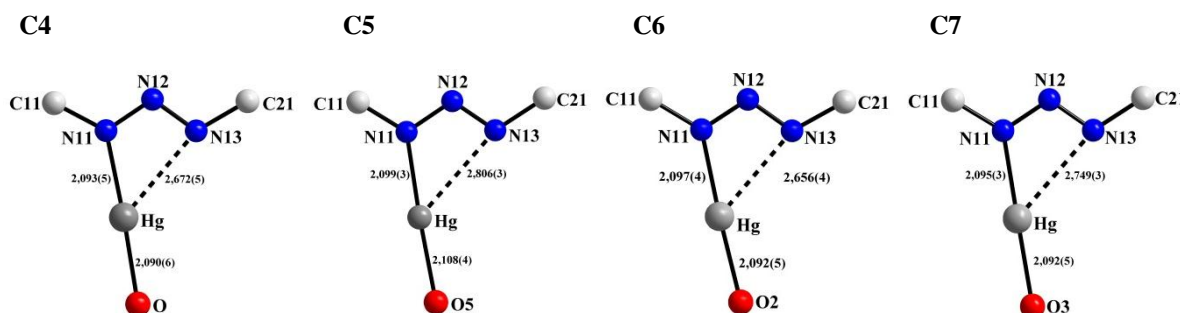


Figura 87: Esferas de coordenação para os complexos C4, C5, C6 e C7. No detalhe de cada ilustração estão os comprimentos de ligação (Å). Desvio padrão entre parênteses.

Os complexos C8 e C9 apresentam número de coordenação igual a três, sendo composto por dois ligantes triazenidos e um ligante trifenilfosfina. A Figura 88 mostra as esferas de coordenação dos dois complexos.

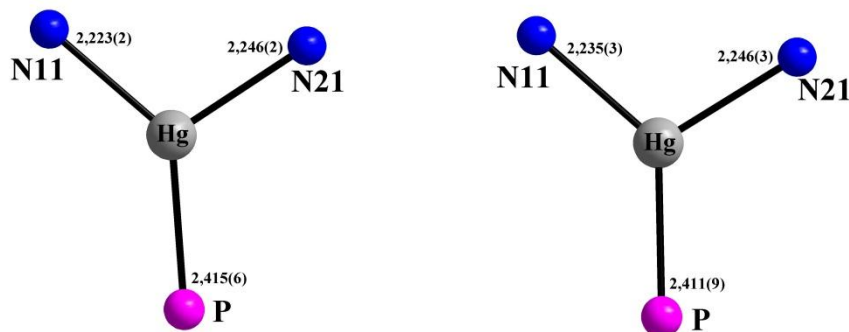


Figura 88: Esferas de coordenação para os complexos C8 e C9. No detalhe de cada ilustração estão os comprimentos de ligação (Å).

O comprimento de ligação Hg–N11 [C7=2,223(2) Å; C8=2,235(3) Å] é mais curto que a soma dos raios covalentes (2,275 Å) e, corresponde a uma ligação covalente simples^{104,102}, e o comprimento da ligação Hg–P [C7=2,415(6) Å; C8=2,411(9) Å] também é mais curto que a soma dos raios covalentes (2,490 Å), e corresponde a uma ligação covalente simples^{100,101}. Estes valores estão de acordo com os resultados encontrado por Crespan¹⁰³ em sua dissertação de mestrado, onde o complexo [Hg(F₃CC₆H₄NNNC₆H₄NO₂)₂] (C₁₈H₁₅P)] apresenta comprimentos de ligação Hg–N(11) [2,288(4) Å], Hg–N(31) [2,267(4) Å] e Hg–P [2,4261(10) Å].

A geometria de coordenação é trigonal planar distorcida, já que os ângulos estão afastados do valor ideal, 120°, sendo os valores para C8 [N11–Hg–P=135,07(5)°; N21–Hg–P=119,14(5)° e N11–Hg–N21=105,50(7)°] e para C9 [N11–Hg–P=132,13(5)°; N21–Hg–P=120,05(7)° e N11–Hg–N21=107,12(10)°]. Os valores de r.m.s. para C8 e C9 são 0,0305 Å e 0,0469 Å, respectivamente, mostrando que o íon Hg²⁺ está coplanar aos átomos N11, N21 e P. A geometria trigonal planar é favorecida pelo efeito estérico do ligante trifenilfosfina, já que com ligantes menos impedidos estericamente, tal como quando o íon Hg²⁺ está coordenado a somente uma molécula de piridina, a geometria de coordenação preferencial é em forma “T”, como o encontrado por Naue⁸¹ e colaboradores no complexo [Hg^{II}(RPhNNNPhR')₂py] (R =NO₂,R'=F), Hg–N11 [2,093(3) Å] e Hg–N21 [2,102(3) Å] e Hg–N51 [2,557(4) Å]. A Figura 89 mostra a projeção do complexo sintetizado por Naue.

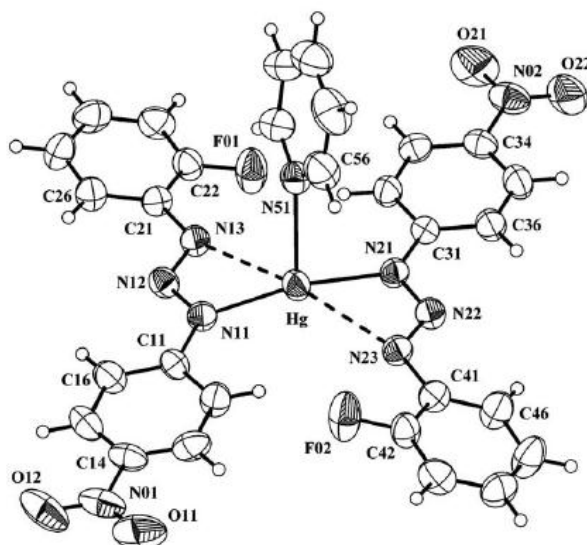


Figura 89: Projeção do complexo $[\text{Hg}^{\text{II}}(\text{RPhNNNPhR}')_2\text{py}]$ ($\text{R}=\text{NO}_2, \text{R}'=\text{F}$), sintetizado por Naue e colaboradores⁸¹. As linhas tracejadas representam ligações polarizadas fracas. Elipsóides térmicos com nível de probabilidade de 50%.

O complexo C10 é composto por dois ligantes triazenidos e duas moléculas de piridina, apresentando número de coordenação igual a quatro.

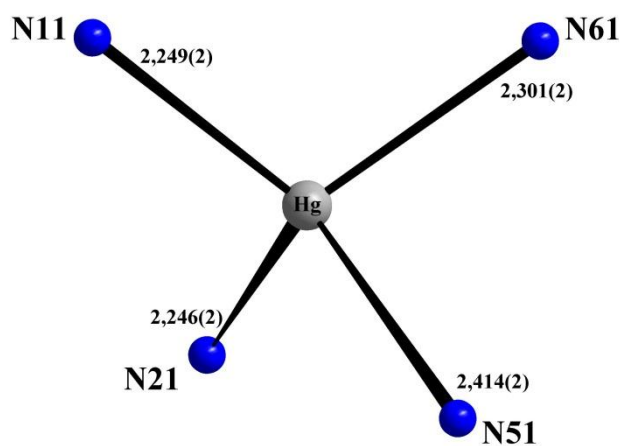


Figura 90: Esfera de coordenação para o complexo C10. No detalhe da ilustração estão os comprimentos de ligação (Å). Desvio padrão entre parênteses.

O comprimento de ligação $\text{Hg}-\text{N11}$ [2,249(2) Å] e $\text{Hg}-\text{N21}$ [2,246(2) Å] são mais curtos que a soma dos raios covalentes (2,275 Å) e, correspondem a uma ligação covalente simples^{104,102}, e o comprimento da ligação $\text{Hg}-\text{N51}$ [2,414(2) Å] e [2,3014(2) Å] também são mais curtos que a soma dos raios covalentes (2,656 Å), e correspondem a uma ligação covalente simples^{100,101}.

A geometria de coordenação é tetraédrica distorcida, já que os ângulos estão afastados do valor ideal, $109^{\circ} 28'$, sendo os valores de ângulos encontrados: N(21)–Hg–N(11) [$104,33(8) \text{ \AA}$]; N(21)–Hg–N(61) [$135,17(8) \text{ \AA}$]; N(11)–Hg–N(61) [$103,60(8) \text{ \AA}$]; N(21)–Hg–N(51) [$101,31(8) \text{ \AA}$]; N(11)–Hg–N(51) [$131,38(7) \text{ \AA}$]; N(61)–Hg–N(51) [$85,27(7) \text{ \AA}$].

4.7 Discussão das análises termogravimétricas

As análises foram realizadas em atmosfera inerte, utilizando nitrogênio puro com fluxo de 50 mL min^{-1} e velocidade de aquecimento igual a $10 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ na faixa de temperatura de $25\text{-}400 \text{ }^{\circ}\text{C}$ para os pré-ligantes e de $25\text{-}700 \text{ }^{\circ}\text{C}$ para os complexos, em cadinho de Platina. Os valores dos pontos de fusão foram determinados separadamente em um aparelho Melt-Temp, descrito no ítem 3.2.

O PL1 ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_2$; $311,30 \text{ g.mol}^{-1}$) inicia a decomposição em $169 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e têm seu máximo em $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$. O ponto de decomposição foi determinado a partir da derivada primeira do TGA. A decomposição térmica ocorreu em uma única etapa, observando-se uma perda de massa de $47,75\%$, onde o mecanismo da decomposição é proposto pela quebra da ligação simples “N–N” da cadeia de nitrogênios. A Figura 91 mostra o termograma para PL1.

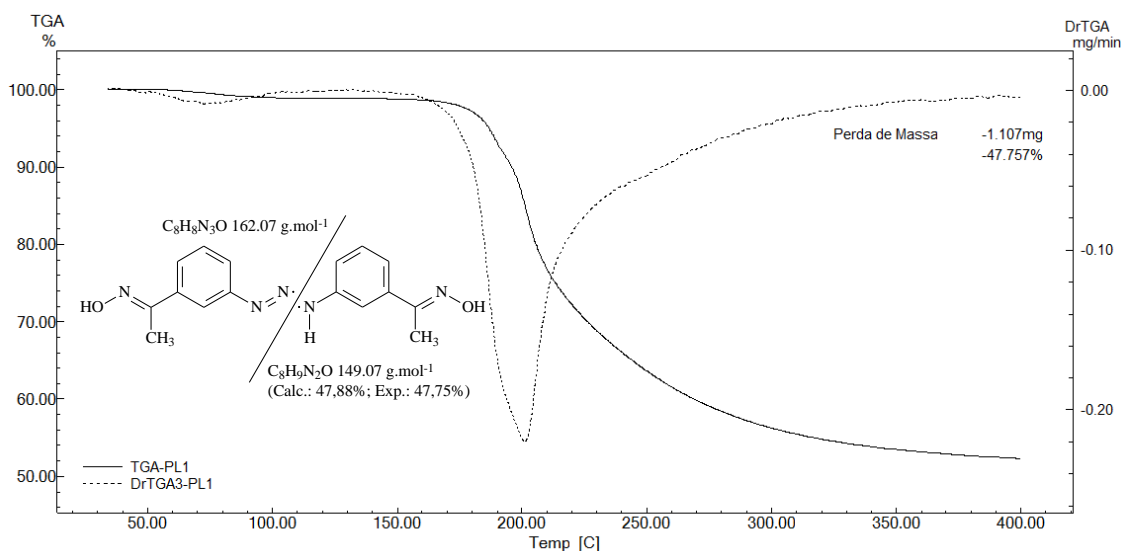


Figura 91: Termograma do PL1. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

O mesmo padrão analisado para o PL1 de decomposição foi observado para os PL2 ($\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{FN}_4\text{O}$; $272,30 \text{ g.mol}^{-1}$) e PL3 ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_2$; $311,30 \text{ g.mol}^{-1}$), que possuem início da decomposição em $138 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e $202 \text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente. Para PL2 a temperatura de

decomposição ocorreu em 167,85 °C e para PL3 em 208,35 °C. Para ambos, a decomposição térmica ocorreu em uma única etapa e o mecanismo da decomposição proposto também ocorre pela quebra da ligação simples “N–N” da cadeia de nitrogênios. A Figura 92 e Figura 93 mostram os termogramas de PL2 e PL3.

O PL4 ($C_{15}H_{15}N_5O_4$; $329,31 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$), possui início da decomposição em 170 °C. A decomposição térmica ocorre em duas etapas. Na primeira etapa ocorre provavelmente a quebra do substituinte metóxi na temperatura de 184,34 °C e na segunda etapa ocorre provavelmente a quebra do fragmento nitro-fenil em 220 °C. A Figura 94 mostra o termograma do PL4 e no Esquema 12 está a proposta de mecanismo de decomposição.

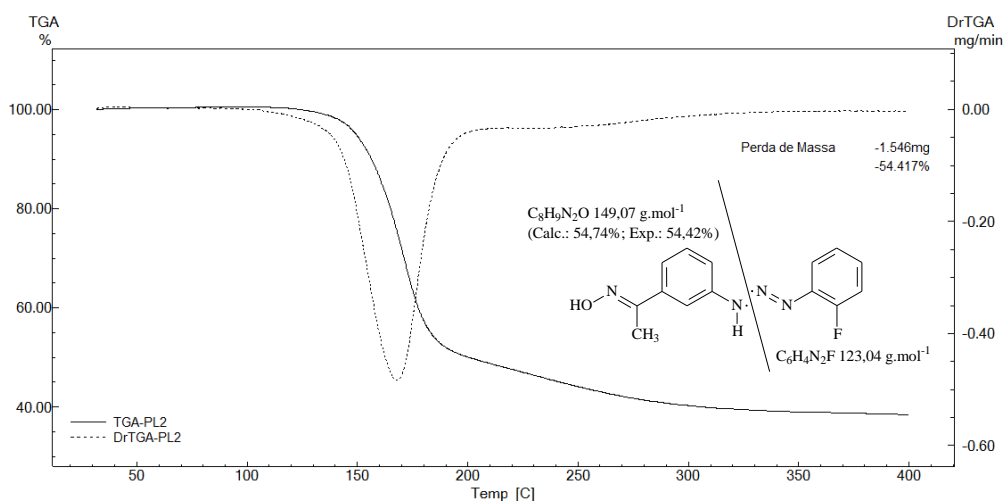


Figura 92: Termograma do PL2. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

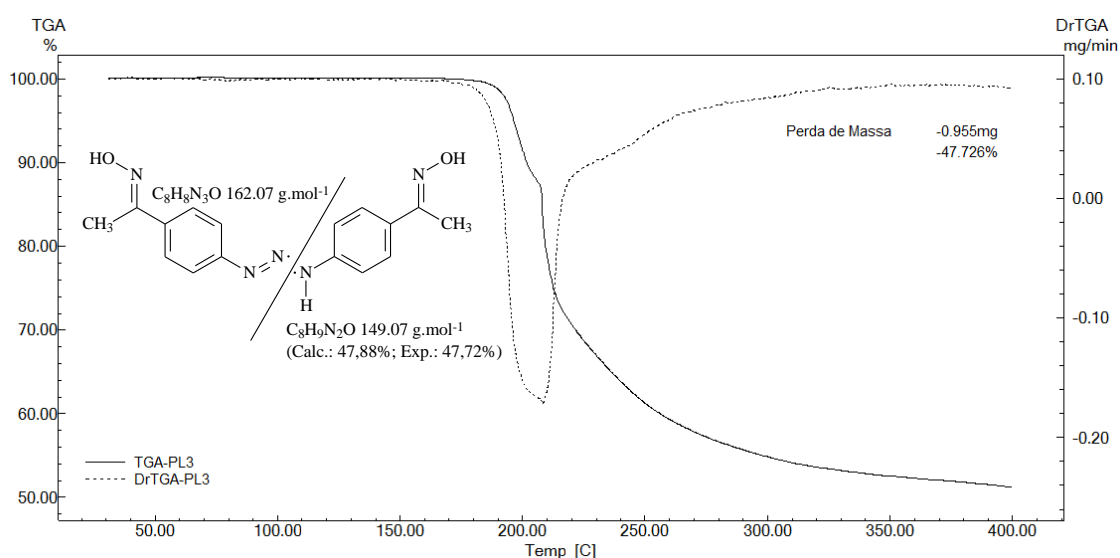


Figura 93: Termograma do PL3. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

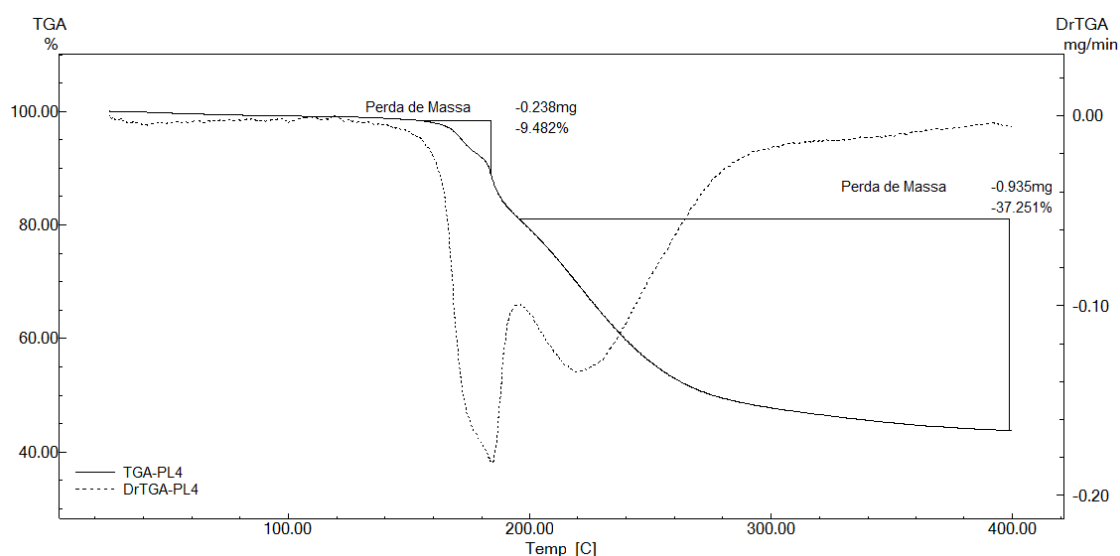
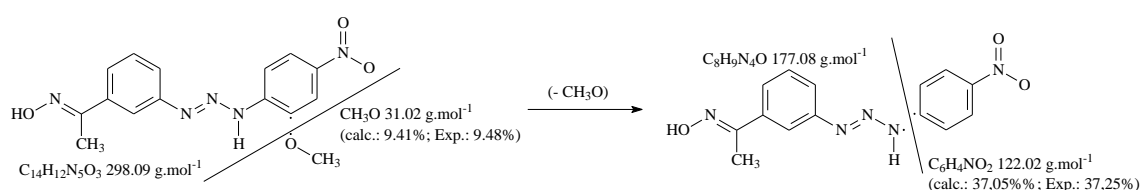


Figura 94: Termograma do PL4. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.



Esquema 12: Proposta de mecanismo de decomposição para PL4.

O PL5 ($C_{15}H_{15}N_5O_4$; $329,31 \text{ g.mol}^{-1}$) inicia a decomposição em $178 \text{ }^\circ\text{C}$ e o máximo da decomposição ocorre em $194 \text{ }^\circ\text{C}$. Esta última foi determinada a partir da derivada primeira do TGA. A decomposição térmica ocorreu em uma única etapa, observando-se uma perda de massa de $51,756\%$, onde o mecanismo da decomposição é proposto pela quebra da ligação simples “N–N” da cadeia de nitrogênios. A Figura 95 mostra o termograma do PL5.

O PL6 ($C_{16}H_{15}N_3O_2$; $281,31 \text{ g.mol}^{-1}$), possui ponto de fusão igual a $188\text{--}190 \text{ }^\circ\text{C}$. A decomposição térmica ocorre em duas etapas, na primeira etapa entre 180 e $252 \text{ }^\circ\text{C}$ e na segunda etapa entre 252 e $400 \text{ }^\circ\text{C}$, sendo as temperaturas de decomposição $216,14 \text{ }^\circ\text{C}$ e $301,08 \text{ }^\circ\text{C}$, respectivamente. O termograma de PL6 está na Figura 96. Nenhum mecanismo de quebras foi proposto para PL6.

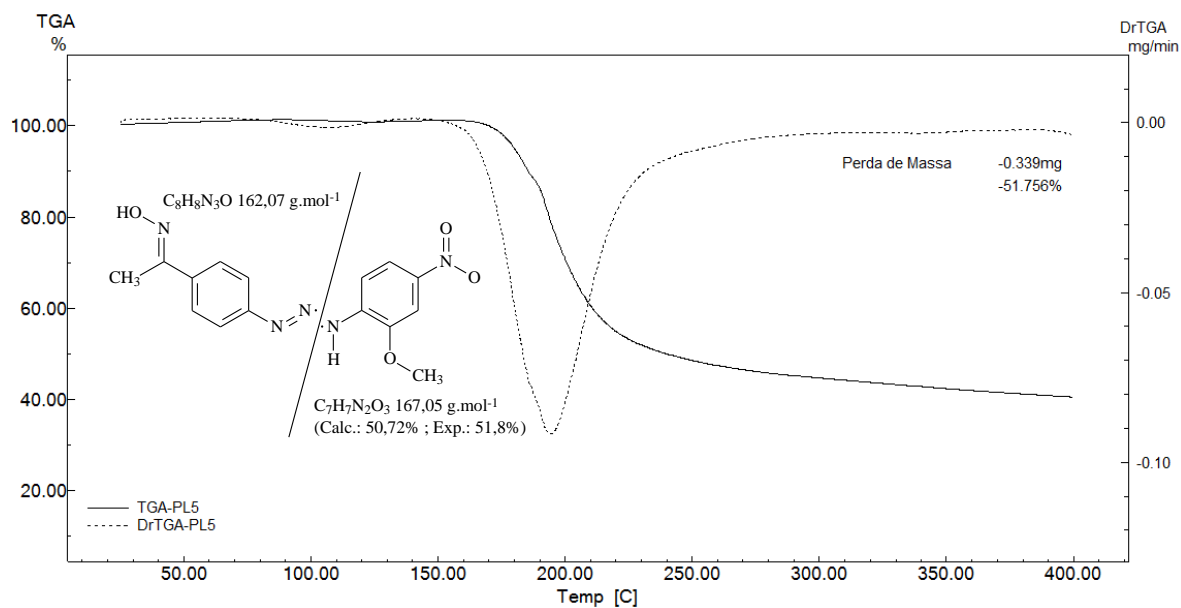


Figura 95: Termograma do PL5. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

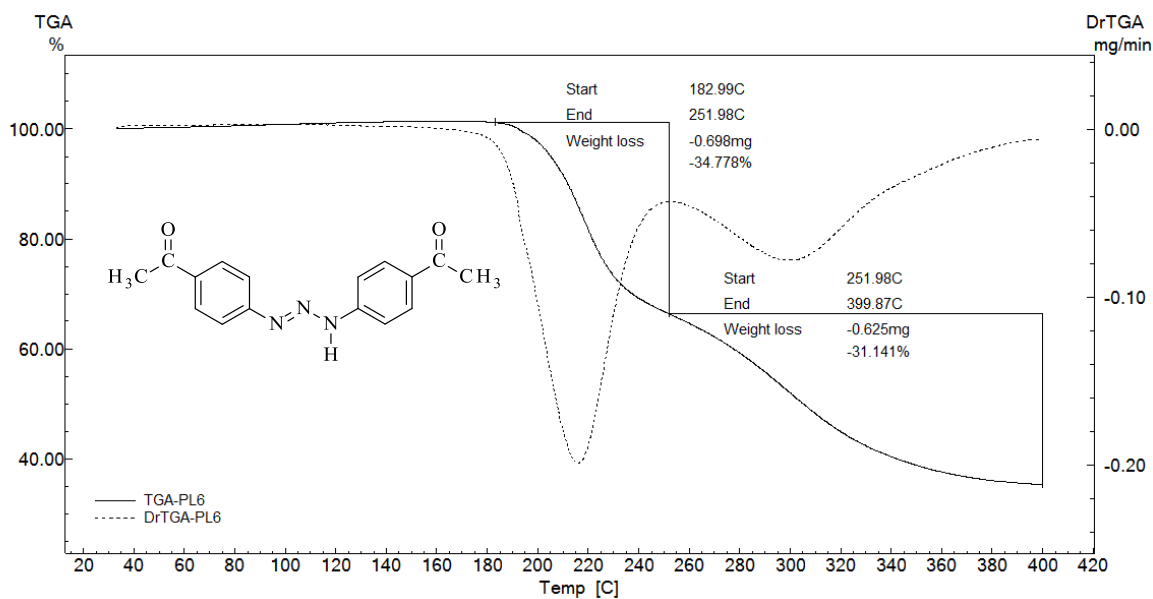


Figura 96: Termograma do PL6. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

O PL7 ($C_{14}H_{13}N_5O_3$; $299,29 \text{ g.mol}^{-1}$) inicia a decomposição em $180 \text{ }^\circ\text{C}$ e têm seu máximo de decomposição em $200,12 \text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 97). A decomposição térmica ocorreu em uma única etapa, observando-se uma perda de massa de $44,72\%$, onde o mecanismo da decomposição é proposto pela quebra da ligação simples “N–N” da cadeia de nitrogênios.

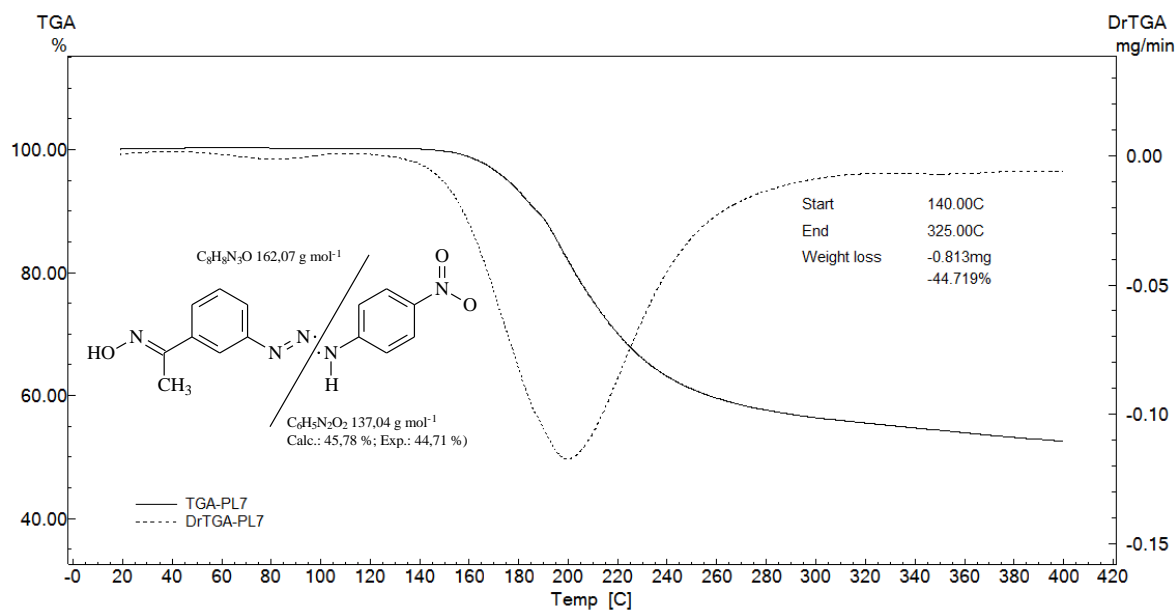


Figura 97: Termograma do PL7. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

O Complexo C3 ($C_{28}H_{24}HgN_{10}O_6$; $797,15 \text{ g mol}^{-1}$) inicia a decomposição em $148 \text{ }^\circ\text{C}$ e têm seu máximo de decomposição em $161 \text{ }^\circ\text{C}$. Pode-se observar que a decomposição térmica ocorre em duas etapas, a primeira entre $30\text{-}180 \text{ }^\circ\text{C}$ e a segunda etapa entre $180\text{-}270 \text{ }^\circ\text{C}$, sendo as temperaturas de decomposição $161,55 \text{ }^\circ\text{C}$ e $200,16 \text{ }^\circ\text{C}$, respectivamente. A Figura 98 mostra o termograma e o Esquema 13 mostra a proposta de mecanismo de quebras para a decomposição de C3.

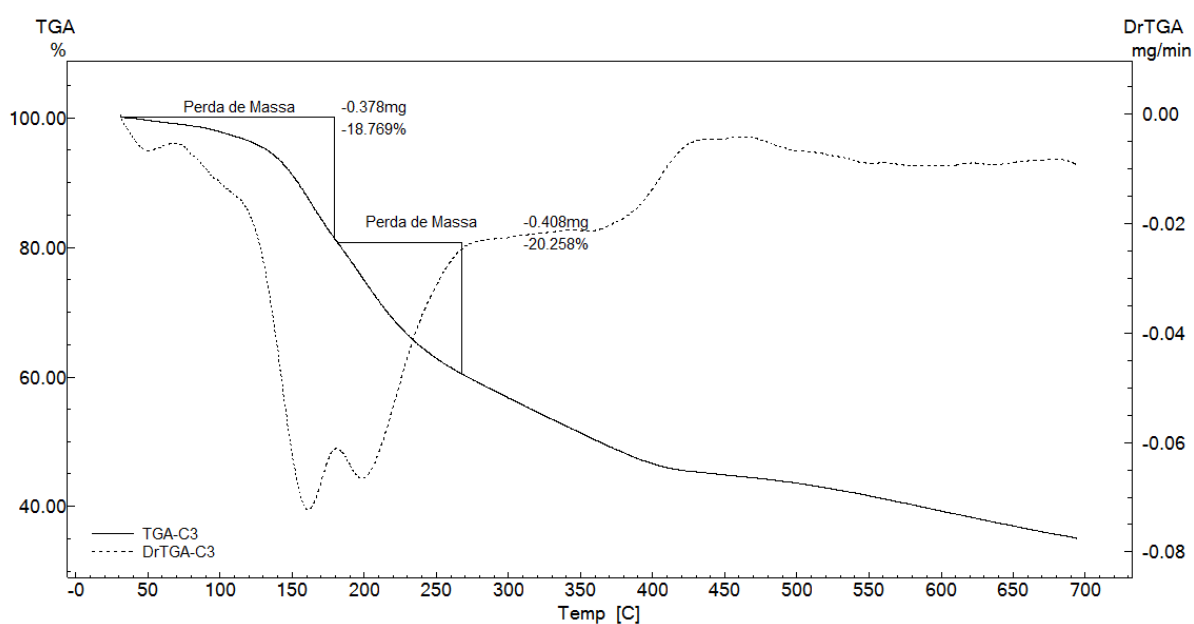
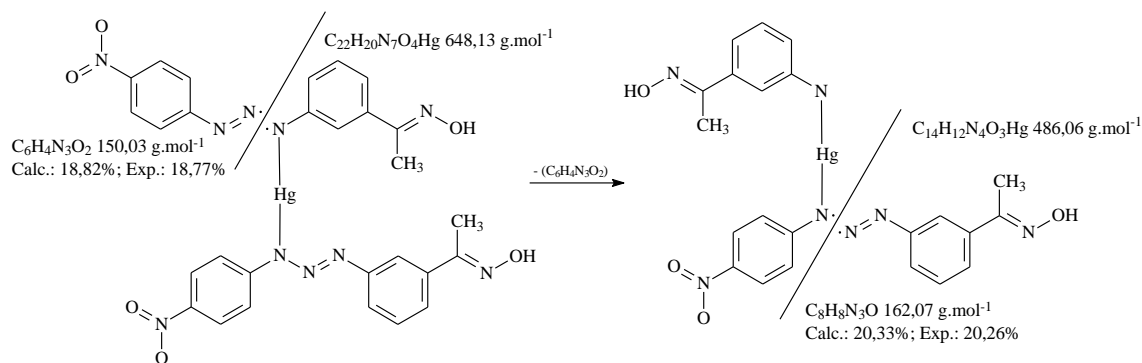


Figura 98: Termograma do complexo C3. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.



Esquema 13: Proposta de mecanismo de decomposição para C3.

O complexo C4 ($C_{18}H_{19}HgN_5O_4$; 569,27 g.mol⁻¹) possui ponto de fusão 180-182 °C e temperatura de decomposição em 231,45 °C. A decomposição térmica ocorreu em uma única etapa, observando-se uma perda de massa de 31,74% (Figura 99). Não há nenhuma proposta de mecanismo de quebra para C4.

O complexo C5 ($C_{16}H_{15}HgN_5O_5$; 557,92 g mol⁻¹) apresenta um termograma com três etapas de decomposição térmica, a primeira entre 35-117 °C, a segunda etapa entre 175-363 °C e a terceira entre 363-547 °C. As temperatura de decomposição foram determinada através do TGA, nos valor de 77,63 °C, 242,8 °C e 462,80 °C, para as etapas 1, 2 e 3, respectivamente. O ponto de fusão não foi determinado, pois o composto não funde. A Figura 100 mostra o termograma e o Esquema 14 mostra a proposta de mecanismo de quebras para a decomposição de C5.

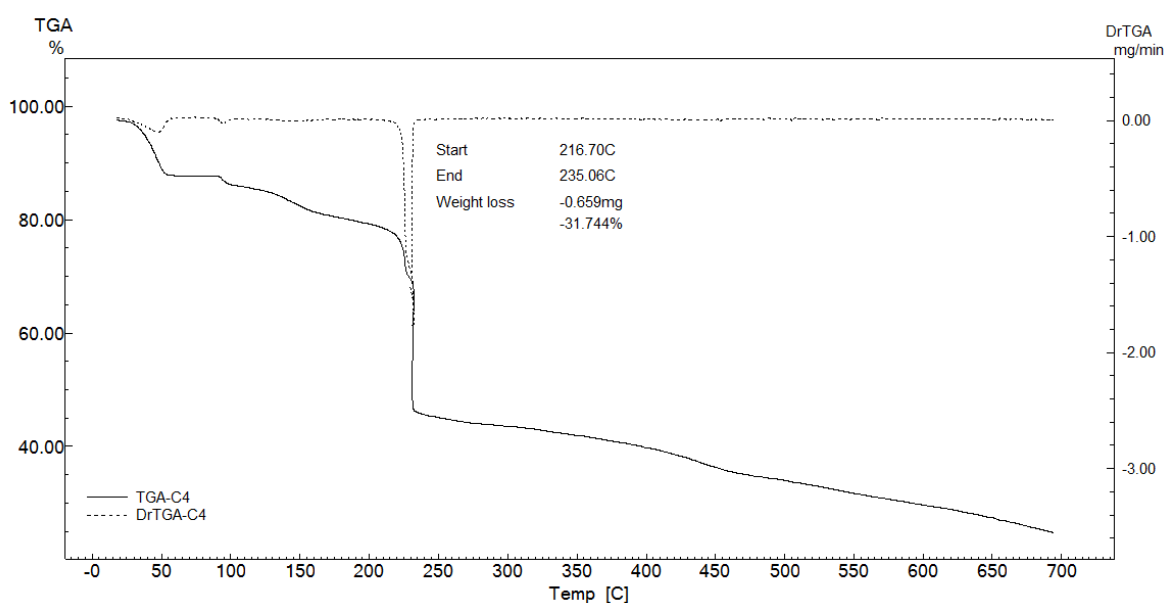


Figura 99: Termograma do complexo C4. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

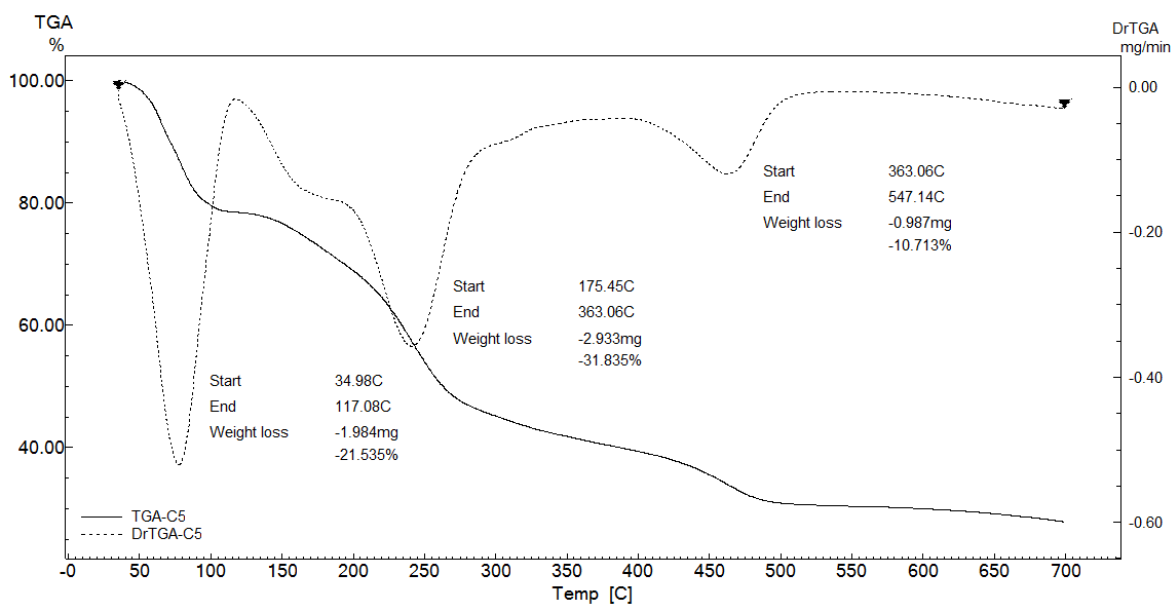
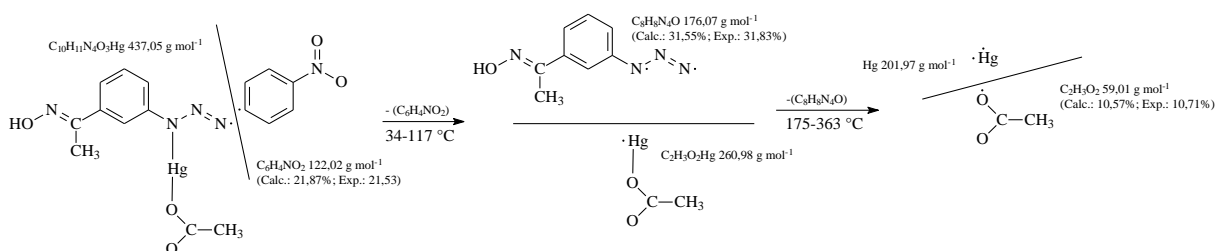


Figura 100: Termograma do complexo C5. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.



Esquema 14: Proposta de mecanismo de decomposição para C5.

O complexo C9 ($C_{46}H_{37}HgN_8O_6P$; $1029,41 \text{ g mol}^{-1}$) inicia a decomposição em $227 \text{ }^\circ\text{C}$ e têm seu máximo de decomposição em $243,27 \text{ }^\circ\text{C}$. A decomposição térmica ocorreu em uma única etapa, observando-se uma perda de massa de 62,25% (Figura 101). Não há nenhuma proposta de mecanismo de quebra para C9.

Para o complexo C10 ($C_{40}H_{34}HgN_{10}O_{12}$; $1047,36 \text{ g mol}^{-1}$) Observa-se que a decomposição térmica ocorre em duas etapas, a primeira entre $110\text{-}183 \text{ }^\circ\text{C}$ e a segunda etapa entre $183\text{-}332 \text{ }^\circ\text{C}$, com temperaturas de decomposição de $161,67 \text{ }^\circ\text{C}$ e $229,54 \text{ }^\circ\text{C}$, respectivamente. A Figura 102 mostra o termograma e o Esquema 15 mostra a proposta de mecanismo de quebras para a decomposição de C10.

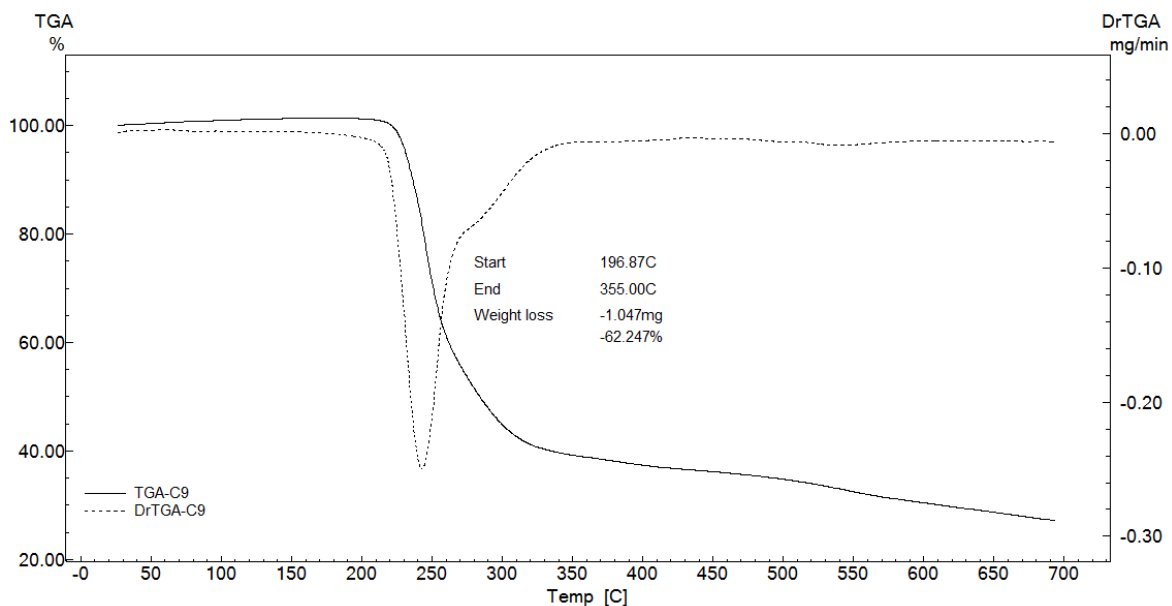


Figura 101: Termograma do complexo C9. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.

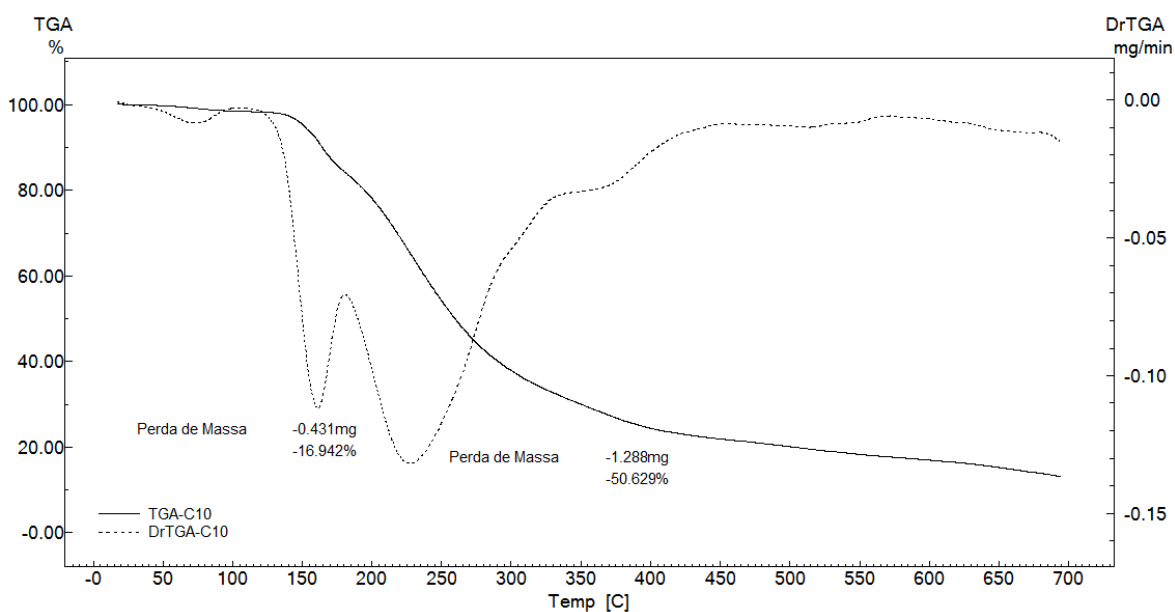
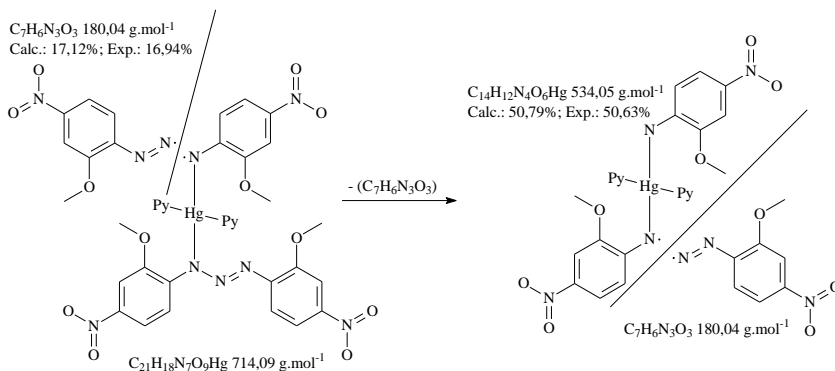


Figura 102: Termograma do complexo C10. A linha sólida mostra o TGA e a linha tracejada a derivada primeira.



Esquema 15: Proposta de mecanismo de decomposição para C10.

Comparando-se todos os termogramas dos pré-ligantes pode-se inferir que o PL1 é o mais estável termicamente e o PL2 o menos estável. Dentre os complexos analisados, o C9 é o mais estável e o C5 o menos estável. A tabela resume os termogramas dos compostos analisados para melhor comparação.

Tabela 45: Apresentação dos resultados dos termogramas dos pré-ligantes e complexos analisados.

Composto	Número de etapas	Perda de massa (%)	Temperatura de decomposição (°C)
PL1	1	47,75	221,25
PL2	1	54,42	167,85
PL3	1	47,72	208,35
PL4	2	9,48 / 37,25	184,34 / 220
PL5	1	51,8	194
PL6	2	34,78 / 31,14	216,14 / 301,08
PL7	1	44,72	200,12
C3	2	18,77 / 20,26	161,55 / 200,16
C4	1	31,74	231,45
C5	3	21,53 / 31,83 / 10,71	77,63 / 242,80 / 462,80
C9	1	62,25	243,27
C10	2	16,95 / 50,63	161,67 / 229,54

Esta estabilidade está relacionada aos efeitos eletrônicos provocados pela posição dos substituintes nos anéis fenila terminais. De acordo com dados da literatura, quanto maior a deslocalização eletrônica, maior será a estabilidade do composto.¹⁰⁴

4.8 Discussão da espectroscopia vibracional no infravermelho

4.8.1 Pré-ligantes

Compostos triazenos e seus complexos possuem bandas características na região do infravermelho relativas à cadeia diazoamínica. As principais bandas que caracterizam pré-ligantes triazenos são as bandas de estiramento N–H, N=N e N–N, respectivamente. Quando compostos triazenos interagem com centros metálicos espera-se que ocorram perturbações nestas bandas, seja pelo deslocamento, surgimento e/ou desaparecimento de algumas bandas.¹⁰⁵

Dos compostos que possui na sua estrutura uma dupla ligação entre nitrogênios, os triazenos exibem os mais baixos valores para as frequências de estiramento, devido a alta deslocalização eletrônica na cadeia diazoamínica.

Na estrutura desprotonada, a ligação N=N está deslocalizada sobre três átomos de nitrogênios $|\text{---N}^{\text{---}}\text{---N}^{\text{---}}\text{---N}^{\text{---}}|^-$, onde, este padrão leva a um significativo deslocamento da frequência de estiramento da N=N para o vermelho, quando comparados a compostos com

apenas a ligação N=N, como, por exemplo, compostos azo [1-(fenil)-2-(*p*-aminofenil)azo], onde a frequência de estiramento de N=N está deslocada para mais alta frequência [$\nu(\text{N}=\text{N})$ 1413 cm^{-1}] em relação aos trizenos.¹⁰⁶

O fragmento triazeno leva a duas vibrações de estiramento importantes para a discussão, o estiramento assimétrico da ligação dupla entre os nitrogênios $\nu_{\text{ass}}(\text{N}=\text{N})$ e o estiramento simétrico da ligação simples entre os nitrogênios $\nu_{\text{s}}(\text{N}-\text{N})$, ambas envolvendo todos os três nitrogênios.¹⁰⁷ Outra banda a ser considerada é o estiramento simétrico da ligação simples entre os nitrogênios periféricos da cadeia de trizenos e o carbono aromático, $\nu_{\text{s}}(\text{C}-\text{N})$. O estiramento da ligação entre o nitrogênio e o hidrogênio imínico [$\nu(\text{N}-\text{H})$], é de fato a mais importante para a caracterização do ligante triazeno, já que não há formação de nenhum subproduto na síntese de um ligante triazeno que a tenha. Nem mesmo aminas de partida para síntese de trizenos terão o mesmo perfil da banda $\nu(\text{N}-\text{H})$ de um composto triazeno. A banda do estiramento $\nu(\text{N}-\text{H})$ pode ser de difícil observação quando a banda de estiramento $\nu(\text{O}-\text{H})$ das oximas mascara o pico de absorção, mas de modo geral conseguiu-se identificá-la.

O composto triazeno mais simples é o 1,3-*bis*(fenil)triazeno, o qual apresenta bandas características sem a influência de outros substituintes, onde destacam-se $\nu(\text{N}-\text{H})$: 3199 cm^{-1} ; $\nu(\text{N}=\text{N})$: 1412 cm^{-1} ; $\nu(\text{C}-\text{N})$: 1245 cm^{-1} e $\nu(\text{N}-\text{N})$: 1200 cm^{-1} , conforme Figura 103.

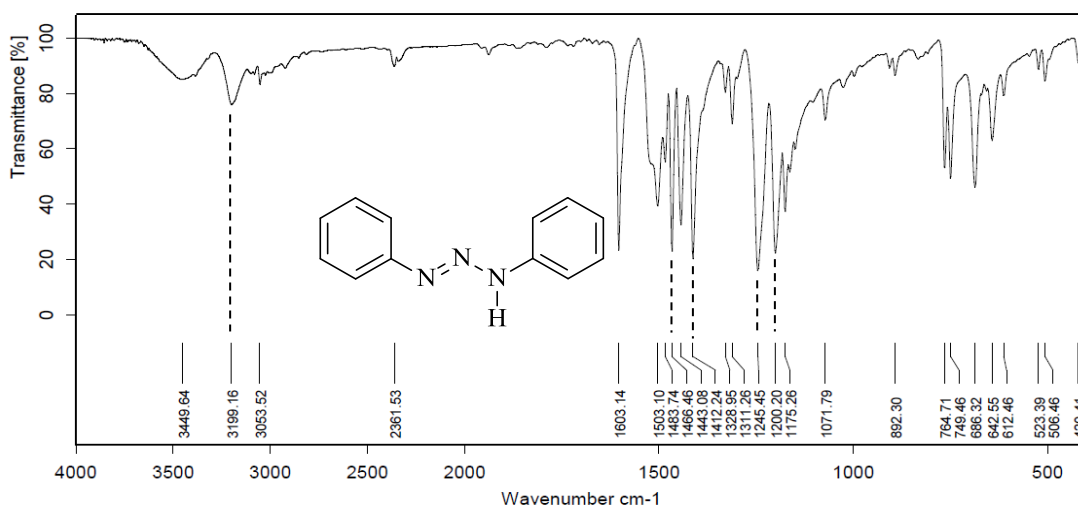


Figura 103: Espectro vibracional na região do infravermelho do 1,3-*bis*(fenil) triazeno.

Os substituintes que exercem efeitos indutivos (*-I*) e mesoméricos (*-M*) sobre os anéis fenílicos terminais, removendo parcialmente a densidade eletrônica da cadeia diazoamíca, aumentam a acidez do hidrogênio imínico. Desta forma, os estiramentos $\nu(\text{N}=\text{N})$ e $\nu(\text{N}-\text{N})$

deslocam-se para uma região de menor frequência no espectro de absorção, devido a diminuição parcial da ordem de ligação. A posição do substituinte em relação ao anel fenila também pode exercer algum efeito, onde a posição *para* pode favorecer a deslocalização eletrônica.

Assim, observa-se que para PL3 (*p*-oxima simétrico) os estiramentos $\nu(\text{N}=\text{N})$ e $\nu(\text{N}-\text{N})$ possuem valores de 1402 cm^{-1} e 1199 cm^{-1} , respectivamente, valores que estão abaixo dos encontrados para 1,3-*bis*(fenil)triazeno, e que demonstra que o substituinte oxima na posição *para* aumenta a acidez da molécula quando comparada ao PL1 (*m*-oxima simétrica) observando-se valores de estiramentos $\nu(\text{N}=\text{N})$ e $\nu(\text{N}-\text{N})$ em 1415 cm^{-1} e 1207 cm^{-1} , respectivamente. Os valores de absorvidade molar (ϵ) calculados corroboram para a proposição da maior deslocalização eletrônica de PL3 em relação a PL1, onde se observa valores de 34057 e 20350, respectivamente. Comparando-se o substituinte oxima na posição *para* com o substituinte acetila na posição *para* do pré-ligante PL6, observa-se, para PL6, que os estiramentos $\nu(\text{N}=\text{N})$ e $\nu(\text{N}-\text{N})$ possuem valores de 1398 cm^{-1} e 1197 cm^{-1} , respectivamente, demonstrando que o grupo acetila possui efeito retirador de elétrons ($-M$) mais intenso do que o grupo oxima. A estabilidade térmica dos pré-ligantes PL3 e PL1 estão de acordo com os resultados mencionados acima, onde se observou um aumento da frequência de $\nu(\text{N}-\text{N})$ para PL1, demonstrando um aumento da ordem de ligação para “N–N” e conseqüentemente aumento da força de ligação quando comparado ao PL3. Os dados obtidos das análises termogravimétricas mostram que o pré-ligante PL1 é mais estável termodinamicamente, de acordo com os valores das temperaturas de decomposição de PL1=221 °C e PL3=208 °C.

Comparando-se os pré-ligantes assimétricos PL2 e PL7, onde ambos possuem substituinte oxima na posição *meta* e substituinte *orto*-flúor em PL2 e *para*-nitro em PL7, observam-se valores de frequência de $\nu(\text{N}-\text{N})$ para PL2 e PL7 de 1199 e 1189 cm^{-1} , respectivamente, mostrando aumento de acidez quando comparado ao 1,3-*bis*(fenil)triazeno e ao pré-ligante PL1 (*meta*-oxima simétrico).

Comparando-se os valores de frequência de $\nu(\text{N}-\text{N})$ entre os pré-ligantes PL6 e PL8, encontram-se valores de frequência de $\nu(\text{N}-\text{N})$ de 1196 e 1114 cm^{-1} , respectivamente. O substituinte *para*-acetila em PL6 confere ao composto maior acidez, e a inserção do grupo nitro em PL8 diminui ainda mais a frequência de $\nu(\text{N}-\text{N})$, conferindo uma maior diminuição da força de ligação, conseqüentemente, aumentando a acidez do composto.

Os pré-ligantes PL4 e PL5 apresentam valores de frequência de $\nu(\text{N-N})$ de 1216 e 1218 cm^{-1} , respectivamente, valores bem acima do encontrado para o ligante simétrico 1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno sintetizado por Villis⁶⁵ em sua tese de doutorado, onde o valor para a frequência de $\nu(\text{N-N})$ é 1164 cm^{-1} , demonstrando que a inserção dos substituintes *meta* e *para* oxima diminuem a acidez do composto.

4.8.2 Complexos

A análise dos dados obtidos pela espectroscopia vibracional no infravermelho é significativa na identificação da formação de complexos a partir de pré-ligantes triazenos. A principal indicação da formação do complexo triazenido é o desaparecimento da banda de estiramento $\nu(\text{N-H})$. Outras bandas de estiramento importantes do ligante sofrem deslocamento e mudam de intensidade, conforme a deslocalização eletrônica de cada complexo, quando comparados aos pré-ligantes. Existe uma banda de deformação importante a ser considerada envolvendo os três nitrogênios da cadeia triazenídica, que aparece entre 1300 cm^{-1} e 1400 cm^{-1} . A Tabela 46 compara as diferenças das bandas de estiramento selecionadas entre complexo e pré-ligante.

Tabela 46: Diferenças das bandas de estiramento selecionadas para os pré-ligantes e seus respectivos complexos.

Complexo/pré-ligante	N=N (cm^{-1})	N-N (cm^{-1})	C-N (cm^{-1})	N≡N≡N (cm^{-1})
C1/PL3	1424/1402	1181/1198	1283/1260	1306/1308
C2/PL1	1441/1415	1205/1207	1268/1239	1385/1366
C3/PL7	1423/1425	1190/1189	1242/1247	1334/1336
C4/PL3	1422/1402	1200/1198	1283/1260	1306/1308
C5/PL4	1414/1416	1152/1216	1240/1258	1297/1337
C6/PL2	1438/1394	1195/1199	1235/1237	1389/1394
C7/PL6	1428/1397	1204/1197	1269/1247	1316/1398
C8/PL6	1435/1398	1146/1197	1265/1247	1391/1398
C9/PL8	1437/1445	1214/1114	1261/1181	1317/1301
C10/PL*	1423/1467	1161/1164	1241/1218	1337/1332

* Pré-ligante 1,3-*bis*(2-metóxi-4-nitrofenil)triazeno sintetizado por Villis em sua tese de doutorado.

CAPÍTULO 5. CONCLUSÕES

De acordo com os objetivos inicialmente apresentados neste trabalho e considerando o conjunto de análises e experimentos realizados com a química dos triazenos e seus complexos derivados, podem ser feitas as seguintes considerações finais:

Seis pré-ligantes inéditos (PL1; PL2; PL3; PL4; PL5 e PL7) foram sintetizados e devidamente caracterizados por técnicas espectroscópicas em diferentes regiões, tais como uv-vis, infravermelho, RMN ^1H e raios-x em monocristal. A introdução do substituinte acetiloxima foi estratégica para o estudo da formação de estruturas supramoleculares no estado sólido, atingindo o objetivo de explorar as diversas interações intermoleculares presentes nestes compostos.

Fazendo-se uma correlação entre os valores de ϵ calculados experimentalmente para os pré-ligantes demonstrou-se que quando o substituinte ao anel fenila está na posição *para* os valores de ϵ são maiores que 30 mil, quando comparados às posições *orto* e *meta*. Observou-se que quanto maior a deslocalização eletrônica, mais altos serão os valores de ϵ , sendo estes, teoricamente, os pré-ligantes de maior acidez. Os pré-ligantes apresentaram absorções típicas relativas às transições $n \rightarrow \pi^*$ atribuídas ao grupo diazoamínico ($\text{N}=\text{N}$), transições $n \rightarrow \sigma^*$ atribuídas à cadeia diazoamínica $-\text{N}=\text{N}=\text{N}(\text{H})-$ além de transições características aos anéis aromáticos do tipo $\pi \rightarrow \pi^*$. O máximo de absorção de triazenos fica entre 300 e 500 nm, dependendo do tipo de substituintes ligados aos anéis fenila. Provavelmente esta banda é alargada devido a um conjunto de outras bandas que estão sobrepostas e pode-se atribuir esta banda a transições de transferência de carga interna $n \rightarrow \pi^*$ e/ou $\pi \rightarrow \pi^*$.

Os dados de difração de raios-x em monocristais para os pré-ligantes PL2, PL4 e PL5 demonstraram que os substituintes acetiloxima e nitro foram estratégicos para a formação de arranjos supramoleculares através de ligações de hidrogênio clássicas. Os índices de discordância verificados nas medidas de raios-X apresentam bons valores indicando boa correlação entre os modelos de estruturas idealmente esperados e os experimentalmente obtidos.

A química de coordenação dos ligantes triazenido frente ao íon metálico mercúrio(II) foi explorada de várias maneiras. Os complexos C1, C2 e C3 apresentaram estequiometria 2:1 (dois equivalentes de ligante para um de metal), C4, C5, C6 e C7 apresentaram estequiometria 1:1 (um equivalente de ligante para um de metal), os complexos C8 e C9 apresentaram estequiometria 2:1:1 (dois equivalentes de ligante, um de trifenilfosfina e um de metal) e o complexo C10 2:2:1 (dois equivalentes de ligante, dois de piridina e um de metal). Desta forma obteve-se diferentes geometrias de coordenação e hibridização para o íon mercúrio(II). Para os complexos C1, C2, C3, C4, C5, C6 e C7 a geometria de coordenação é linear,

característico de hibridização sp . Os complexos C8 e C9 possuem geometria de coordenação trigonal planar, típica de uma hibridização sp^2 . O complexo C10, apresenta geometria de coordenação tetraédrica distorcida, apresentando hibridização de caráter sp^3 .

As estruturas supramoleculares dos complexos apresentaram, no geral, uma discussão rica em termos de informações estruturais, evidenciando-se diversas interações intermoleculares, tais como ligações de hidrogênio clássicas e não-clássicas; interações do tipo empilhamento π , interações intermoleculares do tipo C–H...Cg (Cg é o ponto centroide do anel fenila) e interações do tipo metal-areno- π . Observou-se também a influência do solvato de cristalização dimetilsulfóxido na obtenção de monocristais para os complexos C1, C2 e C3, já que várias tentativas em cristalizar estes complexos em outros solventes falharam.

A espectroscopia na região do infravermelho foi intensamente discutida na literatura, e os dados analisados nesta tese estão de acordo com o encontrado em diversas publicações. Além das assinalações das principais bandas de estiramento, pode-se fazer uma correlação entre os dados obtidos e a estrutura dos compostos, principalmente no que diz respeito à estabilidade das ligações analisadas, onde os resultados corroboram com outras análises, como espectroscopia na região do uv-vis e termogravimétrica.

As análises dos termogramas trazem uma nova perspectiva a respeito de compostos triazenos, pois pouco se encontra na literatura. Além dos pontos de decomposição e da estabilidade relativa, fez-se uma proposta de mecanismo de quebras para os pontos de decomposição, demonstrando que, na maioria dos casos, a quebra se dá em uma única etapa, na ligação simples na cadeia de nitrogênios.

CAPÍTULO 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ARTHUR, T. H. M.; BLACKSHAW, H. Dyeing cellulose esters and ethers. Patent US2132456. 1938 .
2. FRYLING, C. F. Preparation of butadiene copolymers. Patent US2313233. 1943 .
3. Production of synthetic elastomers. patent GB606807. 1948 .
4. STONHAM, J. P. Photographic materials. Patent GB1096049. 1967 .
5. Photographic emulsions. colour photography. Patent GB645170. 1950 .
6. KATOH, K. Photographic method and film unit. Patent US4154610. 1979 .
7. HAYAMA M.; TAKIGUCHI O.; TATE Y.; TSUKASE M. Hair dye composition. Patent EP2148647. 2010 .
8. VOLTZ, J.; BOSSARD, W. Colour salts of triazene compounds. Patent US3055881. 1962 .
9. HAYAMA M.; TAKIGUCHI O.; TATE Y.; TSUKASE M. Hair dye composition. Patent US07824449. 2010 .
10. CREMER C.; RIGGS, R. L.; FRÖHLING, B.; MÜLLER, M. Polymeric dyes. Patent US07976585. 2011 .
11. UNITED STATES PATENT. Agripat. Basilea. Suiza *Procedimiento para Preparar Agentes para Combater Insectos, Aracnidos Y Sus Estadios de Desarrollo*. Patent IL33777. 1973.
12. RONALD B.; AMES. MIESEL. UNITED STATES PATENT. UNIROYAL, Inc., a Corporation of New Jersey. *Method Controlling Weeds*. No. Drawing Filled. Ser. No. 591,442, Int.Cl. A01n9/20, 7/00. Nov. 2. 1966.
13. KASINA, S.; et al. Anti-cancer drugs and uses relating thereto for metastatic malignant melanoma and other cancers. patent EP2324006. 2011 .
14. GOKARAJU G. R.; et al. Anti-cancer drugs, and uses relating for malignant melanoma and other cancers. Patent WO10125575. 2010 .
15. OSMAK, M.; et al. Analogues of 1,3-bis(4-nitrophenyl)triazenes, their pharmaceutically acceptable salts and n-acyl derivatives for tumour treatment. Patent WO10103338. 2010 .
16. John L. Eli Lilly and company. UNITED STATES PATENT. Indianápolis, Ind. 3,3-Dialkil-1-(Substituted-phenil)Triazene-1-Óxides. Published under the Second Trial Voluntary Protest Program. Doc. No. B 503,579. February 10. 1976.
17. HOSSEINI, M. W. *American Chemical Society*. 20-22, 2004.
18. LEHN, J. M. *Science*; 227, 849, 1985.
19. PIMENTEL, G. C.; MCCLELLAN, A. L. *The Hydrogen Bond*, Freeman, San Francisco, 1960.

20. STEINER, S.; *Angew. Chem. Int.*, 41, 48-76, 2002.
21. DESIRAJU, G.R.; STEINER, T.; *The Weak Hydrogen Bond – In Structural Chemistry and Biology*, Ed. Oxford University Press, 2001.
22. KOLLMAN, P. A. ALLEN, L. C.; *Chem. Rev.*; 72, 283, 1972.
23. JEFFREY, G. A.; *An Introduction to Hydrogen Bonding*; Oxford University Press Inc; 12, 1997.
24. CIUNIK, Z.; DRABENT, K.; SZTERENBERG, L. *Journal of Molecular Structure*. 641, 175–182, 2002.
25. CIUNIK, Z.; DESIRAJU, G., R. *Chem. Commun.* 703-704, 2001.
26. NISHIO, M.; UMEZAWA, H., Y. **The CH/π Interaction—Evidence, Nature, and Consequence**, Wiley-VCH, London, 1998.
27. MOHAMED, E. M. et al. *Acta Cryst.* C60, m172-m173, 2004.
28. GLIDEWELL, C. et al.; *Acta Cryst.* C63, o102±o107, 2007.
29. STEINER, T.; KOELLNER, G; *J. Mol. Biol.* 305, 535-557, 2001.
30. Diamond - *Crystal and Molecular Structure Visualization Crystal Impact* - K. Brandenburg & H. Putz GbR, Rathausgasse 30, D-53111 Bonn.
31. ABRAHAM, R. J.; EIVAZI, F.; PEARSON, H.; SMITH, K. M. *J. Chem. Soc. Chem. Comm.* 699–701, 1976.
32. COZZI, F.; CINQUINI, M.; ANNUZIATA, R.; SIEGEL, J. S. *J. Am. Chem. Soc.* 115:5330–5331, 1993.
33. SHETTY, A. S.; ZHANG, J.; MOORE, J. S. *J. Am. Chem. Soc.* 118:1019–1027, 1996.
34. TANNER, D.; FITZGERALD, J. A.; PHILLIPS, B. R. *PROG. Rubber Plast. Technol.* 5:229–251, 1989.
35. SHIMIZU, K. D. et al. *Chem. Eur. J.* 15, 36, 2009.
36. MCGAUGHEY, G. B.; GAGNÉ, M.; RAPPÉ, A. K. *J. Biol. Chem.* 273, 15458-15463, 1998.
37. GRIESS, P.; *Proc. Roy. Soc. London.* 9, 594, 1859.
38. MELDOLA, R.; STREATFEILD, F. W., *J. Chem. Soc.* 51, 434, 1887.
39. MELDOLA, R.; STREATFEILD, F. W., *J. Chem. Soc.* 53, 664 (1888).

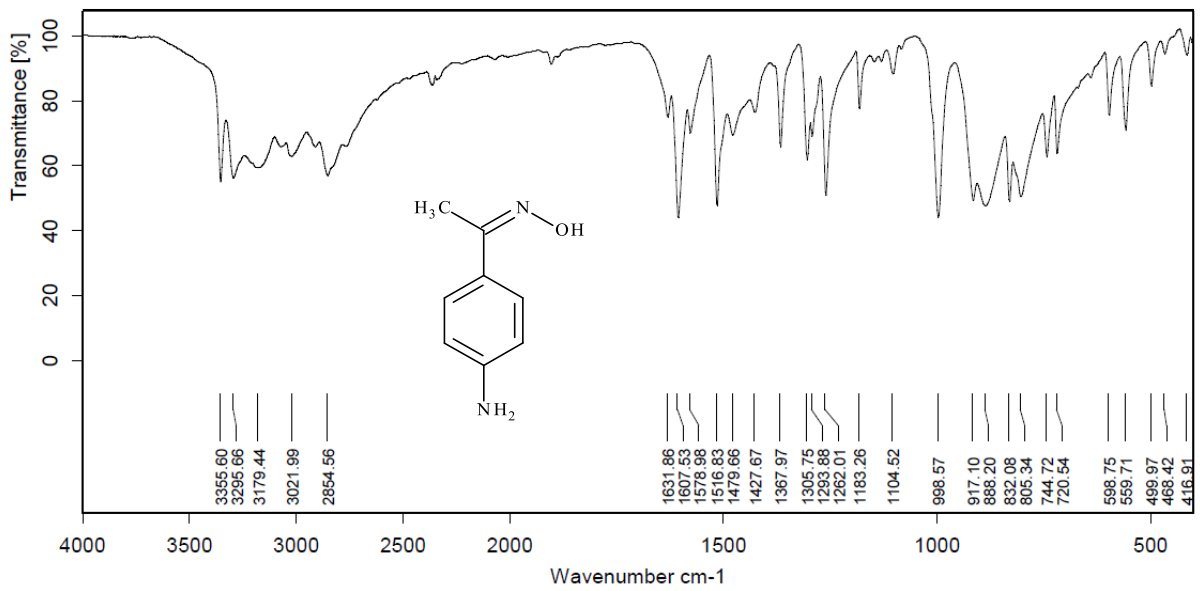
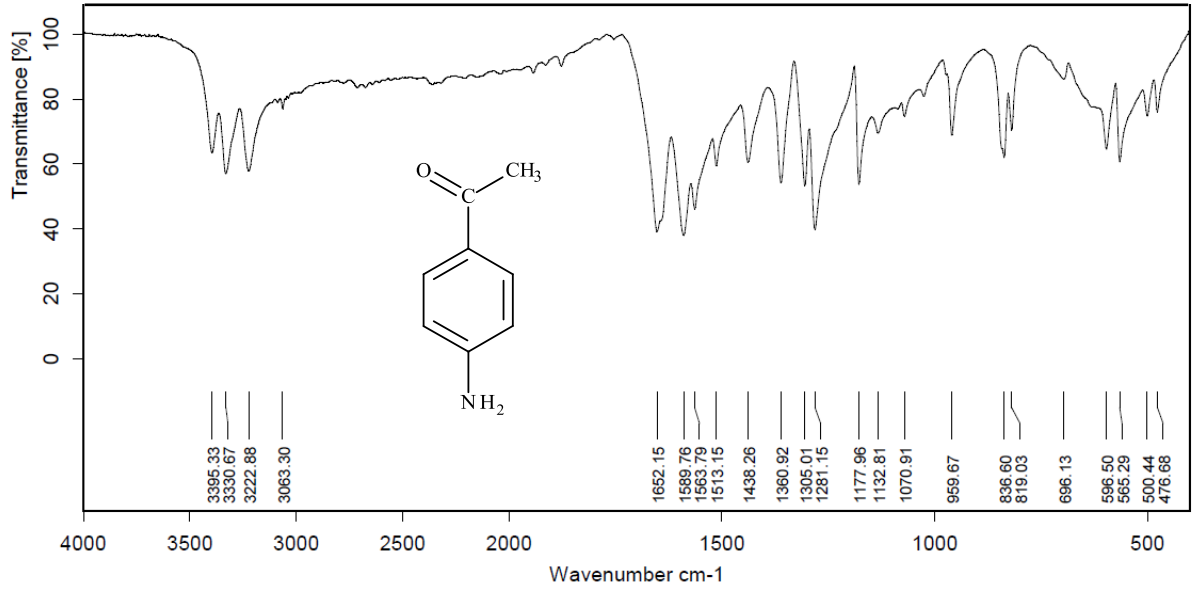
40. MELDOLA, R.; STREATFEILD, F. W., *J. Chem. Soc.*, p. 785, 1890.
41. MEUNIER, L. *C.R. Hebd. Seances Acad. Sci.* 131, 50, 1900.
42. MEUNIER, L. *C.R. Hebd. Seances Acad. Sci.* 137, 1264, 1903.
43. MEUNIER, L.; Rigot, A., *Bull. SOC. Chim. Fr.* 23, 103, 1900.
44. NIEMENTOWSKI, S.; ROSZKOWSKI, J., *Z. Phys. Chem.* 22, 145, 1897.
45. CUISA, R., AND PESTALOZZA, U. *Atti. Accad. Naz. Lincei, CI. Sci. Fis. Mat. Nat. Rend.* 18.92, 1911.
46. CUISA, R., AND PESTALOZZA, U. *Cazz. Chim. Ital* 41, 391, 1911.
47. MOORE, D. S. & ROBINSON, S. D. *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.*, 30, 1-68, 1986.
48. KIMBALL D. et al. *J. Org. Chem.*, 124, 8, 2002.
49. ORPEN, A. G. et al. *J. Chem. Inf. Comput. Sci.* 44, 2133-2144, 2004.
50. HARTMAN, W. W.; DICKEY, J. B. *Org. Synth. Coll.* 2, 163, 1943.
51. VERNIN, G.; SIV, C.; METZGER, J.; *Synthesis.* 691, 1977.
52. FARREL, N.; VARGAS, M. D.; MASCAREÑAS, Y. A.; GAMBARDELLA, M. T. D. *Inorg. Chem.* 26 (9), 1426-1429, 1987.
53. DRUCKREY, H.; IVANKOVIC, S.; PREUSSMANN, R.; *Naturwissenschaften*, 54, 171, 1967.
54. BAIRD, G. M.; WILLOUGHBY, M. L. N. *Lancet*; 681, 1978.
55. LOW, J. W.; SINGH, R. *Biochem. Pharm.*; 31 (7), 1257-1266, 1982.
56. RACHID, Z.; KATSOULAS, A.; BRAHIMI, F.; JEAN-CAUDE, B. J.; *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*; 13, 2297-3300, 2003.
57. POPA, GR.; DANET, A. F.; POPESCU, M.; *Talanta*, 25, 546-548, 1978.
58. CHUNG-GIN, H.; CHAO-SHENG, H.; JI-HONG, J.; *Talanta*; 27, 676-678, 1980.
59. DANET, A. F.; DAVID, V.; *Talanta*; 39 (10), 1299 – 1306, 1992.
60. Vaughan, K. et al. *J. Chem Crystallogr*; 38, 447–452, 2008.
61. WALTON, A. R.; JENKINS T. C.; NEIDLE S. *Acta Cryst.* B47, 771-775, 1991.

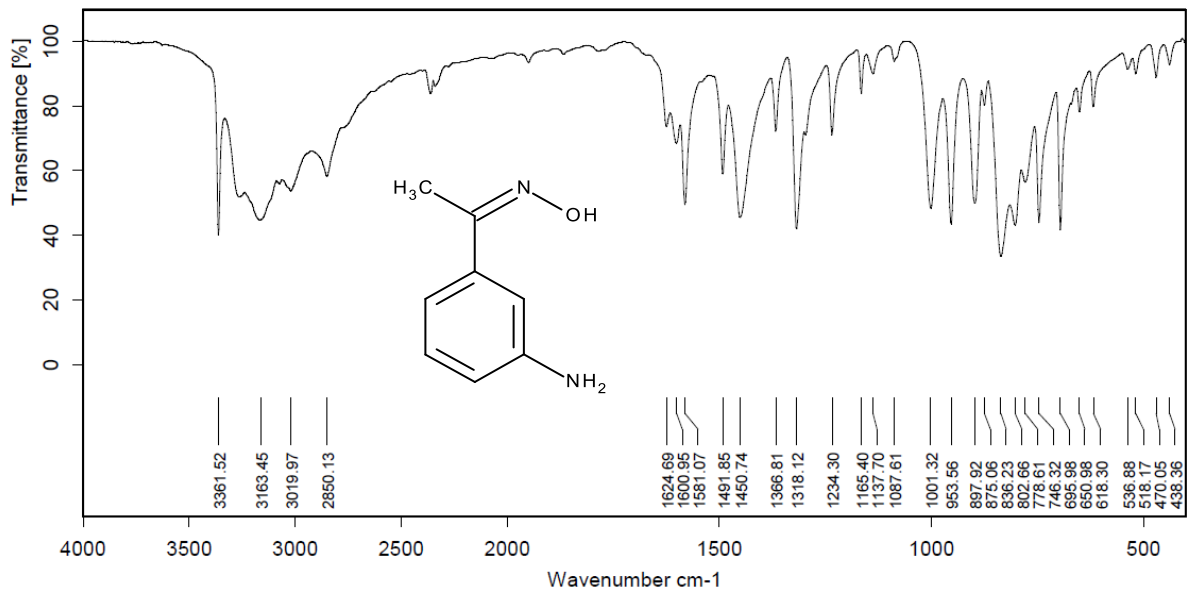
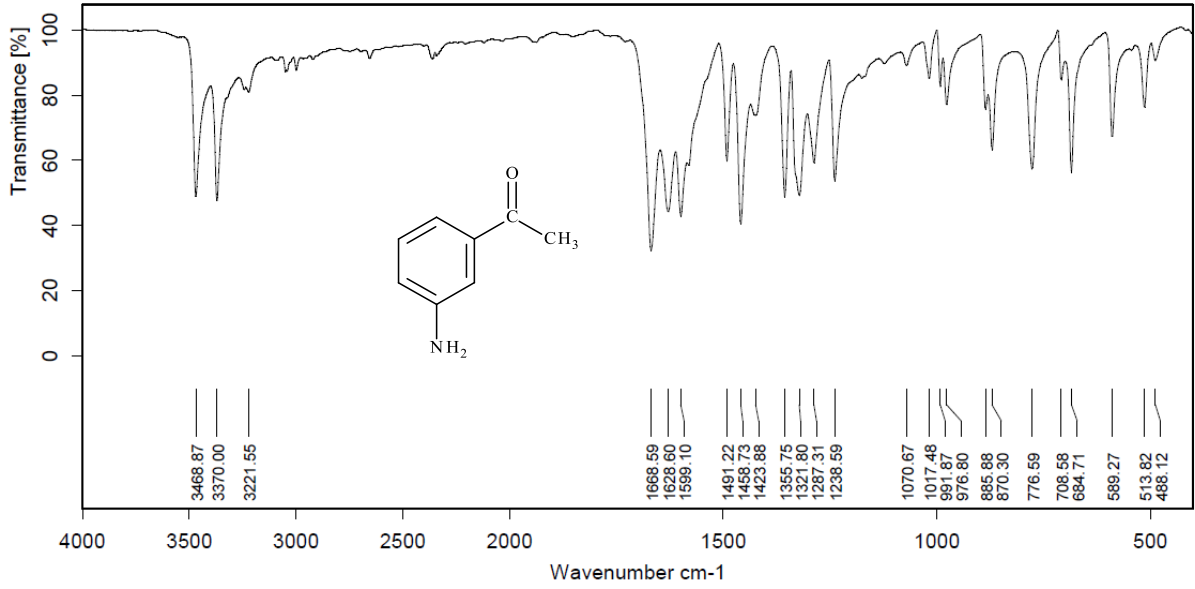
62. HÖRNER, M.; BRESOLIN, L.; *Acta Crystallogr. Sect. C: Cryst. Commun.*, 59, 426, 2003.
63. HÖRNER, M.; BRANCHER, A. L.; SILVA, A.; BORDINHAO, J.; MOSSMER, C. M. *Acta Cryst. Section C*. C60, o303, 2004.
64. RODRIGUEZ, J. G.; et al. *Polyhedron*, 18, 3051, **1999**.
65. VILLIS, P. C. M. *Avaliacao da auto-associação molecular de complexos metálicos com ligantes triazenidos derivados do 1,3-bis(fenil)triazeno*. Tese (Doutorado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2007.
66. ROFOUEI, M. et al. *Acta Cryst.* E65, o719, 2009.
67. TSCHUGAEFF, L. *Chem. Ber.* 23, 1, 1890.
68. CHAUDHURI P. *Coordination Chemistry Reviews*, 243, 143-190, 2003.
69. MILIOS, C. J. et al. *Polyhedron*. 25 134–194, 2006.
70. AAKERÖY, C. B.; BEATTY, A. M., LEINEN, D. S. *Crystal Growth & Design*. 1 (1), 47–52, 2001.
71. AUTIO, J. et al. *Acta Cryst.* E64, o2173, 2008.
72. HÖRNER, M.; CASAGRANDE, I. C.; FENNER, H.; DANIELS, J. BECK, J.; *Acta Cryst. Section C*. C59, m424-m426, 2003.
73. HÖRNER, M.; CARRATU, V.; HERBST-IRMER, R.; MÖSSNER, C. M.; STRÄHLE, J.; *Z. Anorg. Allg. Chem.* 628, 1, 2002.
74. RODRIGUEZ, J. G.; PARRA-HAKE, M. AGUIRRE, G.; ORTEGA, F.; WALSH, P. J.; *Polyhedron*. 18, 3051, 1999.
75. HÖRNER, M.; BECK, J.; STRÄHLE, J.; *Z. Anorg. Allg. Chem.* 622, 1177-1181, 1996.
76. BRESOLIN, L.; **Síntese, estrutura e propriedades de complexos de Cu(II) e TI(I) com ligantes triazenos monocatenados**. Tese (Doutorado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2003.
77. BECK, J.; STRÄHLE, J.; *Z. Naturforsch*; 41b, 1381, 1986.
78. HANOT, V. P.; et al, *Inorg. Chim. Acta*. 256, 327-329, 1997.
79. LEE, J. D.; *Concise Inorganic Chemistry*, London: Champman & Hall, 1991.
80. LEDESMA, G.; **Síntese e cristalquímica de complexos mononucleares de Cu(II) e Hg(II) com 1,3-bis(4-nitrofenil)triazeno**. Dissertação (Mestrado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2000.

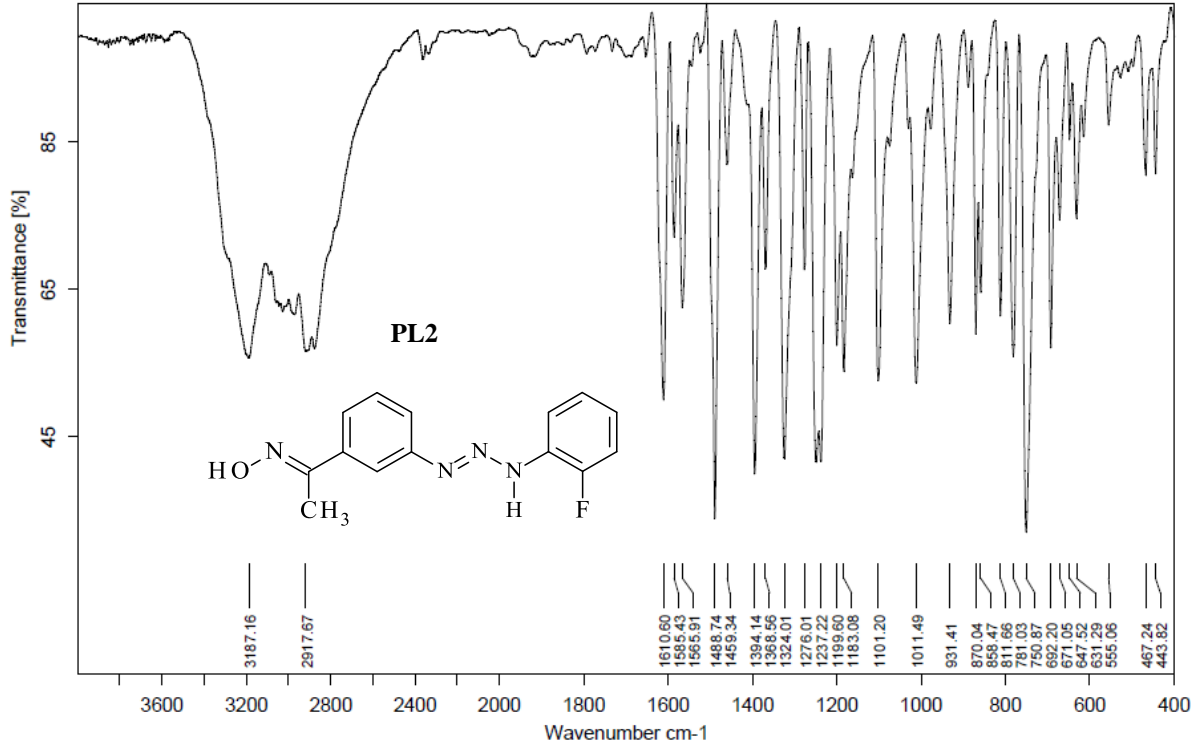
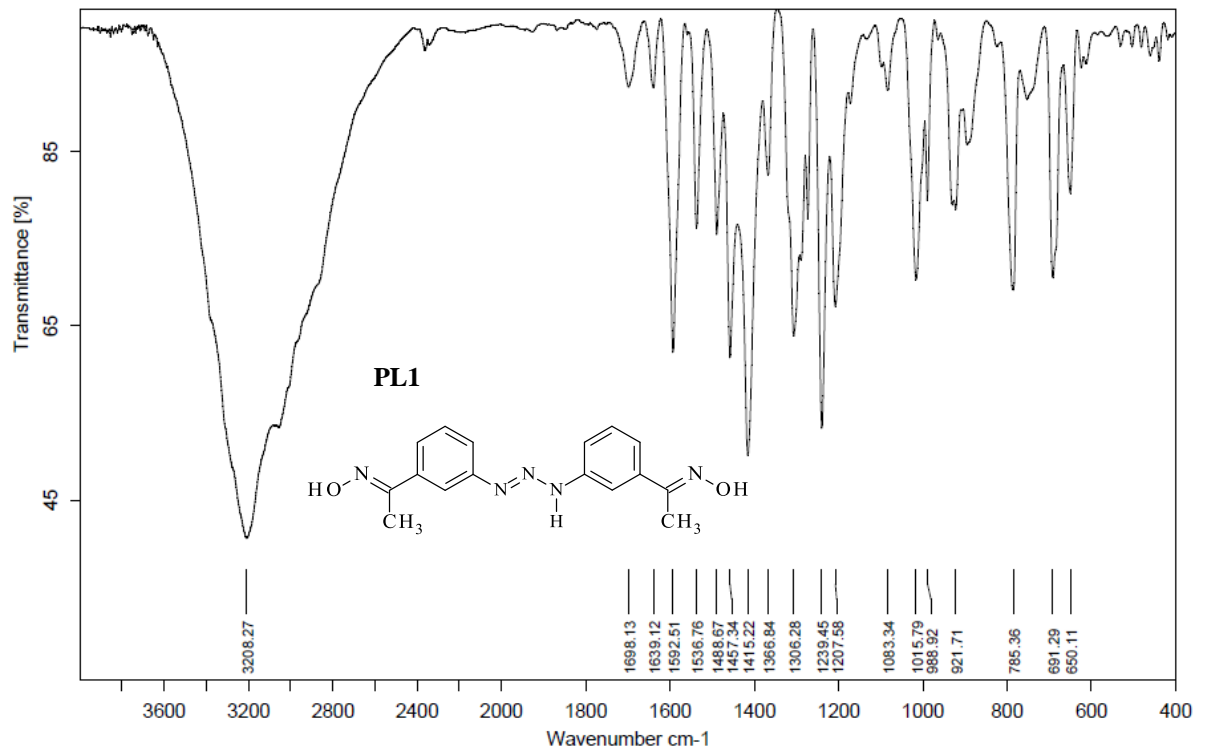
81. HÖRNER, M.; OLIVEIRA, G. M.; NAUE, J. A.; DANIELS, J.; BECK, J.; *Journal of Organometallic Chemistry*. 691, 1051-1054, 2006.
82. HÖRNER, M.; OLIVEIRA, G. M.; BEHM, M. B.; FENNER H. Z. *Anorg. Allg. Chem*; 632, 615-618, 2006.
83. BORTOLUZZI, A. J. *Comportamento dos ligantes isômeros 1,2 e 1,3-bis(feniltriazeno) benzeno, análise estrutural cristalina/molecular de complexos multinucleares com Cu(I), Au(I), Hg(II) e Tl(I)*. Dissertação (Mestrado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 1995.
84. OLIVEIRA, A. B. de. *Síntese, cristalquímica e bioinorgânica de compostos triazenos*. Dissertação (Mestrado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2000.
85. BRUKER (2009). *APEX2* (Version 2009.11), *SAINT* (Version 2008/4) and *SADABS* (Version 2008/1). Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
86. SHELDRICK, G. M. *Acta Cryst.* A64 112-122, 2008.
87. FARRUGIA, L. J., *J. Appl. Crystallogr.* 32, 837-838, 1999.
88. TAYLOR, R. *ET ALL. Acta Crystallogr.* B58, 389-397, 2002.
89. HAHN, T. *International Tables for Crystallography, Vol. A Space-Group Symmetry, 2ª Ed.; The International Union of Crystallography*, D. Reidel Publishing Company, Dordrecht, Holland, 1987.
90. ANDO, R. A. *ET AL. J. Raman Spectrosc.* 39, 2008.
91. ANULEWICZ, R. *Acta Crystallogr. Sect. C: Cryst. Struct. Commun.* 345, 1997.
92. MASOUD, M.S.; ALI, A.E.; SHAKER, M.A.; GHANI, M.A.; *Spectrochimica Acta Part A*, 61, 3102-3107, 2005.
93. WARDELL; et al. *Acta Cryst.* C62, o118-o121, 2006.
94. THANIKASALAM; et al. *Acta Cryst.* C62, o324-o327, 2006.
95. MOTHIMOHAMED E. et al. *Acta Cryst.* C60, m172-m173, 2004.
96. ROFOUEI, M. K.; et al. *Acta Cryst.* E65, m1185-m1186, 2009.
97. GLIDEWELL, C.; et al. *Acta Cryst.* C62, o324±o327, 2006.
98. LEE, J. D.; *Concise Inorganic Chemistry*, Ed. Chapman & Hall, 1991.
99. HÖRNER, M. ET AL. *Journal of Organometallic Chemistry*. 691, 655-658, 2006.
100. HAMBLEY, T. W., HOCKING, R. K., *Inorg. Chem.* 42, 2833-2835, 2003.

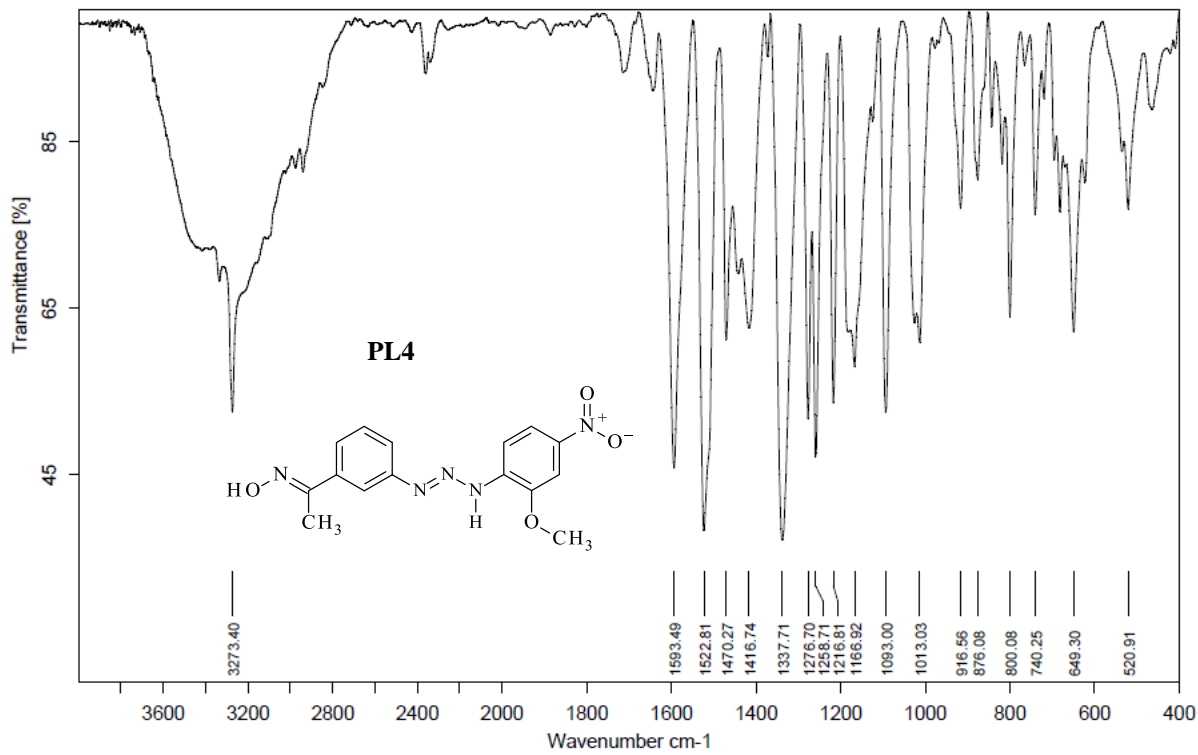
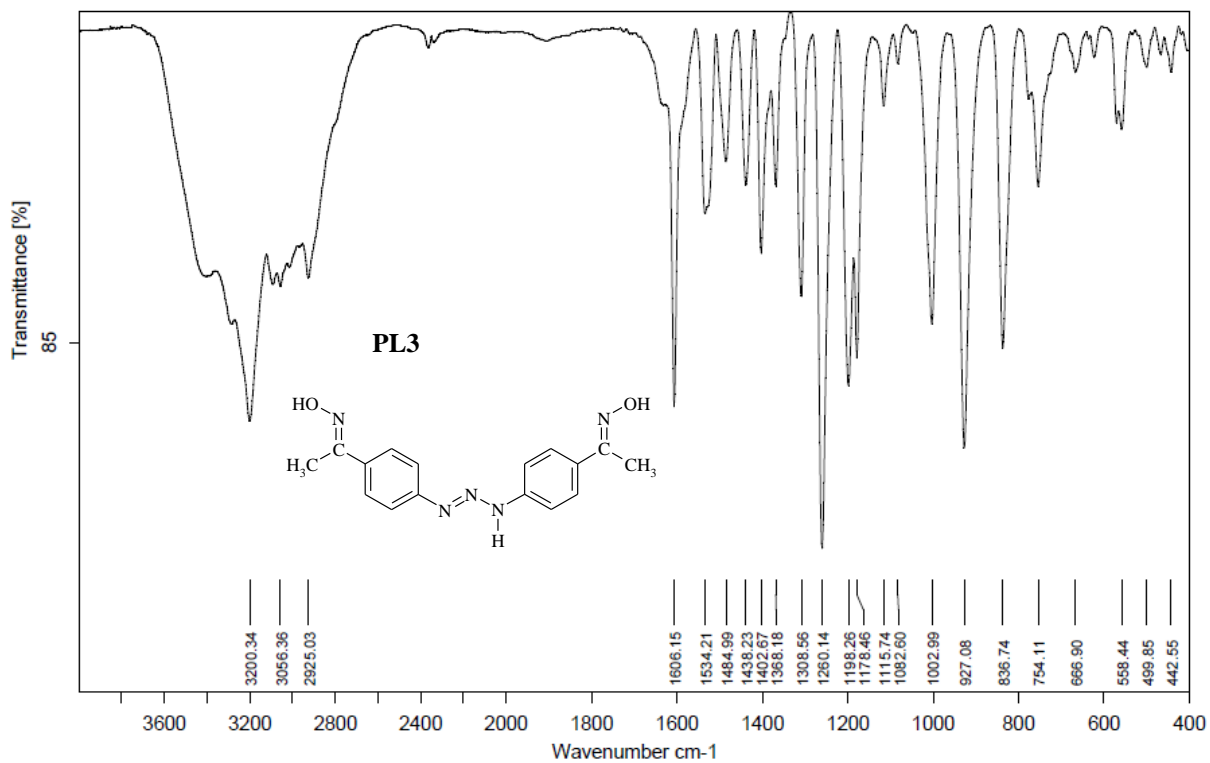
101. ORPEN, G.; BRAMMER, L.; ALLEN, F. H.; KENNARD, O.; WATSON, D. G. & TAYLOR, R.; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* p. S1-83, 1989.
102. ALLEN, F.H., KENNARD, O., WATSON, D. G., BRAMMER, L., ORPEN, A. G. & TAYLOR, R.; *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. S1-19; 1987.
103. CRESPIAN, E. DOS R., *Síntese e cristaloquímica de complexos de mercúrio(II) com o ligante 1-(3-trifluorometilfenil)-3-(3-nitrofenil)triazeno*. Dissertação (Mestrado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2005.
104. KHRAMOV, D. M.; BIELAWSKI, C. W.; *J. Org. Chem.*; 72: 9407, 2007.
105. GIGLIO, V. F. *Síntese e cristaloquímica de complexos de Hg(II) e Ni(II) com o ligante 3-(2-Fluorofenil)-1-(4-Acetilfenil)Triazenido e atividade biológica de Triazenos livres*. Dissertação (Mestrado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2006.
106. VISENTIN, L. do C. *Síntese, propriedades e investigação estrutural de 1,3-Diariltriazenos e complexos com Ni(II), Pd(II), Pt(II) e Hg(II)*. Tese (Doutorado em Química); Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2006.
107. ZIMMERMANN, F. et al. *Applied spectroscopy*. 47, 7, 1993.

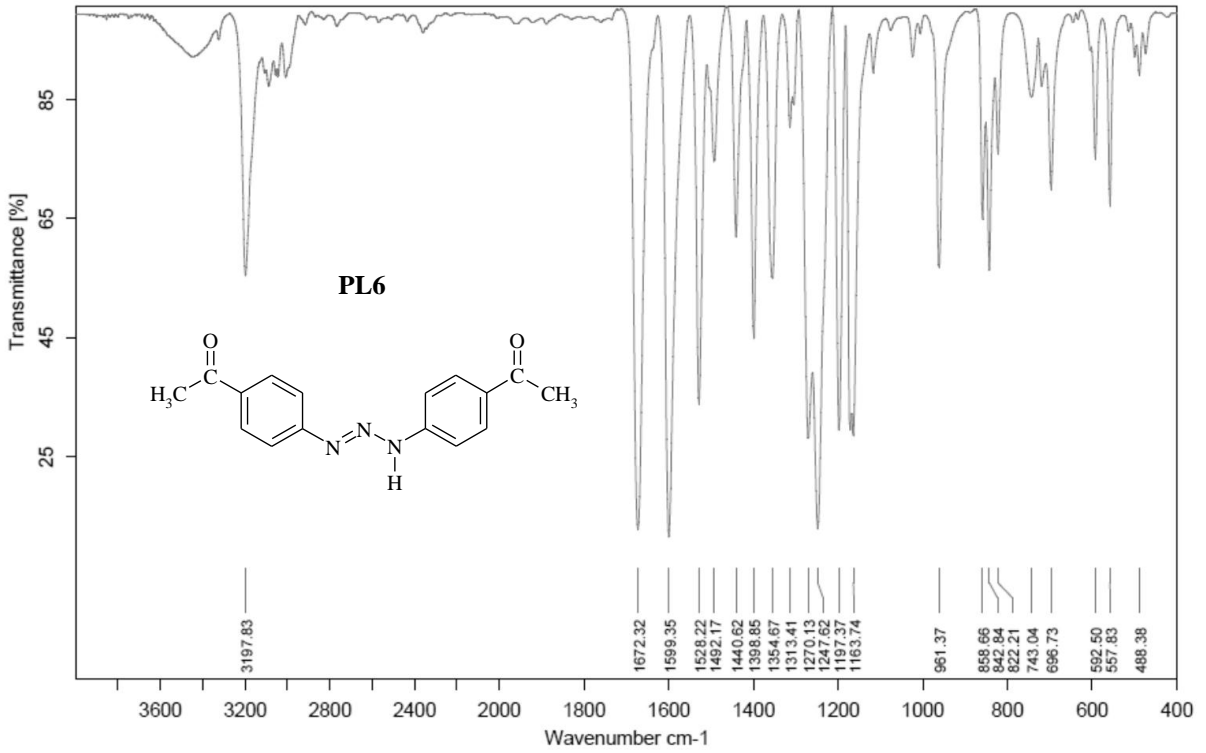
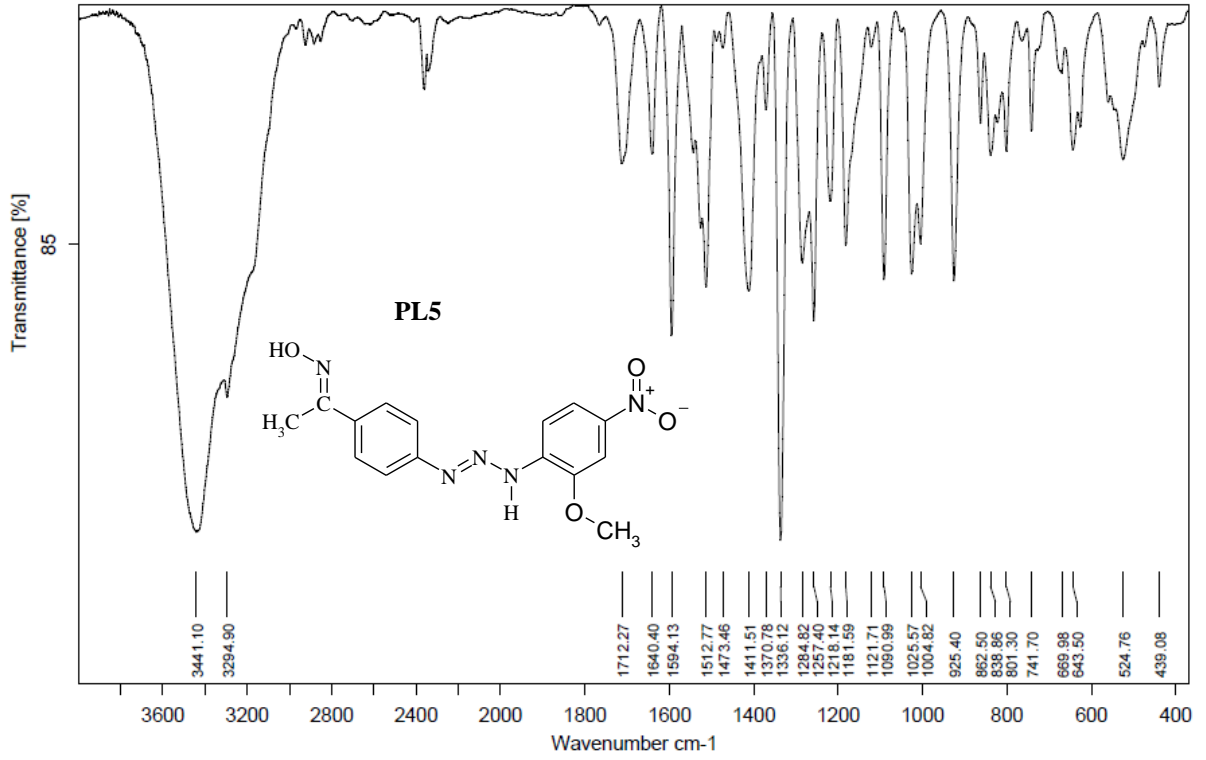
ANEXO 1: Espectros de Infravermelho

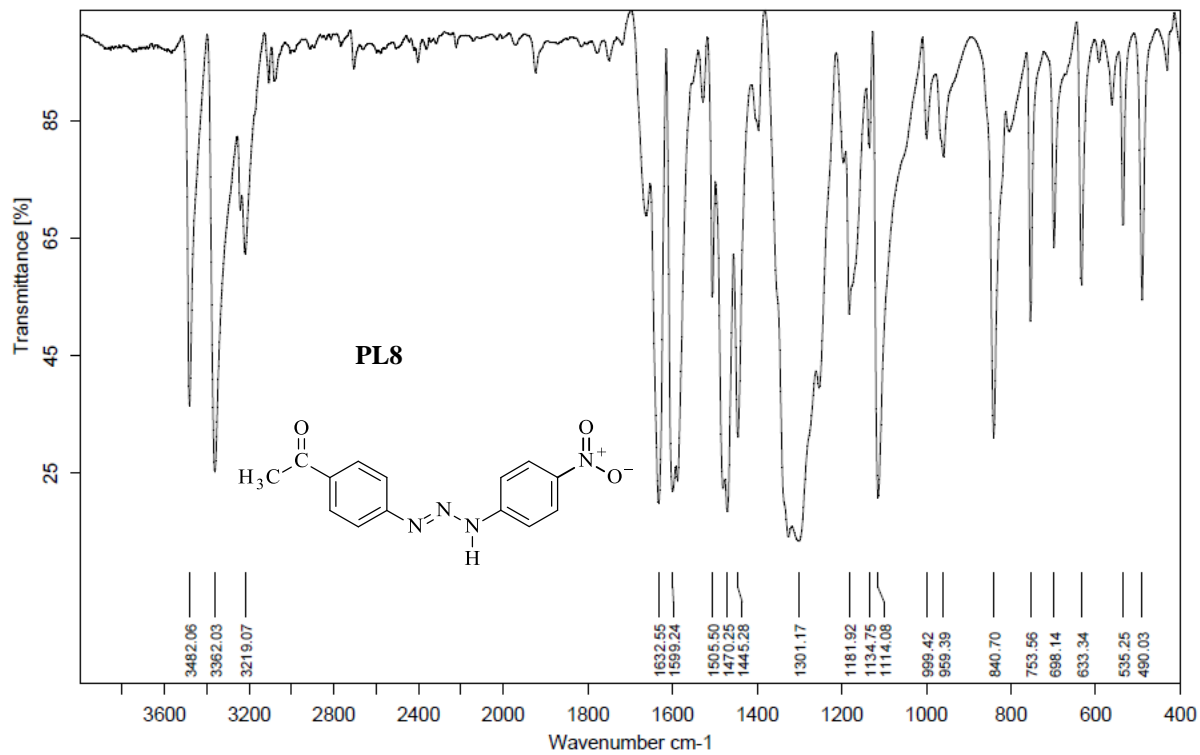
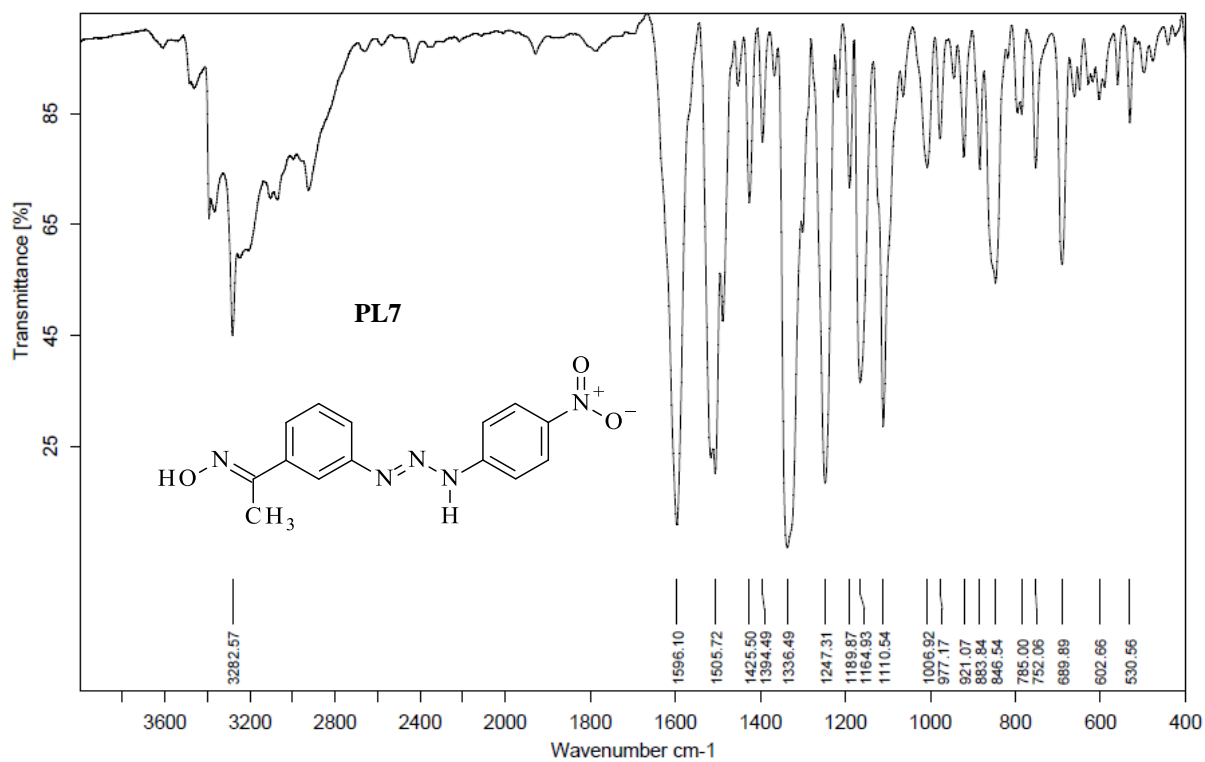


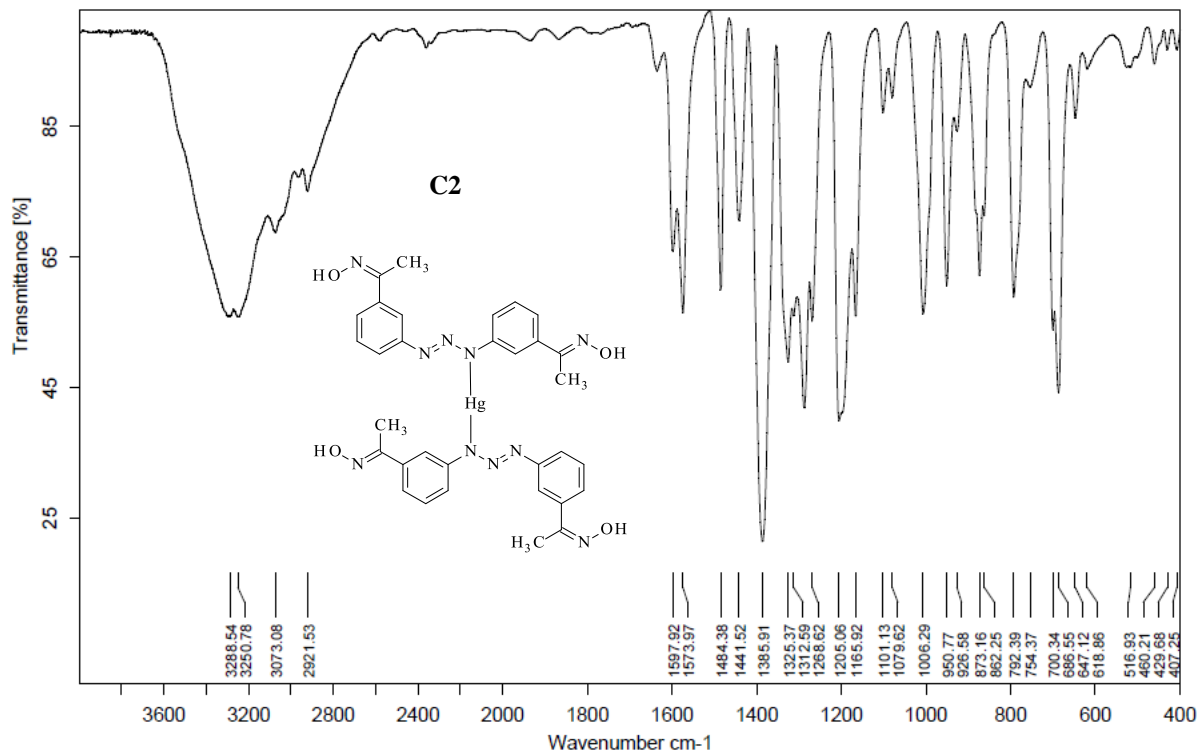
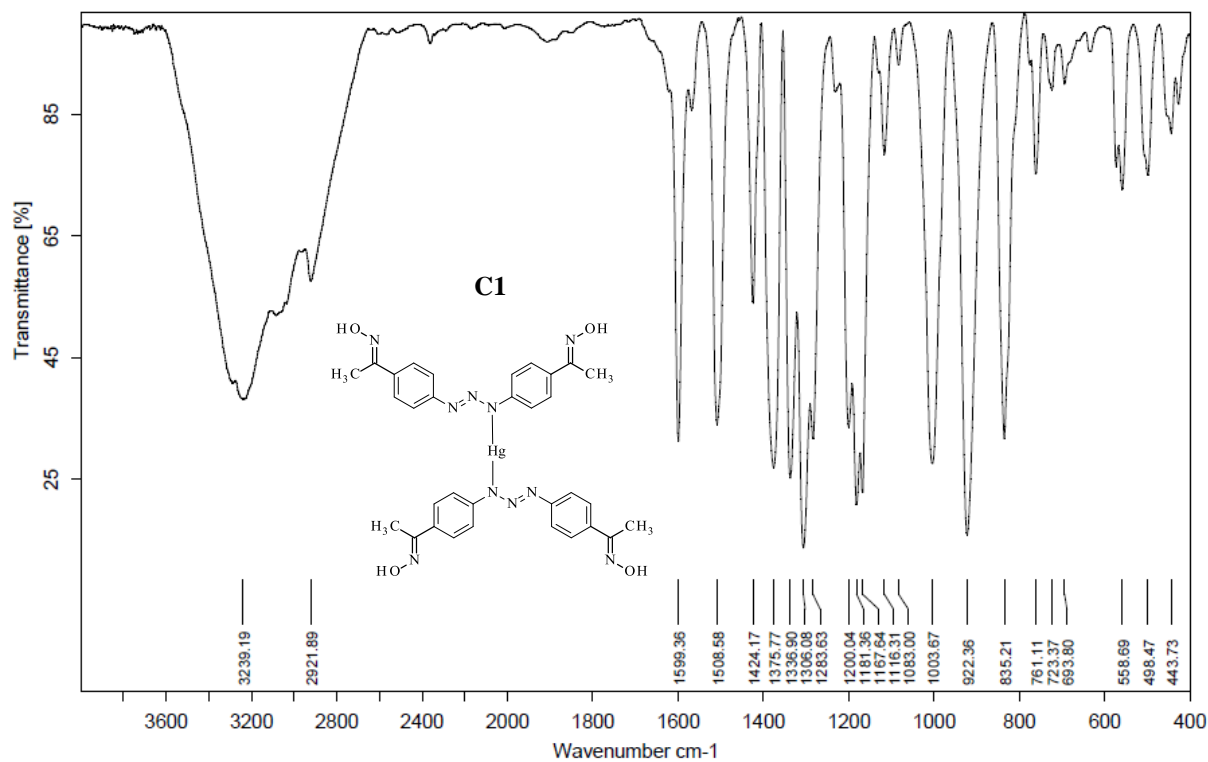


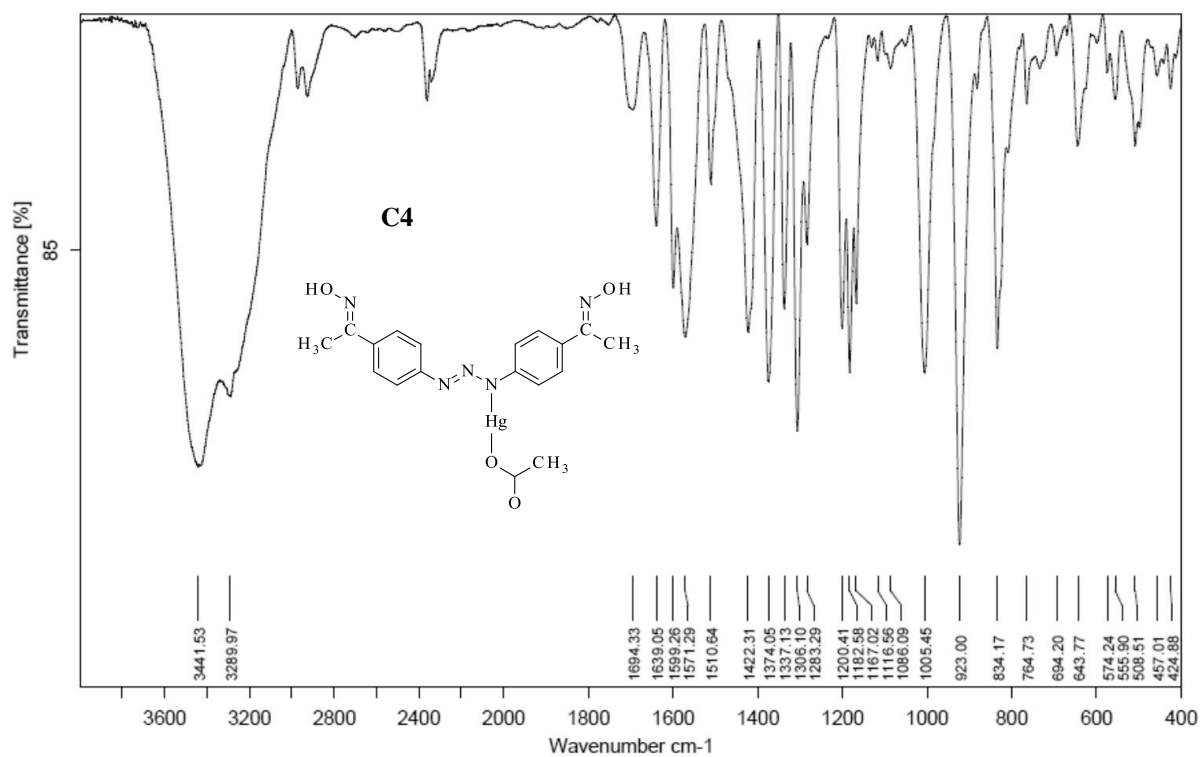
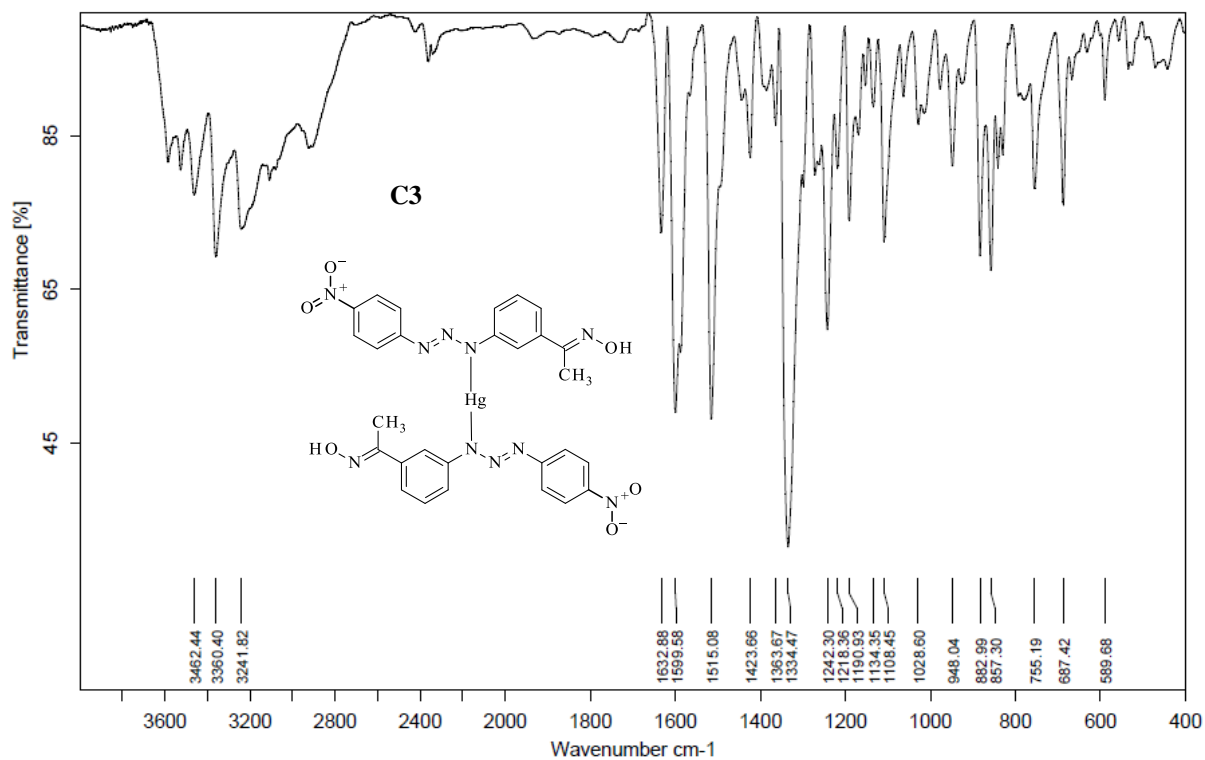


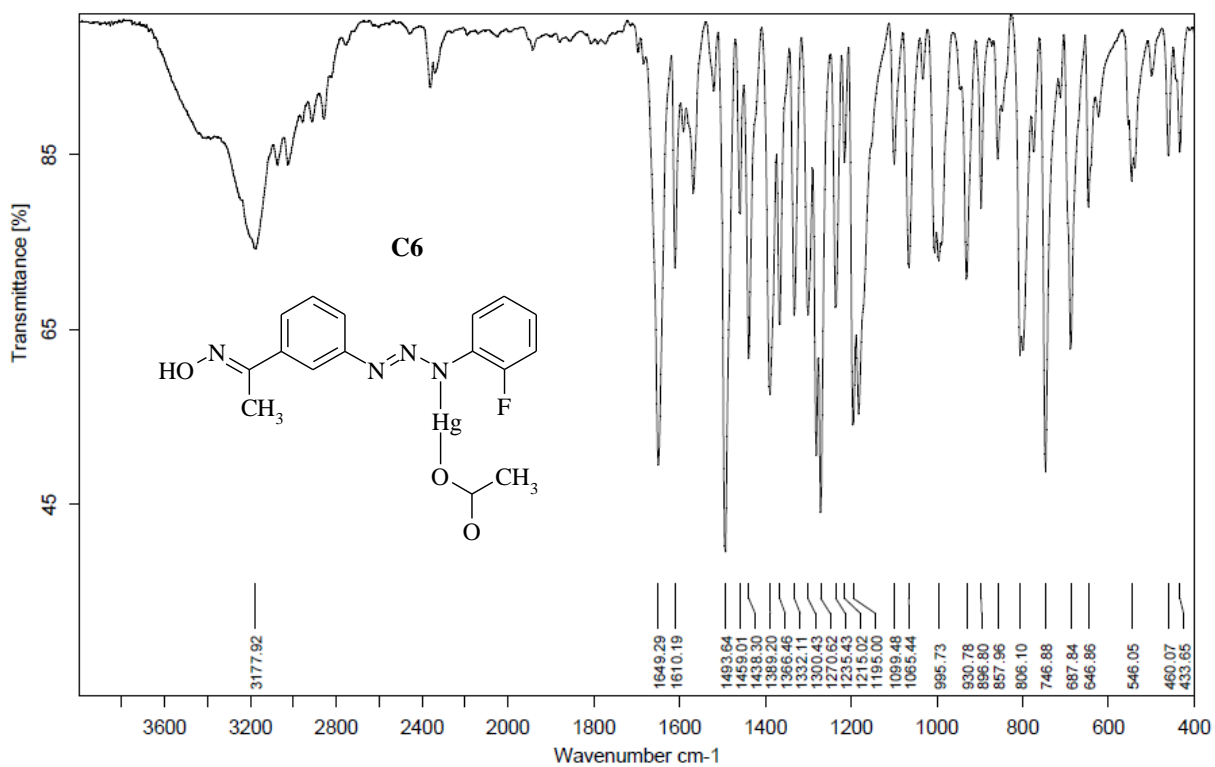
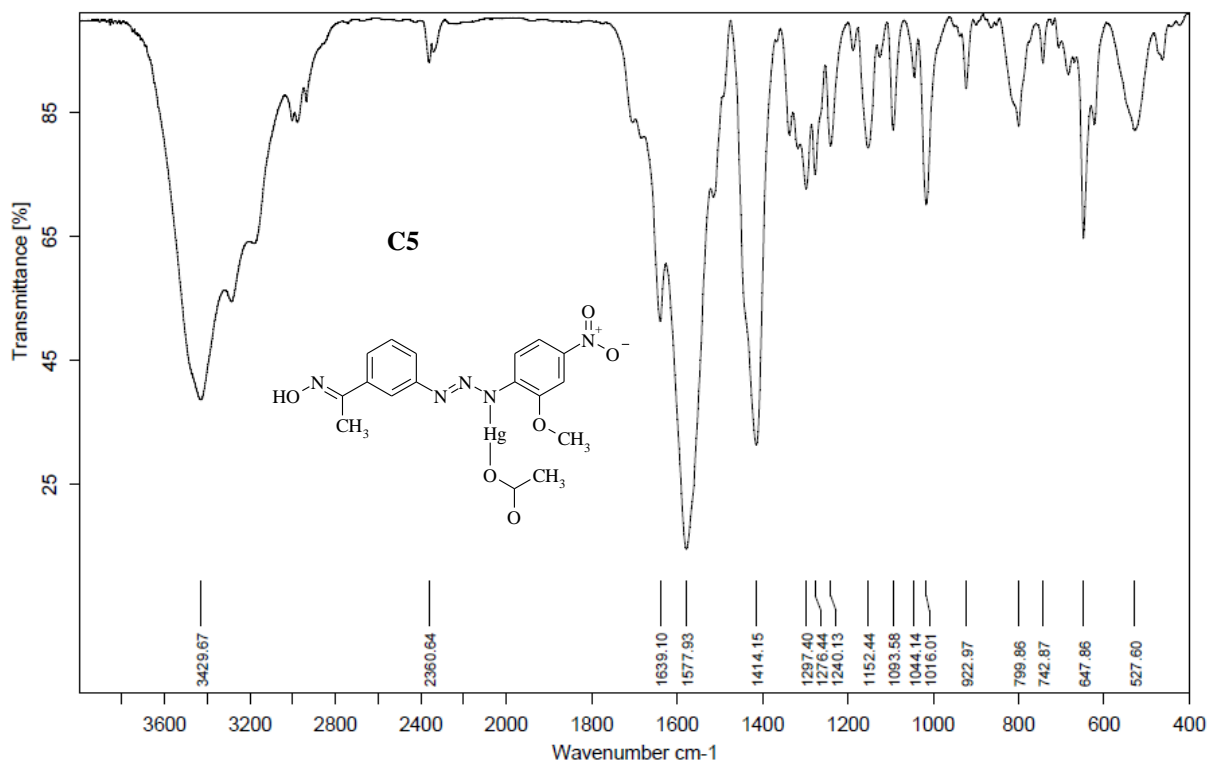


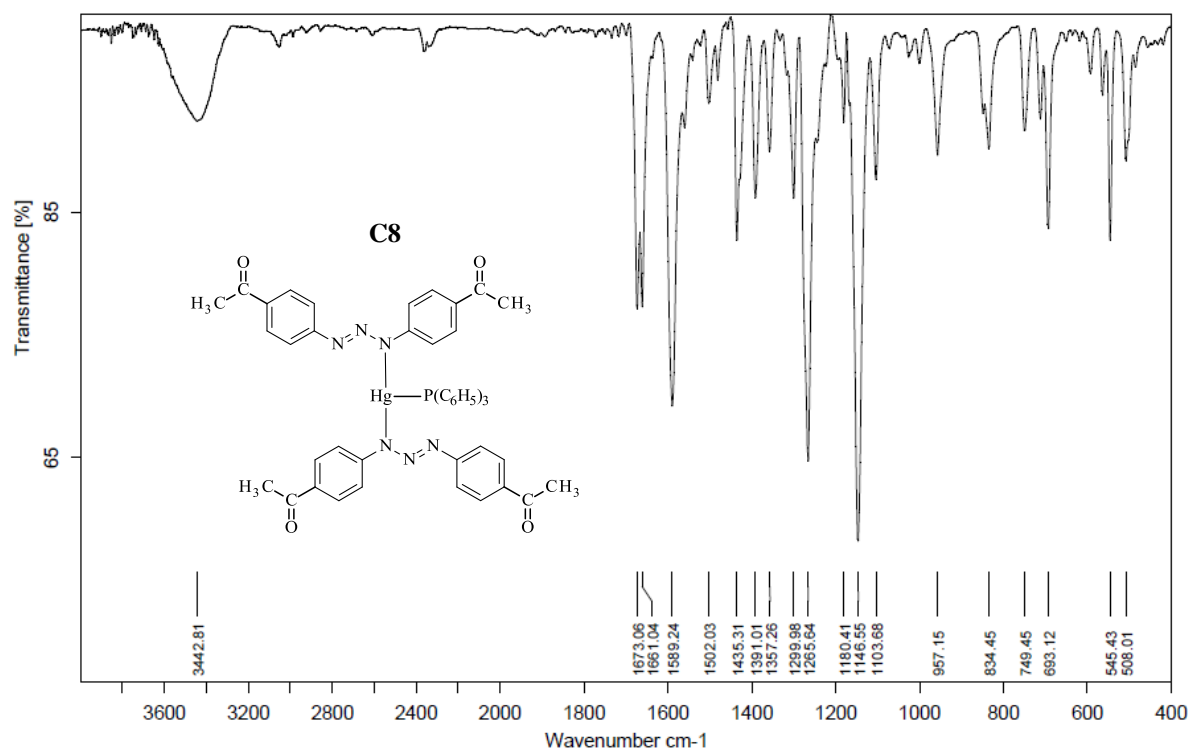
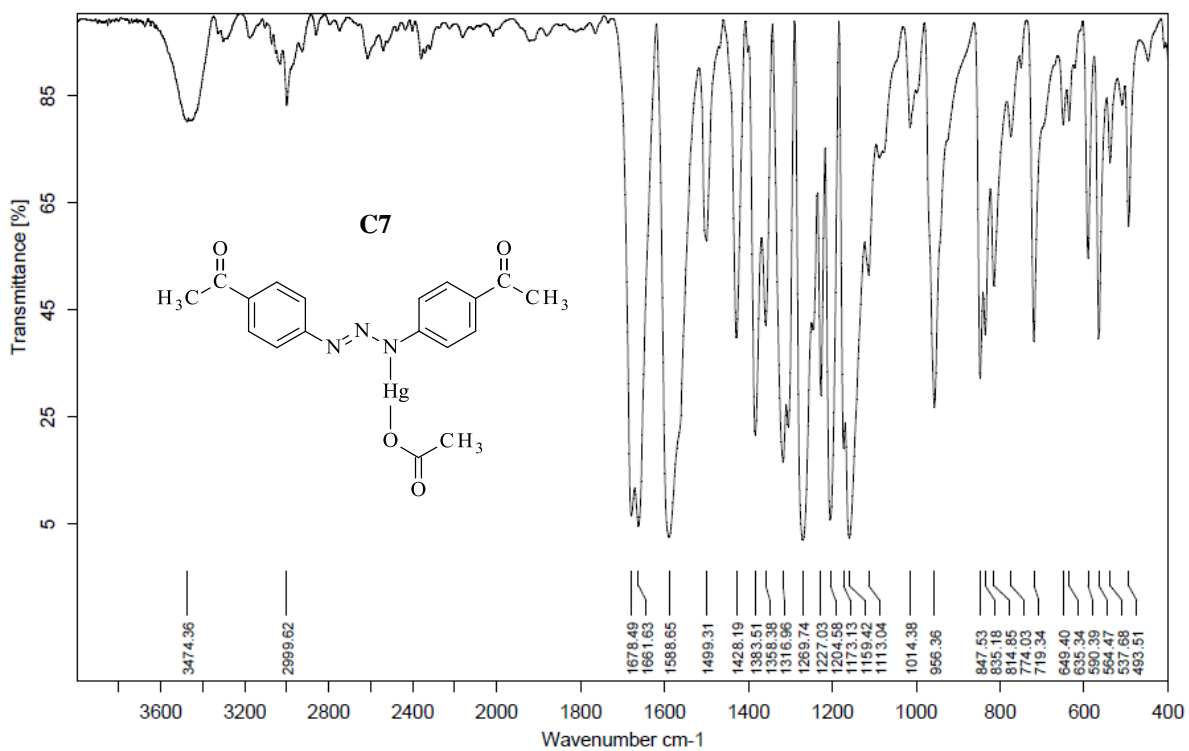


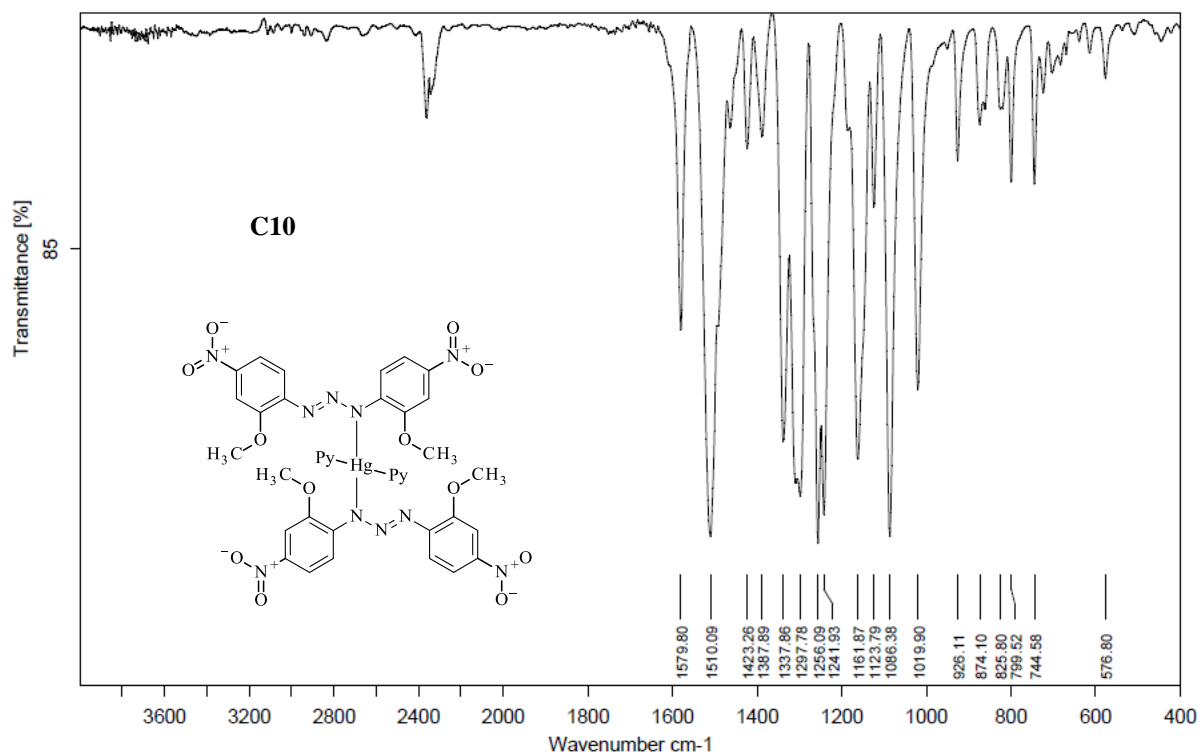
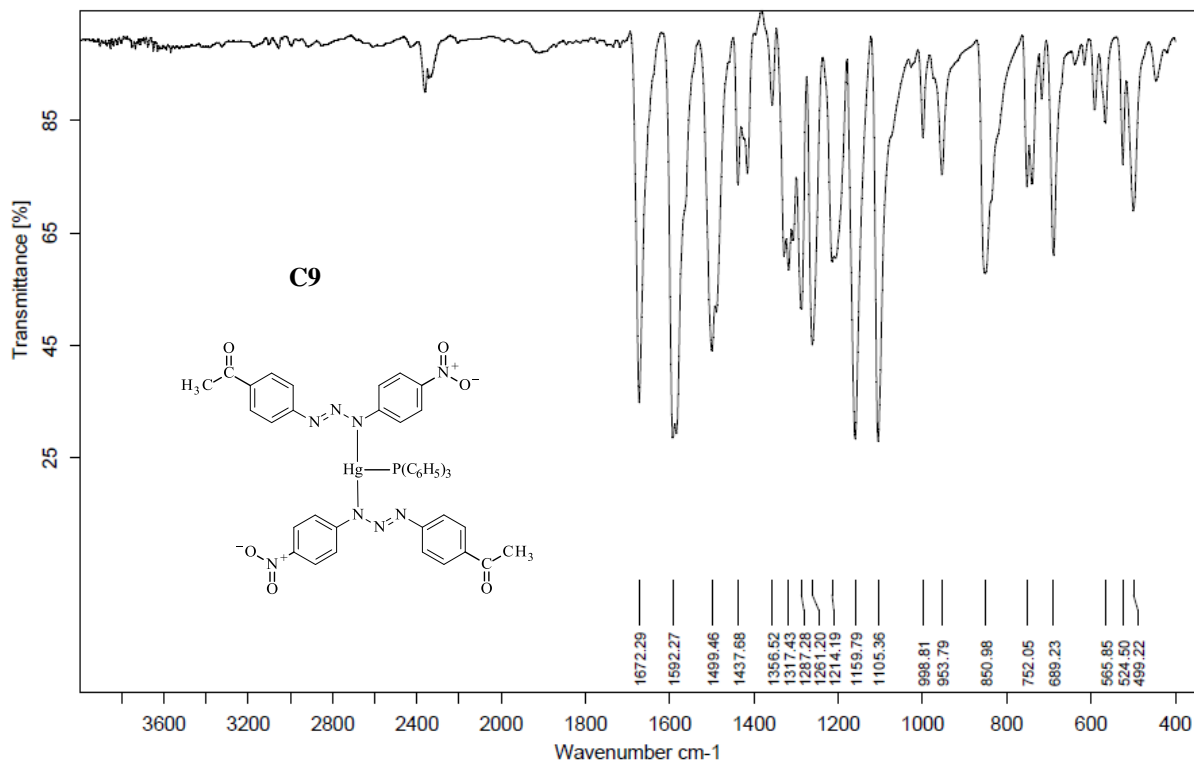




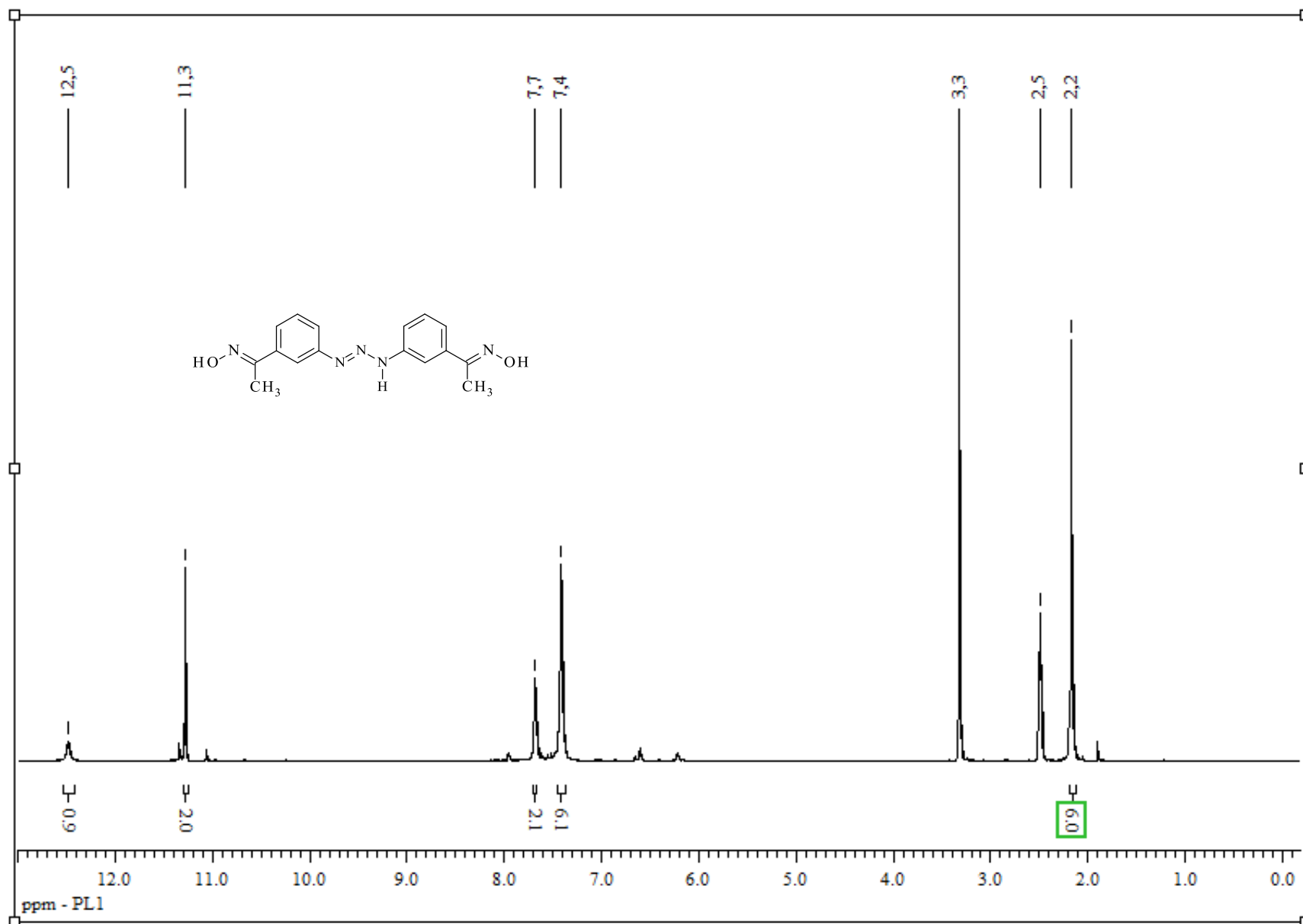


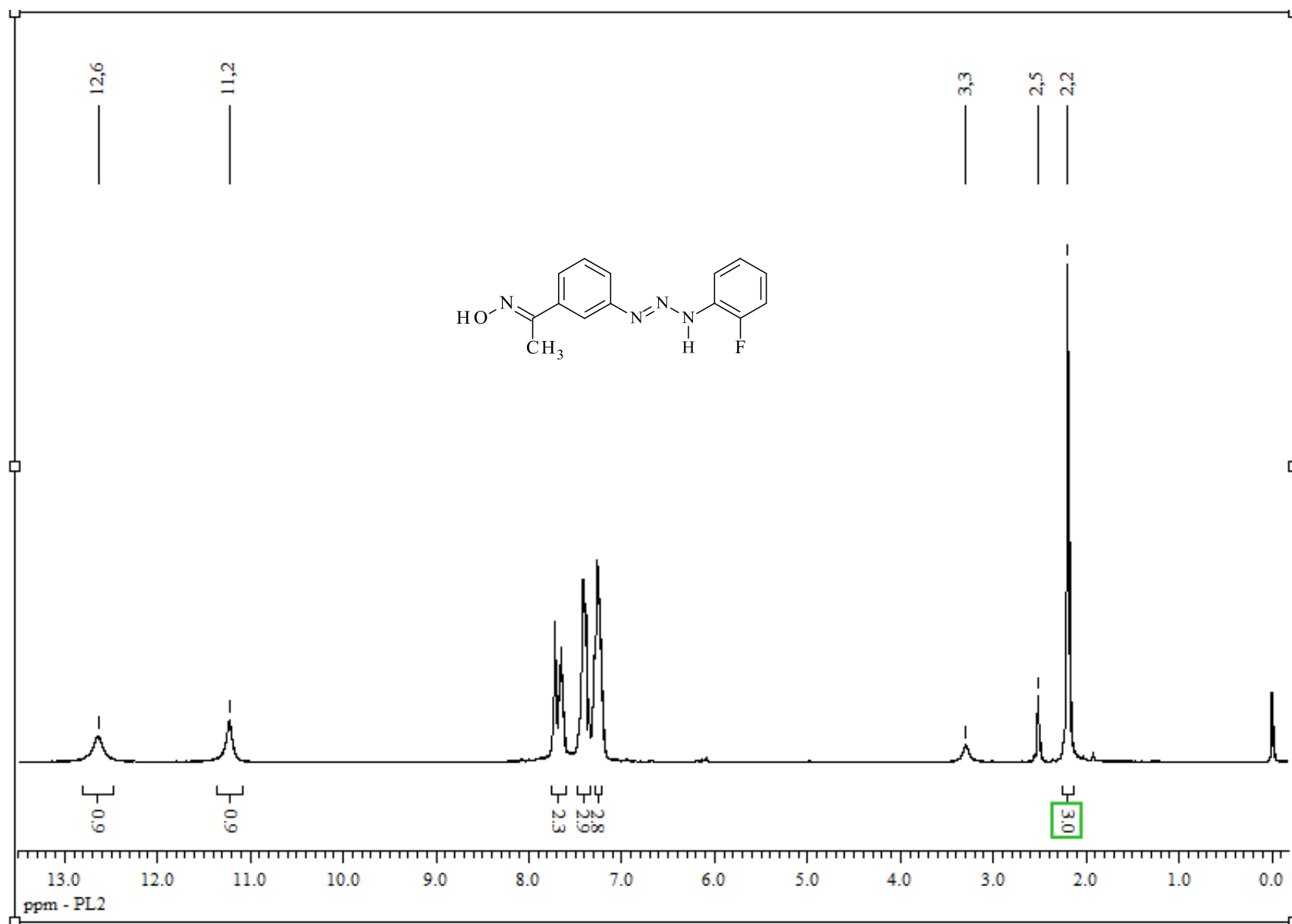


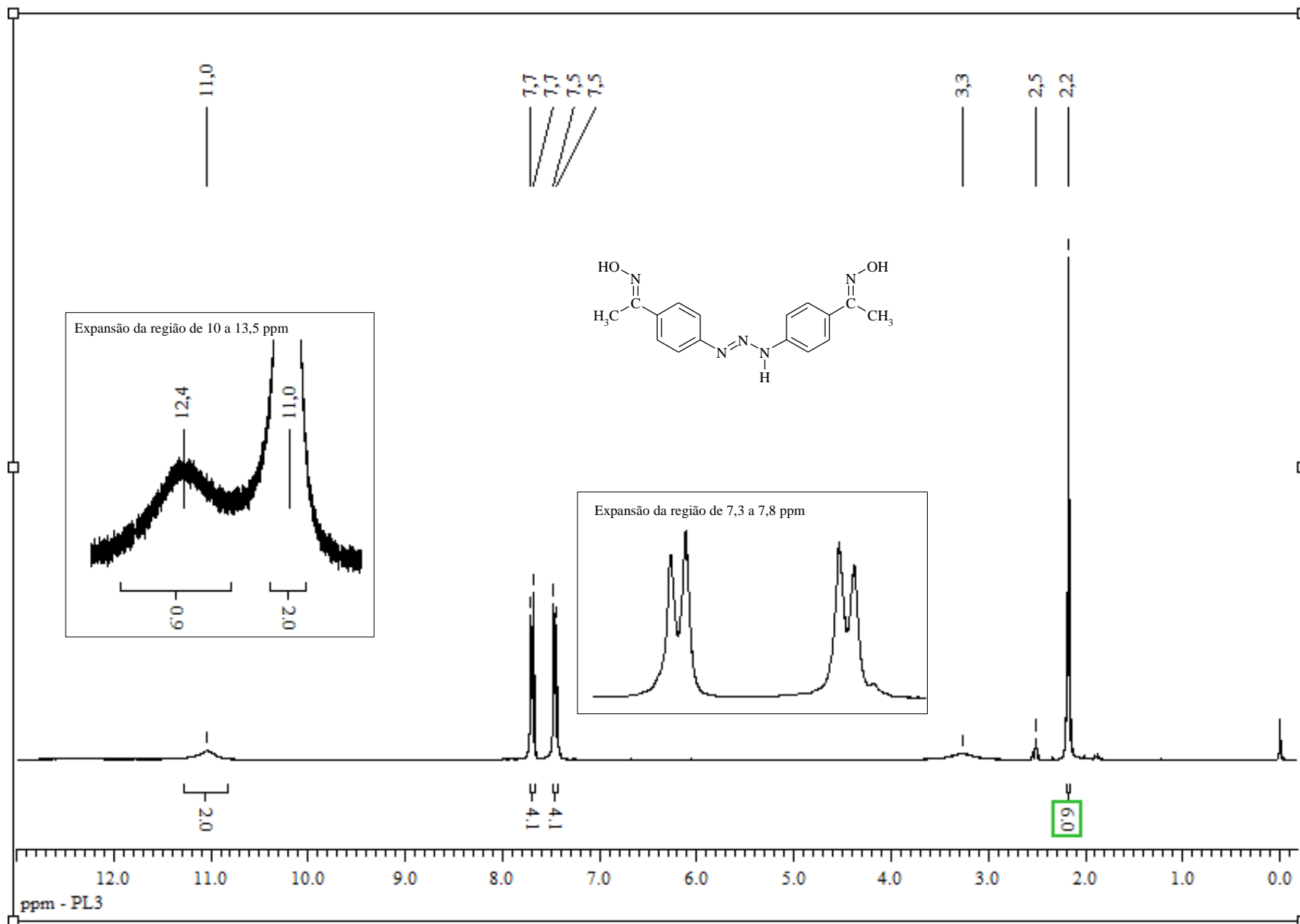


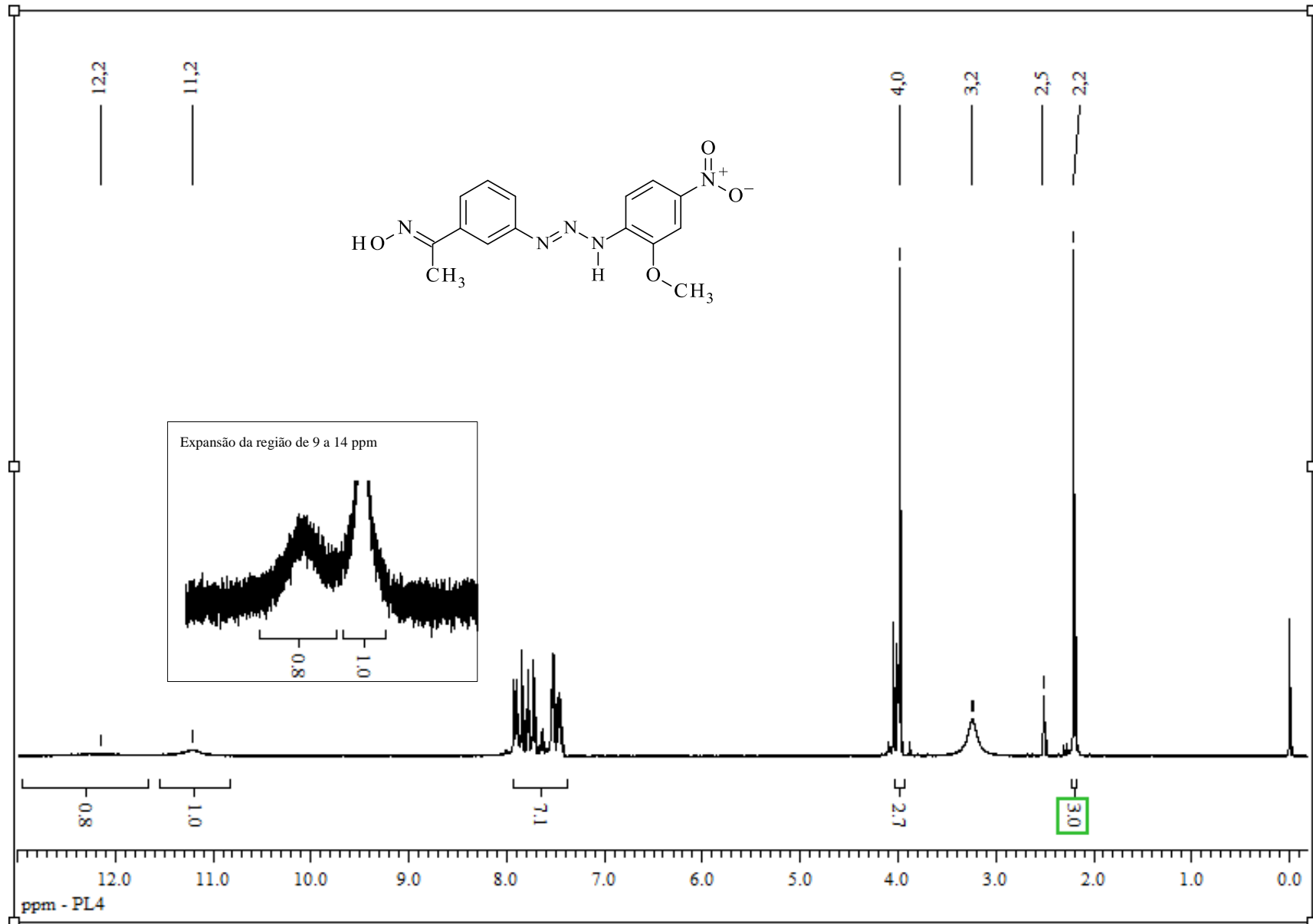


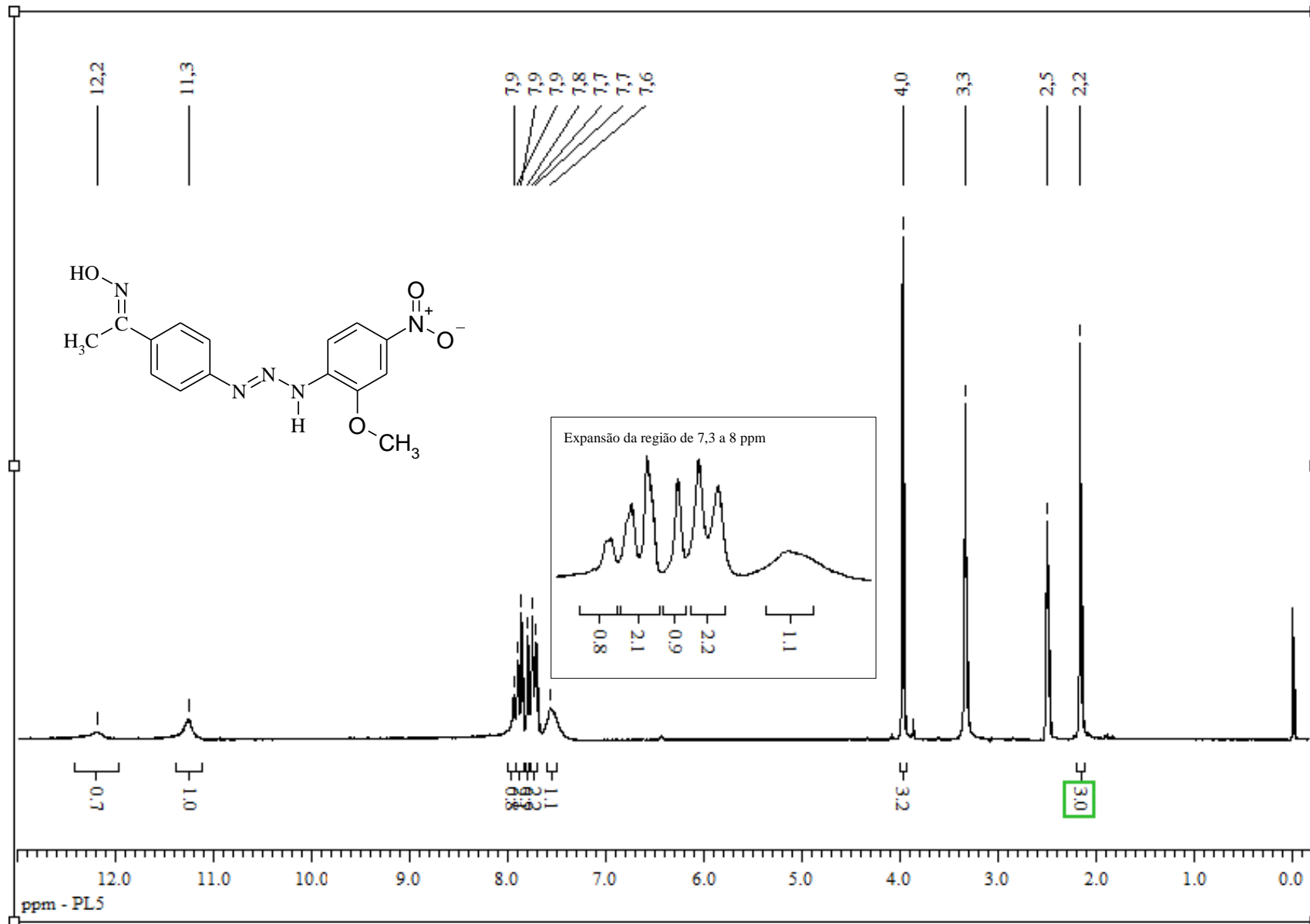
ANEXO 2: Espectros de RMN ^1H

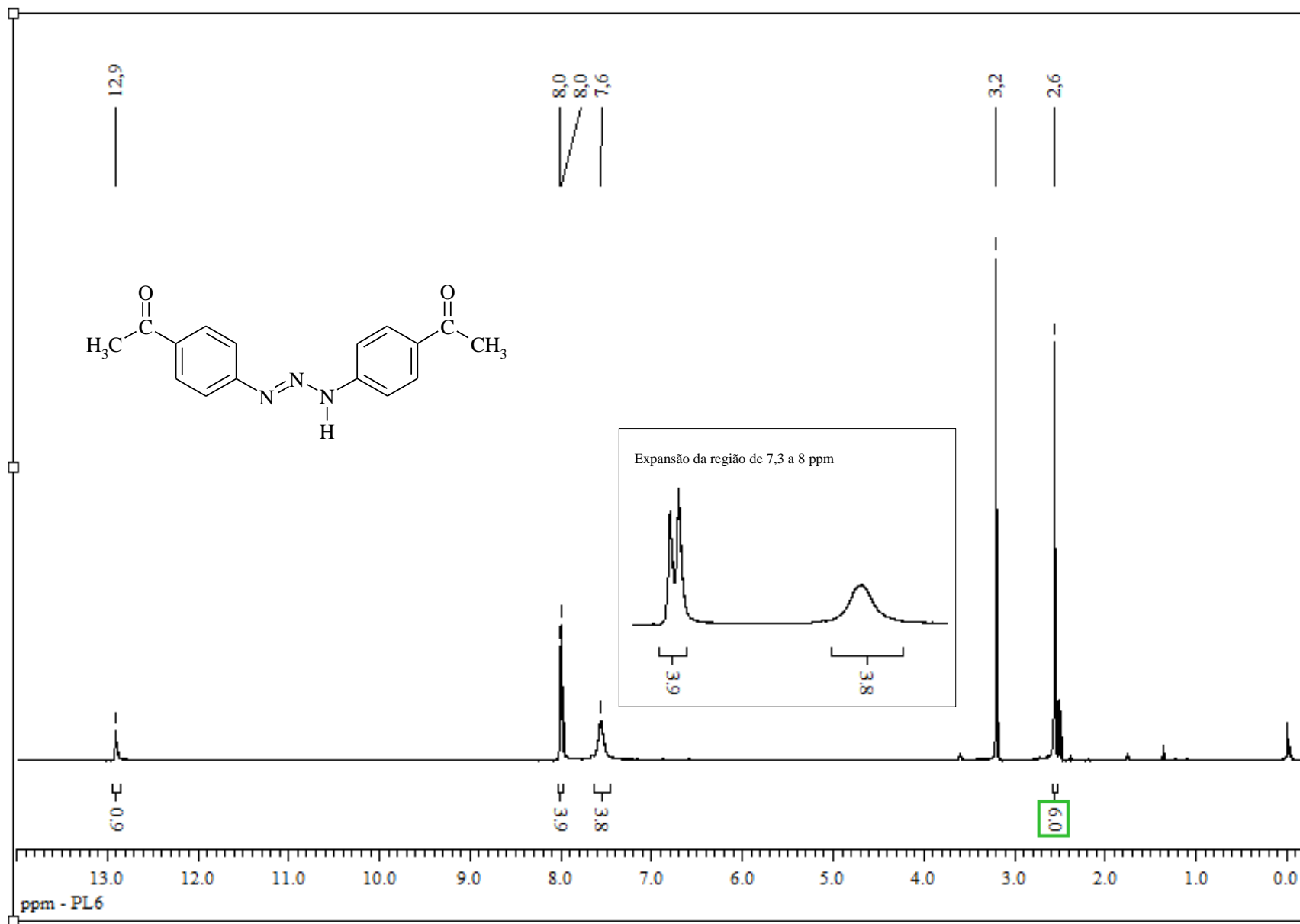


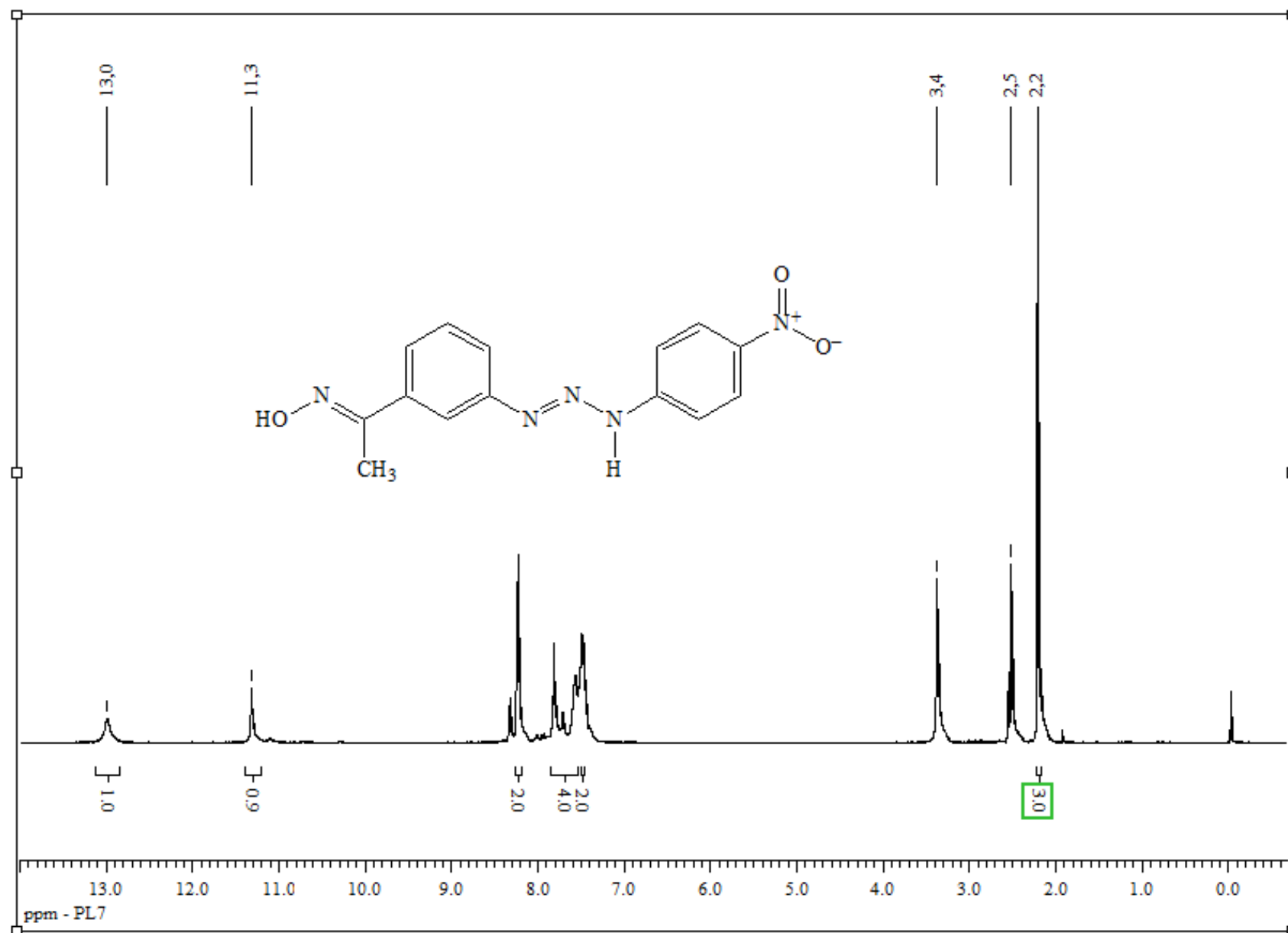












ANEXO 3: Tabelas de comprimentos e ângulos de Ligação; de Coordenadas atômicas e parâmetros de deslocamento isotrópico

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (PL2).

	x	y	z	U(eq)
C(1)	-1933(2)	-519(3)	-2857(1)	48(1)
C(2)	-2385(2)	1434(3)	-2807(2)	66(1)
C(11)	202(2)	-1137(3)	-1104(1)	47(1)
C(12)	-451(2)	-317(3)	-1739(1)	48(1)
C(13)	-1299(2)	-1348(3)	-2130(1)	45(1)
C(14)	-1512(2)	-3171(3)	-1848(1)	54(1)
C(15)	-881(2)	-3950(3)	-1203(1)	60(1)
C(16)	-12(2)	-2955(3)	-831(1)	57(1)
C(21)	3410(2)	-288(3)	505(1)	46(1)
C(22)	4074(2)	990(3)	932(1)	53(1)
C(23)	4943(2)	474(4)	1448(1)	62(1)
C(24)	5185(2)	-1403(4)	1536(2)	67(1)
C(25)	4557(2)	-2717(4)	1112(2)	69(1)
C(26)	3679(2)	-2183(3)	599(1)	59(1)
N(1)	-2037(1)	-1618(3)	-3495(1)	57(1)
N(11)	1078(2)	-41(3)	-776(1)	55(1)
N(12)	1806(1)	-745(3)	-227(1)	51(1)
N(13)	2569(1)	462(3)	-39(1)	52(1)
O(1)	-2649(1)	-835(2)	-4173(1)	70(1)
F(1)	3843(1)	2857(2)	828(1)	76(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (PL2). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte:

$$-2p^2[h^2a^*2U^{11} + \dots + 2hk a^* b^* U^{12}]$$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(1)	38(1)	49(1)	58(1)	3(1)	-5(1)	-2(1)
C(2)	65(1)	61(2)	70(2)	5(1)	-4(1)	11(1)
C(11)	42(1)	54(1)	44(1)	-8(1)	-5(1)	-2(1)
C(12)	45(1)	48(1)	50(1)	-4(1)	-5(1)	1(1)
C(13)	39(1)	49(1)	47(1)	-3(1)	-5(1)	0(1)
C(14)	50(1)	56(1)	55(1)	1(1)	-10(1)	-10(1)
C(15)	66(1)	54(1)	59(1)	13(1)	-13(1)	-11(1)
C(16)	58(1)	64(2)	49(1)	8(1)	-12(1)	0(1)
C(21)	42(1)	55(1)	43(1)	-4(1)	-9(1)	0(1)
C(22)	53(1)	50(1)	55(1)	-5(1)	-7(1)	0(1)
C(23)	50(1)	76(2)	60(1)	-9(1)	-14(1)	-8(1)
C(24)	54(1)	82(2)	65(1)	4(1)	-15(1)	8(1)
C(25)	64(1)	61(2)	82(2)	7(1)	-15(1)	10(1)
C(26)	58(1)	55(1)	66(1)	-9(1)	-14(1)	2(1)
N(1)	58(1)	53(1)	59(1)	4(1)	-24(1)	-3(1)
N(11)	54(1)	55(1)	55(1)	3(1)	-17(1)	-4(1)
N(12)	49(1)	57(1)	46(1)	-5(1)	-8(1)	1(1)
N(13)	50(1)	56(1)	50(1)	-9(1)	-13(1)	-2(1)
O(1)	76(1)	62(1)	70(1)	12(1)	-36(1)	-2(1)
F(1)	76(1)	54(1)	97(1)	-10(1)	-22(1)	-7(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (PL2).

C(1)-N(1)	1,274(3)	C(24)-H(24)	0,9300	C(13)-C(12)-H(12)	119,9	C(23)-C(24)-H(24)	120,1
C(1)-C(13)	1,488(3)	C(25)-C(26)	1,375(3)	C(11)-C(12)-H(12)	119,9	C(24)-C(25)-C(26)	120,9(2)
C(1)-C(2)	1,489(3)	C(25)-F(1)#1	3,283(3)	C(12)-C(13)-C(14)	118,88(17)	C(24)-C(25)-F(1)#1	149,27(17)
C(2)-H(2A)	0,9600	C(25)-H(25)	0,9300	C(12)-C(13)-C(1)	119,95(18)	C(26)-C(25)-F(1)#1	89,22(15)
C(2)-H(2B)	0,9600	C(26)-H(26)	0,9300	C(14)-C(13)-C(1)	121,15(17)	C(24)-C(25)-H(25)	119,5
C(2)-H(2C)	0,9600	N(1)-O(1)	1,403(2)	C(15)-C(14)-C(13)	120,40(19)	C(26)-C(25)-H(25)	119,5
C(11)-C(16)	1,382(3)	N(11)-N(12)	1,320(2)	C(15)-C(14)-H(14)	119,8	F(1)#1-C(25)-H(25)	30,9
C(11)-C(12)	1,392(3)	N(11)-N(1)#2	2,918(3)	C(13)-C(14)-H(14)	119,8	C(25)-C(26)-C(21)	120,3(2)
C(11)-N(11)	1,400(3)	N(11)-H(11)	0,82(2)	C(14)-C(15)-C(16)	121,0(2)	C(25)-C(26)-H(26)	119,8
C(12)-C(13)	1,390(3)	N(12)-N(13)	1,284(2)	C(14)-C(15)-H(15)	119,5	C(21)-C(26)-H(26)	119,8
C(12)-H(12)	0,9300	O(1)-F(1)#3	3,101(2)	C(16)-C(15)-H(15)	119,5	C(1)-N(1)-O(1)	113,72(17)
C(13)-C(14)	1,390(3)	O(1)-H(1)	1,08(5)	C(11)-C(16)-C(15)	119,01(19)	N(12)-N(11)-C(11)	121,3(2)
C(14)-C(15)	1,377(3)	N(1)-C(1)-C(13)	114,09(18)	C(11)-C(16)-H(16)	120,5	N(12)-N(11)-N(1)#2	108,12(14)
C(14)-H(14)	0,9300	N(1)-C(1)-C(2)	125,11(18)	C(15)-C(16)-H(16)	120,5	C(11)-N(11)-N(1)#2	127,73(14)
C(15)-C(16)	1,383(3)	C(13)-C(1)-C(2)	120,80(18)	C(22)-C(21)-C(26)	116,86(18)	N(12)-N(11)-H(11)	115,5(15)
C(15)-H(15)	0,9300	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(22)-C(21)-N(13)	116,88(19)	C(11)-N(11)-H(11)	121,7(15)
C(16)-H(16)	0,9300	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	C(26)-C(21)-N(13)	126,09(18)	N(1)#2-N(11)-H(11)	8,2(15)
C(21)-C(22)	1,377(3)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	F(1)-C(22)-C(23)	118,96(19)	N(13)-N(12)-N(11)	111,41(18)
C(21)-C(26)	1,390(3)	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	F(1)-C(22)-C(21)	117,76(18)	N(12)-N(13)-C(21)	112,99(17)
C(21)-N(13)	1,420(2)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	C(23)-C(22)-C(21)	123,3(2)	N(1)-O(1)-F(1)#3	138,89(12)
C(22)-F(1)	1,362(2)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(22)-C(23)-C(24)	118,7(2)	N(1)-O(1)-H(1)	100(2)
C(22)-C(23)	1,365(3)	C(16)-C(11)-C(12)	120,47(18)	C(22)-C(23)-H(23)	120,6	F(1)#3-O(1)-H(1)	39(2)
C(23)-C(24)	1,369(3)	C(16)-C(11)-N(11)	122,89(18)	C(24)-C(23)-H(23)	120,6		
C(23)-H(23)	0,9300	C(12)-C(11)-N(11)	116,64(19)	C(25)-C(24)-C(23)	119,9(2)		
C(24)-C(25)	1,367(3)	C(13)-C(12)-C(11)	120,19(19)	C(25)-C(24)-H(24)	120,1		

Códigos de simetria para átomos equivalentes: #1 x,y-1,z; #2; -x,y+1/2,-z-1/2; #3 -x,y-1/2,-z-1/2.

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (PL4).

	x	y	z	U(eq)
C(1)	-7654(6)	-1363(2)	4177(2)	55(1)
C(2)	-9151(8)	-2066(3)	4357(2)	105(2)
C(3)	4155(6)	1989(2)	1572(2)	66(1)
C(4)	-4745(7)	914(2)	5253(2)	88(1)
C(5)	-1114(7)	17(3)	5282(3)	114(2)
C(11)	438(5)	1326(2)	2862(2)	50(1)
C(12)	2234(5)	1717(2)	2564(1)	48(1)
C(13)	3740(5)	2144(2)	2938(2)	51(1)
C(14)	3378(6)	2189(2)	3609(2)	53(1)
C(15)	1634(6)	1822(2)	3908(2)	65(1)
C(16)	165(6)	1380(2)	3531(2)	61(1)
C(21)	-5591(5)	-367(2)	2608(1)	50(1)
C(22)	-7174(6)	-614(2)	2176(2)	66(1)
C(23)	-8903(6)	-1094(2)	2384(2)	74(1)
C(24)	-9050(6)	-1334(2)	3031(2)	63(1)
C(25)	-7463(5)	-1086(2)	3483(1)	50(1)
C(26)	-5732(5)	-600(2)	3265(2)	52(1)
N(1)	-6448(5)	-974(2)	4585(1)	58(1)
N(2)	4963(6)	2649(2)	4005(2)	67(1)
N(11)	-1015(5)	895(2)	2461(2)	57(1)
N(12)	-2700(4)	478(2)	2745(1)	53(1)
N(13)	-3856(4)	102(2)	2329(1)	54(1)
O(1)	-6748(4)	-1281(1)	5224(1)	70(1)
O(2)	6678(6)	2864(2)	3759(1)	96(1)
O(3)	4502(5)	2806(2)	4576(1)	84(1)
O(4)	2333(4)	1634(1)	1900(1)	59(1)
O(5)	-4354(5)	-374(2)	6043(1)	82(1)
S	-3078(2)	395(1)	5830(1)	68(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (PL4). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2[h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	64(2)	48(2)	53(2)	-1(2)	4(2)	-6(2)
C(2)	140(4)	104(3)	69(2)	13(2)	-11(3)	-69(3)
C(3)	70(2)	80(2)	47(2)	5(2)	8(2)	-20(2)
C(4)	89(3)	68(2)	105(3)	2(2)	-8(3)	10(2)
C(5)	82(3)	93(3)	167(5)	17(3)	46(3)	15(3)
C(11)	51(2)	54(2)	44(2)	-5(2)	0(2)	-1(2)
C(12)	57(2)	51(2)	38(2)	-5(1)	3(2)	-2(2)
C(13)	56(2)	49(2)	49(2)	-3(1)	-5(2)	-3(2)
C(14)	66(2)	47(2)	47(2)	-5(1)	-8(2)	3(2)
C(15)	81(3)	69(2)	44(2)	-7(2)	4(2)	0(2)
C(16)	64(2)	71(2)	48(2)	-5(2)	11(2)	-13(2)
C(21)	47(2)	52(2)	50(2)	1(2)	1(2)	-2(2)
C(22)	64(2)	79(2)	54(2)	2(2)	-5(2)	-13(2)
C(23)	69(3)	91(3)	63(2)	1(2)	-13(2)	-24(2)
C(24)	54(2)	71(2)	65(2)	3(2)	-3(2)	-13(2)
C(25)	50(2)	46(2)	53(2)	-2(1)	2(2)	-3(2)
C(26)	55(2)	50(2)	51(2)	-3(2)	-4(2)	-3(2)
N(1)	65(2)	61(2)	47(2)	8(1)	4(1)	-2(2)
N(2)	82(2)	60(2)	58(2)	-9(2)	-17(2)	3(2)
N(11)	59(2)	66(2)	45(2)	-2(1)	7(2)	-16(2)
N(12)	54(2)	52(1)	52(1)	-1(1)	4(1)	-8(2)
N(13)	54(2)	59(2)	49(2)	-2(1)	3(1)	-8(1)
O(1)	88(2)	71(2)	50(1)	11(1)	-2(1)	-14(2)
O(2)	88(2)	117(2)	83(2)	-17(2)	-12(2)	-33(2)
O(3)	109(2)	91(2)	52(1)	-18(1)	-20(2)	-1(2)
O(4)	64(2)	70(1)	44(1)	-3(1)	3(1)	-23(1)
O(5)	102(2)	95(2)	49(1)	16(1)	-7(1)	-41(2)
S	74(1)	74(1)	56(1)	6(1)	-3(1)	-14(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (PL4).

C(1)-N(1)	1,275(4)	C(21)-N(13)	1,420(4)	H(3B)-C(3)-H(3C)	109,5	C(22)-C(21)-N(13)	115,0(3)
C(1)-C(25)	1,489(4)	C(22)-C(23)	1,373(5)	S-C(4)-H(4A)	109,5	C(26)-C(21)-N(13)	124,9(3)
C(1)-C(2)	1,492(5)	C(22)-H(22)	0,9300	S-C(4)-H(4B)	109,5	C(21)-C(22)-C(23)	120,5(3)
C(2)-H(2A)	0,9600	C(23)-C(24)	1,381(5)	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5	C(21)-C(22)-H(22)	119,7
C(2)-H(2B)	0,9600	C(23)-H(23)	0,9300	S-C(4)-H(4C)	109,5	C(23)-C(22)-H(22)	119,7
C(2)-H(2C)	0,9600	C(24)-C(25)	1,399(4)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5	C(22)-C(23)-C(24)	120,0(3)
C(3)-O(4)	1,421(4)	C(24)-H(24)	0,9300	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5	C(22)-C(23)-H(23)	120,0
C(3)-H(3A)	0,9600	C(25)-C(26)	1,386(4)	S-C(5)-H(5A)	109,5	C(24)-C(23)-H(23)	120,0
C(3)-H(3B)	0,9600	C(26)-H(26)	0,9300	S-C(5)-H(5B)	109,5	C(23)-C(24)-C(25)	120,6(3)
C(3)-H(3C)	0,9600	N(1)-O(1)	1,406(3)	H(5A)-C(5)-H(5B)	109,5	C(23)-C(24)-H(24)	119,7
C(4)-S	1,766(4)	N(2)-O(2)	1,216(4)	S-C(5)-H(5C)	109,5	C(25)-C(24)-H(24)	119,7
C(4)-H(4A)	0,9600	N(2)-O(3)	1,227(3)	H(5A)-C(5)-H(5C)	109,5	C(26)-C(25)-C(24)	118,6(3)
C(4)-H(4B)	0,9600	N(11)-N(12)	1,359(4)	H(5B)-C(5)-H(5C)	109,5	C(26)-C(25)-C(1)	122,0(3)
C(4)-H(4C)	0,9600	N(11)-H(11)	0,81(4)	C(16)-C(11)-N(11)	122,4(3)	C(24)-C(25)-C(1)	119,4(3)
C(5)-S	1,752(4)	N(12)-N(13)	1,257(3)	C(16)-C(11)-C(12)	119,8(3)	C(25)-C(26)-C(21)	120,3(3)
C(5)-H(5A)	0,9600	O(1)-H(1)	0,8200	N(11)-C(11)-C(12)	117,7(3)	C(25)-C(26)-H(26)	119,9
C(5)-H(5B)	0,9600	O(5)-S	1,513(2)	O(4)-C(12)-C(13)	124,8(3)	C(21)-C(26)-H(26)	119,9
C(5)-H(5C)	0,9600			O(4)-C(12)-C(11)	115,0(3)	C(1)-N(1)-O(1)	111,4(3)
C(11)-C(16)	1,381(4)	N(1)-C(1)-C(25)	115,9(3)	C(13)-C(12)-C(11)	120,2(3)	O(2)-N(2)-O(3)	122,5(3)
C(11)-N(11)	1,391(4)	N(1)-C(1)-C(2)	123,9(3)	C(12)-C(13)-C(14)	117,7(3)	O(2)-N(2)-C(14)	119,2(3)
C(11)-C(12)	1,404(4)	C(25)-C(1)-C(2)	120,3(3)	C(12)-C(13)-H(13)	121,1	O(3)-N(2)-C(14)	118,4(4)
C(12)-O(4)	1,365(3)	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(14)-C(13)-H(13)	121,1	N(12)-N(11)-C(11)	118,4(3)
C(12)-C(13)	1,378(4)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	C(15)-C(14)-C(13)	123,1(3)	N(12)-N(11)-H(11)	117(3)
C(13)-C(14)	1,392(4)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	C(15)-C(14)-N(2)	119,2(3)	C(11)-N(11)-H(11)	124(3)
C(13)-H(13)	0,9300	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	C(13)-C(14)-N(2)	117,7(3)	N(13)-N(12)-N(11)	111,8(2)
C(14)-C(15)	1,363(5)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	C(14)-C(15)-C(16)	118,7(3)	N(12)-N(13)-C(21)	113,5(2)
C(14)-N(2)	1,461(4)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(14)-C(15)-H(15)	120,7	N(1)-O(1)-H(1)	109,5
C(15)-C(16)	1,378(4)	O(4)-C(3)-H(3A)	109,5	C(16)-C(15)-H(15)	120,7	C(12)-O(4)-C(3)	117,7(3)
C(15)-H(15)	0,9300	O(4)-C(3)-H(3B)	109,5	C(15)-C(16)-C(11)	120,4(3)	O(5)-S-C(5)	105,31(19)
C(16)-H(16)	0,9300	H(3A)-C(3)-H(3B)	109,5	C(15)-C(16)-H(16)	119,8	O(5)-S-C(4)	105,52(18)
C(21)-C(22)	1,370(4)	O(4)-C(3)-H(3C)	109,5	C(11)-C(16)-H(16)	119,8	C(5)-S-C(4)	97,5(2)
C(21)-C(26)	1,396(4)	H(3A)-C(3)-H(3C)	109,5	C(22)-C(21)-C(26)	120,0(3)		

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (PL5).

	x	y	z	U(eq)
C(1)	-1701(3)	3690(1)	10259(1)	40(1)
C(2)	-699(3)	3677(2)	10953(1)	60(1)
C(3)	4826(3)	-1423(2)	5088(1)	56(1)
C(4)	258(2)	7757(1)	4729(1)	38(1)
C(5)	-140(3)	7307(2)	4005(1)	57(1)
C(6)	4493(3)	2054(2)	9915(1)	54(1)
C(11)	3773(2)	-1303(1)	7176(1)	38(1)
C(12)	4514(2)	-1719(1)	6458(1)	37(1)
C(13)	5553(2)	-2726(1)	6431(1)	41(1)
C(14)	5866(3)	-3311(1)	7113(1)	43(1)
C(15)	5177(3)	-2923(2)	7819(1)	52(1)
C(16)	4125(3)	-1915(2)	7847(1)	50(1)
C(21)	481(2)	1672(1)	8381(1)	37(1)
C(22)	-346(2)	2733(1)	8247(1)	41(1)
C(23)	-1050(3)	3373(1)	8855(1)	42(1)
C(24)	-946(2)	2976(1)	9612(1)	37(1)
C(25)	-122(2)	1904(1)	9743(1)	42(1)
C(26)	571(2)	1253(1)	9139(1)	42(1)
C(31)	2022(3)	5618(1)	6610(1)	40(1)
C(32)	950(3)	6612(1)	6744(1)	41(1)
C(33)	390(2)	7294(1)	6136(1)	40(1)
C(34)	862(2)	7005(1)	5382(1)	37(1)
C(35)	1939(3)	6006(1)	5250(1)	48(1)
C(36)	2529(3)	5322(1)	5854(1)	48(1)
C(41)	4869(2)	2517(1)	7821(1)	38(1)
C(42)	5129(2)	1978(1)	8545(1)	36(1)
C(43)	6091(2)	953(1)	8588(1)	38(1)
C(44)	6819(2)	464(1)	7908(1)	39(1)
C(45)	6597(3)	974(2)	7195(1)	46(1)
C(46)	5601(3)	1999(2)	7156(1)	47(1)
N(1)	-3186(2)	4303(1)	10146(1)	47(1)
N(2)	6913(2)	-4400(1)	7069(1)	57(1)
N(3)	97(2)	8783(1)	4855(1)	42(1)
N(4)	7903(2)	-603(1)	7964(1)	48(1)
N(11)	2719(2)	-295(1)	7167(1)	43(1)
N(12)	2083(2)	187(1)	7833(1)	41(1)
N(13)	1182(2)	1105(1)	7705(1)	43(1)
N(21)	3866(2)	3546(1)	7822(1)	44(1)
N(22)	3436(2)	4081(1)	7157(1)	43(1)
N(23)	2521(2)	4995(1)	7282(1)	45(1)
O(1)	-3826(2)	4996(1)	10756(1)	60(1)
O(2)	4100(2)	-1052(1)	5830(1)	51(1)
O(3)	-544(2)	9461(1)	4235(1)	53(1)
O(4)	4375(2)	2567(1)	9164(1)	47(1)
O(11)	7305(2)	-4790(1)	6441(1)	78(1)
O(12)	7349(3)	-4877(1)	7662(1)	92(1)
O(41)	8125(2)	-1028(1)	8604(1)	72(1)
O(42)	8560(2)	-1040(1)	7371(1)	70(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (PL5). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte:

$$-2p^2[h^2 a^* 2U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(1)	48(1)	36(1)	36(1)	-4(1)	-7(1)	5(1)
C(2)	69(2)	63(1)	48(1)	-18(1)	-20(1)	17(1)
C(3)	68(2)	57(1)	39(1)	-4(1)	0(1)	-1(1)
C(4)	45(1)	33(1)	36(1)	-3(1)	-4(1)	2(1)
C(5)	85(2)	43(1)	44(1)	-7(1)	-18(1)	0(1)
C(6)	62(1)	62(1)	34(1)	-1(1)	-3(1)	1(1)
C(11)	38(1)	34(1)	41(1)	-8(1)	-3(1)	1(1)
C(12)	40(1)	35(1)	35(1)	-4(1)	-2(1)	-1(1)
C(13)	42(1)	37(1)	42(1)	-8(1)	-1(1)	2(1)
C(14)	44(1)	33(1)	50(1)	-4(1)	-7(1)	6(1)
C(15)	61(1)	50(1)	43(1)	2(1)	-8(1)	3(1)
C(16)	62(1)	45(1)	41(1)	-7(1)	-2(1)	5(1)
C(21)	35(1)	37(1)	40(1)	-11(1)	-4(1)	4(1)
C(22)	47(1)	40(1)	35(1)	-3(1)	-6(1)	5(1)
C(23)	49(1)	33(1)	40(1)	-5(1)	-6(1)	11(1)
C(24)	38(1)	35(1)	37(1)	-7(1)	-5(1)	4(1)
C(25)	46(1)	41(1)	35(1)	-2(1)	-8(1)	7(1)
C(26)	44(1)	33(1)	45(1)	-7(1)	-7(1)	9(1)
C(31)	47(1)	33(1)	38(1)	2(1)	-8(1)	0(1)
C(32)	48(1)	38(1)	35(1)	-3(1)	-4(1)	4(1)
C(33)	47(1)	30(1)	40(1)	-5(1)	-6(1)	7(1)
C(34)	46(1)	28(1)	36(1)	-3(1)	-8(1)	1(1)
C(35)	69(1)	35(1)	36(1)	-6(1)	-5(1)	7(1)
C(36)	64(1)	31(1)	45(1)	-3(1)	-8(1)	11(1)
C(41)	39(1)	32(1)	40(1)	2(1)	-6(1)	-1(1)
C(42)	36(1)	35(1)	35(1)	-1(1)	-4(1)	-1(1)
C(43)	42(1)	37(1)	35(1)	4(1)	-8(1)	-1(1)
C(44)	39(1)	34(1)	43(1)	-3(1)	-5(1)	2(1)
C(45)	55(1)	46(1)	36(1)	-5(1)	-1(1)	3(1)
C(46)	57(1)	46(1)	33(1)	5(1)	-5(1)	4(1)
N(1)	57(1)	39(1)	41(1)	-15(1)	-7(1)	16(1)
N(2)	60(1)	41(1)	66(1)	0(1)	-7(1)	10(1)
N(3)	55(1)	31(1)	38(1)	1(1)	-13(1)	7(1)
N(4)	51(1)	38(1)	54(1)	-5(1)	-5(1)	6(1)
N(11)	51(1)	38(1)	39(1)	-11(1)	-6(1)	9(1)
N(12)	40(1)	40(1)	43(1)	-13(1)	-5(1)	4(1)
N(13)	45(1)	37(1)	44(1)	-11(1)	-5(1)	7(1)
N(21)	56(1)	36(1)	36(1)	4(1)	-7(1)	7(1)
N(22)	49(1)	35(1)	43(1)	4(1)	-10(1)	0(1)
N(23)	54(1)	34(1)	44(1)	2(1)	-10(1)	5(1)
O(1)	72(1)	57(1)	47(1)	-24(1)	-14(1)	27(1)
O(2)	66(1)	43(1)	37(1)	-1(1)	-2(1)	13(1)
O(3)	81(1)	34(1)	42(1)	3(1)	-22(1)	8(1)
O(4)	60(1)	42(1)	36(1)	-4(1)	-1(1)	8(1)
O(11)	97(1)	52(1)	79(1)	-23(1)	-10(1)	25(1)
O(12)	116(2)	67(1)	79(1)	18(1)	-16(1)	37(1)
O(41)	97(1)	53(1)	59(1)	7(1)	-15(1)	26(1)
O(42)	84(1)	53(1)	64(1)	-17(1)	5(1)	19(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (PL5).

C(1)-N(1)	1,278(2)	C(24)-C(25)	1,397(2)	O(1)-H(1)	0,90(3)
C(1)-C(2)	1,489(2)	C(25)-C(26)	1,380(2)	O(3)-H(3)	0,87(3)
C(1)-C(24)	1,491(2)	C(25)-H(25)	0,9300		
C(2)-H(2A)	0,9600	C(26)-H(26)	0,9300	N(1)-C(1)-C(2)	125,32(16)
C(2)-H(2B)	0,9600	C(31)-C(32)	1,389(2)	N(1)-C(1)-C(24)	114,53(15)
C(2)-H(2C)	0,9600	C(31)-C(36)	1,390(2)	C(2)-C(1)-C(24)	120,12(15)
C(3)-O(2)	1,426(2)	C(31)-N(23)	1,419(2)	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5
C(3)-H(3A)	0,9600	C(32)-C(33)	1,379(2)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5
C(3)-H(3B)	0,9600	C(32)-H(32)	0,9300	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5
C(3)-H(3C)	0,9600	C(33)-C(34)	1,382(2)	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5
C(4)-N(3)	1,282(2)	C(33)-H(33)	0,9300	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5
C(4)-C(5)	1,487(2)	C(34)-C(35)	1,396(2)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5
C(4)-C(34)	1,494(2)	C(35)-C(36)	1,383(2)	O(2)-C(3)-H(3A)	109,5
C(5)-H(5A)	0,9600	C(35)-H(35)	0,9300	O(2)-C(3)-H(3B)	109,5
C(5)-H(5B)	0,9600	C(36)-H(36)	0,9300	H(3A)-C(3)-H(3B)	109,5
C(5)-H(5C)	0,9600	C(41)-N(21)	1,383(2)	O(2)-C(3)-H(3C)	109,5
C(6)-O(4)	1,425(2)	C(41)-C(46)	1,385(2)	H(3A)-C(3)-H(3C)	109,5
C(6)-H(6A)	0,9600	C(41)-C(42)	1,411(2)	H(3B)-C(3)-H(3C)	109,5
C(6)-H(6B)	0,9600	C(42)-O(4)	1,366(2)	N(3)-C(4)-C(5)	124,55(16)
C(6)-H(6C)	0,9600	C(42)-C(43)	1,370(2)	N(3)-C(4)-C(34)	114,81(15)
C(11)-N(11)	1,379(2)	C(43)-C(44)	1,390(2)	C(5)-C(4)-C(34)	120,63(15)
C(11)-C(16)	1,385(2)	C(43)-H(43)	0,9300	C(4)-C(5)-H(5A)	109,5
C(11)-C(12)	1,412(2)	C(44)-C(45)	1,374(2)	C(4)-C(5)-H(5B)	109,5
C(12)-O(2)	1,365(2)	C(44)-N(4)	1,453(2)	H(5A)-C(5)-H(5B)	109,5
C(12)-C(13)	1,373(2)	C(45)-C(46)	1,379(2)	C(4)-C(5)-H(5C)	109,5
C(13)-C(14)	1,377(2)	C(45)-H(45)	0,9300	H(5A)-C(5)-H(5C)	109,5
C(13)-H(13)	0,9300	C(46)-H(46)	0,9300	H(5B)-C(5)-H(5C)	109,5
C(14)-C(15)	1,373(3)	N(1)-O(1)	1,4104(18)	O(4)-C(6)-H(6A)	109,5
C(14)-N(2)	1,461(2)	N(2)-O(12)	1,214(2)	O(4)-C(6)-H(6B)	109,5
C(15)-C(16)	1,379(3)	N(2)-O(11)	1,217(2)	H(6A)-C(6)-H(6B)	109,5
C(15)-H(15)	0,9300	N(3)-O(3)	1,4125(18)	O(4)-C(6)-H(6C)	109,5
C(16)-H(16)	0,9300	N(4)-O(42)	1,2217(19)	H(6A)-C(6)-H(6C)	109,5
C(21)-C(22)	1,387(2)	N(4)-O(41)	1,2217(19)	H(6B)-C(6)-H(6C)	109,5
C(21)-C(26)	1,394(2)	N(11)-N(12)	1,349(2)	N(11)-C(11)-C(16)	123,31(16)
C(21)-N(13)	1,424(2)	N(11)-H(11)	0,89(2)	N(11)-C(11)-C(12)	117,47(15)
C(22)-C(23)	1,380(2)	N(12)-N(13)	1,2576(19)	C(16)-C(11)-C(12)	119,22(16)
C(22)-H(22)	0,9300	N(21)-N(22)	1,348(2)	O(2)-C(12)-C(13)	125,21(15)
C(23)-C(24)	1,386(2)	N(21)-H(21)	0,89(2)	O(2)-C(12)-C(11)	114,84(14)
C(23)-H(23)	0,9300	N(22)-N(23)	1,2557(19)	C(13)-C(12)-C(11)	119,95(16)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (PL5).

C(12)-C(13)-C(14)	119,03(16)	C(33)-C(34)-C(35)	118,25(15)	N(12)-N(13)-C(21)	114,32(14)
C(12)-C(13)-H(13)	120,5	C(33)-C(34)-C(4)	120,56(14)	N(22)-N(21)-C(41)	120,88(15)
C(14)-C(13)-H(13)	120,5	C(35)-C(34)-C(4)	121,18(15)	N(22)-N(21)-H(21)	116,5(13)
C(15)-C(14)-C(13)	122,32(16)	C(36)-C(35)-C(34)	121,09(17)	C(41)-N(21)-H(21)	122,6(14)
C(15)-C(14)-N(2)	119,65(17)	C(36)-C(35)-H(35)	119,5	N(23)-N(22)-N(21)	110,92(15)
C(13)-C(14)-N(2)	117,99(16)	C(34)-C(35)-H(35)	119,5	N(22)-N(23)-C(31)	114,59(15)
C(14)-C(15)-C(16)	118,79(17)	C(35)-C(36)-C(31)	119,92(16)	N(1)-O(1)-H(1)	99,4(17)
C(14)-C(15)-H(15)	120,6	C(35)-C(36)-H(36)	120,0	C(12)-O(2)-C(3)	117,50(13)
C(16)-C(15)-H(15)	120,6	C(31)-C(36)-H(36)	120,0	N(3)-O(3)-H(3)	100,2(18)
C(15)-C(16)-C(11)	120,69(17)	N(21)-C(41)-C(46)	123,62(16)	C(42)-O(4)-C(6)	117,83(14)
C(15)-C(16)-H(16)	119,7	N(21)-C(41)-C(42)	117,10(15)		
C(11)-C(16)-H(16)	119,7	C(46)-C(41)-C(42)	119,28(15)		
C(22)-C(21)-C(26)	119,33(15)	O(4)-C(42)-C(43)	125,20(15)		
C(22)-C(21)-N(13)	114,89(15)	O(4)-C(42)-C(41)	114,55(14)		
C(26)-C(21)-N(13)	125,78(15)	C(43)-C(42)-C(41)	120,24(15)		
C(23)-C(22)-C(21)	120,37(16)	C(42)-C(43)-C(44)	118,79(16)		
C(23)-C(22)-H(22)	119,8	C(42)-C(43)-H(43)	120,6		
C(21)-C(22)-H(22)	119,8	C(44)-C(43)-H(43)	120,6		
C(22)-C(23)-C(24)	121,10(16)	C(45)-C(44)-C(43)	122,12(16)		
C(22)-C(23)-H(23)	119,4	C(45)-C(44)-N(4)	119,83(16)		
C(24)-C(23)-H(23)	119,4	C(43)-C(44)-N(4)	118,01(15)		
C(23)-C(24)-C(25)	118,14(15)	C(44)-C(45)-C(46)	118,85(17)		
C(23)-C(24)-C(1)	119,98(15)	C(44)-C(45)-H(45)	120,6		
C(25)-C(24)-C(1)	121,88(15)	C(46)-C(45)-H(45)	120,6		
C(26)-C(25)-C(24)	121,26(16)	C(45)-C(46)-C(41)	120,70(16)		
C(26)-C(25)-H(25)	119,4	C(45)-C(46)-H(46)	119,6		
C(24)-C(25)-H(25)	119,4	C(41)-C(46)-H(46)	119,6		
C(25)-C(26)-C(21)	119,78(16)	C(1)-N(1)-O(1)	113,07(14)		
C(25)-C(26)-H(26)	120,1	O(12)-N(2)-O(11)	122,80(17)		
C(21)-C(26)-H(26)	120,1	O(12)-N(2)-C(14)	118,48(18)		
C(32)-C(31)-C(36)	119,13(15)	O(11)-N(2)-C(14)	118,72(17)		
C(32)-C(31)-N(23)	115,05(16)	C(4)-N(3)-O(3)	112,93(14)		
C(36)-C(31)-N(23)	125,81(15)	O(42)-N(4)-O(41)	122,58(16)		
C(33)-C(32)-C(31)	120,43(16)	O(42)-N(4)-C(44)	118,69(16)		
C(33)-C(32)-H(32)	119,8	O(41)-N(4)-C(44)	118,73(16)		
C(31)-C(32)-H(32)	119,8	N(12)-N(11)-C(11)	120,44(15)		
C(32)-C(33)-C(34)	121,16(15)	N(12)-N(11)-H(11)	113,7(14)		
C(32)-C(33)-H(33)	119,4	C(11)-N(11)-H(11)	125,6(14)		
C(34)-C(33)-H(33)	119,4	N(13)-N(12)-N(11)	110,96(14)		

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C1).

	x	Y	z	U(eq)
C(1)	9626(5)	5567(4)	1521(3)	59(1)
C(1D)	8469(6)	750(6)	1108(3)	92(2)
C(2)	10906(6)	5229(6)	937(4)	125(3)
C(2D)	9363(6)	2552(5)	1079(4)	102(2)
C(3)	14460(4)	-1985(4)	6949(2)	55(1)
C(3D)	3609(6)	6470(6)	894(4)	104(2)
C(4)	15849(5)	-2046(4)	6668(3)	68(1)
C(4D)	5693(9)	6466(9)	1282(5)	171(4)
C(5)	4961(4)	-324(4)	8823(2)	54(1)
C(6)	6123(5)	-1543(5)	9066(3)	80(2)
C(7)	940(5)	6945(4)	3099(3)	59(1)
C(8)	-452(5)	6993(5)	3300(3)	74(1)
C(11)	9411(4)	3241(4)	3710(2)	48(1)
C(12)	8231(4)	4174(4)	3469(2)	58(1)
C(13)	8315(4)	4892(4)	2759(2)	57(1)
C(14)	9559(4)	4715(4)	2271(2)	50(1)
C(15)	10725(5)	3779(4)	2516(2)	66(1)
C(16)	10649(5)	3046(4)	3229(3)	66(1)
C(21)	11283(4)	357(4)	5694(2)	49(1)
C(22)	11069(4)	-468(4)	6355(2)	55(1)
C(23)	12105(5)	-1239(4)	6740(2)	58(1)
C(24)	13370(4)	-1202(4)	6499(2)	49(1)
C(25)	13578(5)	-378(4)	5839(2)	64(1)
C(26)	12549(5)	381(4)	5440(2)	63(1)
C(31)	5508(4)	1621(4)	6548(2)	49(1)
C(32)	6582(5)	997(4)	6913(3)	63(1)
C(33)	6406(4)	360(4)	7651(2)	61(1)
C(34)	5149(4)	357(4)	8037(2)	50(1)
C(35)	4083(4)	992(4)	7656(2)	55(1)
C(36)	4263(4)	1620(4)	6921(2)	53(1)
C(41)	3921(4)	4362(4)	4448(2)	51(1)
C(42)	4275(5)	5040(4)	3745(2)	63(1)
C(43)	3311(5)	5857(5)	3329(3)	64(1)
C(44)	1969(5)	6043(4)	3574(2)	53(1)
C(45)	1620(5)	5361(5)	4262(3)	66(1)
C(46)	2582(5)	4531(5)	4692(3)	64(1)
N(1)	8512(4)	6567(4)	1438(2)	67(1)
N(2)	14080(4)	-2587(4)	7594(2)	66(1)
N(3)	3770(4)	178(3)	9247(2)	59(1)
N(4)	1374(4)	7652(4)	2531(2)	75(1)
N(11)	9278(3)	2529(3)	4442(2)	51(1)
N(12)	10399(4)	1786(3)	4710(2)	51(1)
N(13)	10137(4)	1135(3)	5354(2)	52(1)
N(21)	5725(3)	2262(3)	5801(2)	52(1)
N(22)	4660(4)	2979(3)	5484(2)	54(1)
N(23)	5005(4)	3560(3)	4830(2)	53(1)
O(1)	8609(4)	7340(3)	724(2)	83(1)
O(2)	15134(4)	-3278(4)	7993(2)	83(1)
O(3)	3678(4)	-597(3)	9966(2)	75(1)
O(4)	364(4)	8459(4)	2104(2)	94(1)
O(5)	11084(4)	158(3)	841(2)	94(1)
O(6)	5977(4)	4444(3)	732(2)	93(1)
Hg	7520(1)	2377(1)	5130(1)	53(1)
S(1)	9792(2)	1213(1)	603(1)	80(1)
S(2)	5379(2)	5919(1)	580(1)	85(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C1). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte:

$$-2p^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(1)	49(3)	58(2)	59(3)	6(2)	-7(2)	-22(2)
C(1D)	74(4)	108(4)	91(4)	-29(3)	-4(3)	-36(3)
C(2)	59(4)	126(5)	106(5)	36(4)	13(3)	-12(4)
C(2D)	98(5)	99(4)	108(5)	-16(3)	-1(4)	-51(4)
C(3)	48(3)	50(2)	57(3)	-10(2)	-7(2)	-13(2)
C(3D)	86(5)	99(4)	105(5)	-10(4)	-17(4)	-24(4)
C(4)	56(3)	67(3)	72(3)	-2(2)	-16(2)	-21(2)
C(4D)	177(9)	249(10)	174(9)	-65(8)	-15(7)	-156(8)
C(5)	45(3)	59(2)	51(2)	-2(2)	-5(2)	-22(2)
C(6)	59(3)	73(3)	67(3)	10(2)	-3(2)	-9(2)
C(7)	52(3)	66(3)	55(3)	-15(2)	-10(2)	-21(2)
C(8)	62(3)	82(3)	88(4)	-13(3)	-20(3)	-35(3)
C(11)	41(2)	55(2)	48(2)	-2(2)	-7(2)	-25(2)
C(12)	36(2)	75(3)	58(3)	2(2)	-5(2)	-26(2)
C(13)	42(2)	61(2)	61(3)	6(2)	-14(2)	-20(2)
C(14)	43(2)	51(2)	52(2)	-3(2)	-7(2)	-18(2)
C(15)	43(3)	75(3)	52(3)	2(2)	4(2)	-15(2)
C(16)	44(3)	70(3)	64(3)	4(2)	-13(2)	-13(2)
C(21)	53(3)	50(2)	39(2)	-6(2)	-4(2)	-20(2)
C(22)	51(3)	66(3)	49(2)	-1(2)	-7(2)	-32(2)
C(23)	67(3)	64(3)	44(2)	4(2)	-8(2)	-37(2)
C(24)	52(3)	47(2)	41(2)	-7(2)	-5(2)	-18(2)
C(25)	48(3)	77(3)	51(3)	7(2)	-4(2)	-24(2)
C(26)	57(3)	71(3)	47(2)	11(2)	-4(2)	-27(2)
C(31)	39(2)	51(2)	49(2)	-5(2)	-3(2)	-17(2)
C(32)	46(3)	70(3)	64(3)	7(2)	-7(2)	-27(2)
C(33)	45(3)	71(3)	58(3)	8(2)	-12(2)	-24(2)
C(34)	44(2)	50(2)	48(2)	-1(2)	-6(2)	-19(2)
C(35)	44(2)	61(2)	53(3)	-3(2)	-4(2)	-22(2)
C(36)	45(2)	58(2)	51(3)	2(2)	-12(2)	-20(2)
C(41)	49(3)	57(2)	47(2)	-10(2)	-9(2)	-22(2)
C(42)	53(3)	84(3)	51(3)	3(2)	-7(2)	-36(2)
C(43)	60(3)	80(3)	51(3)	5(2)	-12(2)	-34(3)
C(44)	54(3)	59(2)	45(2)	-14(2)	-5(2)	-22(2)
C(45)	43(3)	86(3)	57(3)	-8(2)	-4(2)	-21(2)
C(46)	56(3)	78(3)	48(3)	3(2)	-1(2)	-30(2)
N(1)	59(3)	69(2)	58(2)	11(2)	-10(2)	-24(2)
N(2)	58(2)	69(2)	55(2)	8(2)	-14(2)	-20(2)
N(3)	54(2)	63(2)	50(2)	7(2)	-8(2)	-25(2)
N(4)	62(3)	86(3)	58(2)	6(2)	-15(2)	-21(2)
N(11)	43(2)	62(2)	45(2)	1(2)	-10(2)	-24(2)
N(12)	47(2)	59(2)	45(2)	-1(2)	-7(2)	-24(2)
N(13)	51(2)	56(2)	45(2)	-5(2)	-9(2)	-22(2)
N(21)	45(2)	64(2)	44(2)	0(2)	-4(2)	-27(2)
N(22)	48(2)	60(2)	45(2)	-4(2)	-6(2)	-20(2)
N(23)	53(2)	59(2)	45(2)	-5(2)	-6(2)	-26(2)
O(1)	67(2)	79(2)	70(2)	22(2)	-3(2)	-24(2)
O(2)	69(2)	88(2)	71(2)	19(2)	-27(2)	-22(2)
O(3)	58(2)	84(2)	54(2)	10(2)	-3(2)	-20(2)
O(4)	73(3)	105(3)	79(3)	16(2)	-25(2)	-25(2)
O(5)	58(2)	89(2)	94(3)	5(2)	6(2)	-19(2)
O(6)	95(3)	80(2)	79(2)	8(2)	-15(2)	-25(2)
Hg	50(1)	60(1)	47(1)	-6(1)	-1(1)	-27(1)
S(1)	74(1)	90(1)	64(1)	-5(1)	0(1)	-34(1)
S(2)	89(1)	86(1)	71(1)	1(1)	-1(1)	-45(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C1).

C(1)-N(1)	1,268(5)	C(8)-H(8C)	0,9600	C(43)-C(44)	1,371(6)	S(1)-C(2D)-H(2D1)	109,5
C(1)-C(2)	1,470(6)	C(11)-C(16)	1,364(6)	C(43)-H(43)	0,9300	S(1)-C(2D)-H(2D2)	109,5
C(1)-C(14)	1,497(6)	C(11)-C(12)	1,384(6)	C(44)-C(45)	1,377(6)	H(2D1)-C(2D)-H(2D2)	109,5
C(1D)-S(1)	1,745(6)	C(11)-N(11)	1,409(5)	C(45)-C(46)	1,381(6)	S(1)-C(2D)-H(2D3)	109,5
C(1D)-H(1D1)	0,9600	C(12)-C(13)	1,376(6)	C(45)-H(45)	0,9300	H(2D1)-C(2D)-H(2D3)	109,5
C(1D)-H(1D2)	0,9600	C(12)-H(12)	0,9300	C(46)-H(46)	0,9300	H(2D2)-C(2D)-H(2D3)	109,5
C(1D)-H(1D3)	0,9600	C(13)-C(14)	1,377(6)	N(1)-O(1)	1,410(5)	N(2)-C(3)-C(4)	123,5(4)
C(2)-H(2A)	0,9600	C(13)-H(13)	0,9300	N(2)-O(2)	1,396(5)	N(2)-C(3)-C(24)	114,8(4)
C(2)-H(2B)	0,9600	C(14)-C(15)	1,377(6)	N(3)-O(3)	1,416(5)	C(4)-C(3)-C(24)	121,7(4)
C(2)-H(2C)	0,9600	C(15)-C(16)	1,386(6)	N(4)-O(4)	1,407(5)	S(2)-C(3D)-H(3D1)	109,5
C(2D)-S(1)	1,751(5)	C(15)-H(15)	0,9300	N(11)-N(12)	1,318(5)	S(2)-C(3D)-H(3D2)	109,5
C(2D)-H(2D1)	0,9600	C(16)-H(16)	0,9300	N(11)-Hg	2,072(3)	H(3D1)-C(3D)-H(3D2)	109,5
C(2D)-H(2D2)	0,9600	C(21)-C(26)	1,374(6)	N(12)-N(13)	1,279(5)	S(2)-C(3D)-H(3D3)	109,5
C(2D)-H(2D3)	0,9600	C(21)-C(22)	1,389(6)	N(21)-N(22)	1,315(5)	H(3D1)-C(3D)-H(3D3)	109,5
C(3)-N(2)	1,288(6)	C(21)-N(13)	1,415(5)	N(21)-Hg	2,081(3)	H(3D2)-C(3D)-H(3D3)	109,5
C(3)-C(4)	1,469(6)	C(22)-C(23)	1,372(6)	N(22)-N(23)	1,278(5)	C(3)-C(4)-H(4A)	109,5
C(3)-C(24)	1,494(6)	C(22)-H(22)	0,9300	N(23)-Hg	2,679(4)	C(3)-C(4)-H(4B)	109,5
C(3D)-S(2)	1,743(6)	C(23)-C(24)	1,380(6)	O(1)-H(1)	1,05(5)	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5
C(3D)-H(3D1)	0,9600	C(23)-H(23)	0,9300	O(2)-H(2)	0,97(5)	C(3)-C(4)-H(4C)	109,5
C(3D)-H(3D2)	0,9600	C(24)-C(25)	1,386(6)	O(3)-H(3)	0,89(5)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5
C(3D)-H(3D3)	0,9600	C(25)-C(26)	1,382(6)	O(4)-H(4)	0,8200	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5
C(4)-H(4A)	0,9600	C(25)-H(25)	0,9300	O(5)-S(1)	1,505(4)	S(2)-C(4D)-H(4D1)	109,5
C(4)-H(4B)	0,9600	C(26)-H(26)	0,9300	O(6)-S(2)	1,487(4)	S(2)-C(4D)-H(4D2)	109,5
C(4)-H(4C)	0,9600	C(31)-C(36)	1,368(6)			H(4D1)-C(4D)-H(4D2)	109,5
C(4D)-S(2)	1,751(7)	C(31)-C(32)	1,372(6)	N(1)-C(1)-C(2)	124,1(4)	S(2)-C(4D)-H(4D3)	109,5
C(4D)-H(4D1)	0,9600	C(31)-N(21)	1,411(5)	N(1)-C(1)-C(14)	115,0(4)	H(4D1)-C(4D)-H(4D3)	109,5
C(4D)-H(4D2)	0,9600	C(32)-C(33)	1,390(6)	C(2)-C(1)-C(14)	121,0(4)	H(4D2)-C(4D)-H(4D3)	109,5
C(4D)-H(4D3)	0,9600	C(32)-H(32)	0,9300	S(1)-C(1D)-H(1D1)	109,5	N(3)-C(5)-C(34)	116,2(4)
C(5)-N(3)	1,275(5)	C(33)-C(34)	1,386(6)	S(1)-C(1D)-H(1D2)	109,5	N(3)-C(5)-C(6)	124,0(4)
C(5)-C(34)	1,481(6)	C(33)-H(33)	0,9300	H(1D1)-C(1D)-H(1D2)	109,5	C(34)-C(5)-C(6)	119,7(4)
C(5)-C(6)	1,490(6)	C(34)-C(35)	1,384(6)	S(1)-C(1D)-H(1D3)	109,5	C(5)-C(6)-H(6A)	109,5
C(6)-H(6A)	0,9600	C(35)-C(36)	1,383(6)	H(1D1)-C(1D)-H(1D3)	109,5	C(5)-C(6)-H(6B)	109,5
C(6)-H(6B)	0,9600	C(35)-H(35)	0,9300	H(1D2)-C(1D)-H(1D3)	109,5	H(6A)-C(6)-H(6B)	109,5
C(6)-H(6C)	0,9600	C(36)-H(36)	0,9300	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(5)-C(6)-H(6C)	109,5
C(7)-N(4)	1,286(6)	C(41)-C(46)	1,373(6)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	H(6A)-C(6)-H(6C)	109,5
C(7)-C(8)	1,477(7)	C(41)-C(42)	1,397(6)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	H(6B)-C(6)-H(6C)	109,5
C(7)-C(44)	1,497(6)	C(41)-N(23)	1,413(5)	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	N(4)-C(7)-C(8)	124,9(4)
C(8)-H(8A)	0,9600	C(42)-C(43)	1,362(6)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	N(4)-C(7)-C(44)	114,4(4)
C(8)-H(8B)	0,9600	C(42)-H(42)	0,9300	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(8)-C(7)-C(44)	120,7(4)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C1).

C(7)-C(8)-H(8A)	109,5	C(21)-C(26)-C(25)	120,9(4)	C(1)-N(1)-O(1)	113,5(4)
C(7)-C(8)-H(8B)	109,5	C(21)-C(26)-H(26)	119,6	C(3)-N(2)-O(2)	112,1(4)
H(8A)-C(8)-H(8B)	109,5	C(25)-C(26)-H(26)	119,6	C(5)-N(3)-O(3)	111,5(3)
C(7)-C(8)-H(8C)	109,5	C(36)-C(31)-C(32)	119,3(4)	C(7)-N(4)-O(4)	111,4(4)
H(8A)-C(8)-H(8C)	109,5	C(36)-C(31)-N(21)	122,2(4)	N(12)-N(11)-C(11)	117,9(3)
H(8B)-C(8)-H(8C)	109,5	C(32)-C(31)-N(21)	118,5(4)	N(12)-N(11)-Hg	114,6(3)
C(16)-C(11)-C(12)	118,6(4)	C(31)-C(32)-C(33)	120,2(4)	C(11)-N(11)-Hg	127,3(3)
C(16)-C(11)-N(11)	123,0(4)	C(31)-C(32)-H(32)	119,9	N(13)-N(12)-N(11)	111,0(3)
C(12)-C(11)-N(11)	118,4(4)	C(33)-C(32)-H(32)	119,9	N(12)-N(13)-C(21)	114,3(4)
C(13)-C(12)-C(11)	120,3(4)	C(34)-C(33)-C(32)	121,2(4)	N(22)-N(21)-C(31)	118,2(3)
C(13)-C(12)-H(12)	119,9	C(34)-C(33)-H(33)	119,4	N(22)-N(21)-Hg	112,9(3)
C(11)-C(12)-H(12)	119,9	C(32)-C(33)-H(33)	119,4	C(31)-N(21)-Hg	128,6(3)
C(12)-C(13)-C(14)	121,6(4)	C(35)-C(34)-C(33)	117,4(4)	N(23)-N(22)-N(21)	110,8(4)
C(12)-C(13)-H(13)	119,2	C(35)-C(34)-C(5)	121,3(4)	N(22)-N(23)-C(41)	114,9(4)
C(14)-C(13)-H(13)	119,2	C(33)-C(34)-C(5)	121,3(4)	N(22)-N(23)-Hg	84,8(2)
C(15)-C(14)-C(13)	117,5(4)	C(36)-C(35)-C(34)	121,2(4)	C(41)-N(23)-Hg	160,3(3)
C(15)-C(14)-C(1)	121,8(4)	C(36)-C(35)-H(35)	119,4	N(1)-O(1)-H(1)	104(3)
C(13)-C(14)-C(1)	120,6(4)	C(34)-C(35)-H(35)	119,4	N(2)-O(2)-H(2)	102(3)
C(14)-C(15)-C(16)	121,2(4)	C(31)-C(36)-C(35)	120,7(4)	N(3)-O(3)-H(3)	102(3)
C(14)-C(15)-H(15)	119,4	C(31)-C(36)-H(36)	119,7	N(4)-O(4)-H(4)	109,5
C(16)-C(15)-H(15)	119,4	C(35)-C(36)-H(36)	119,7	N(11)-Hg-N(21)	178,54(12)
C(11)-C(16)-C(15)	120,7(4)	C(46)-C(41)-C(42)	117,6(4)	N(11)-Hg-N(23)	127,08(12)
C(11)-C(16)-H(16)	119,6	C(46)-C(41)-N(23)	127,0(4)	N(21)-Hg-N(23)	51,47(11)
C(15)-C(16)-H(16)	119,6	C(42)-C(41)-N(23)	115,4(4)	O(5)-S(1)-C(1D)	106,8(3)
C(26)-C(21)-C(22)	118,4(4)	C(43)-C(42)-C(41)	120,7(5)	O(5)-S(1)-C(2D)	104,0(3)
C(26)-C(21)-N(13)	125,8(4)	C(43)-C(42)-H(42)	119,7	C(1D)-S(1)-C(2D)	99,3(3)
C(22)-C(21)-N(13)	115,7(4)	C(41)-C(42)-H(42)	119,7	O(6)-S(2)-C(3D)	106,4(3)
C(23)-C(22)-C(21)	120,4(4)	C(42)-C(43)-C(44)	122,0(4)	O(6)-S(2)-C(4D)	106,3(4)
C(23)-C(22)-H(22)	119,8	C(42)-C(43)-H(43)	119,0	C(3D)-S(2)-C(4D)	98,5(4)
C(21)-C(22)-H(22)	119,8	C(44)-C(43)-H(43)	119,0		
C(22)-C(23)-C(24)	121,7(4)	C(43)-C(44)-C(45)	117,5(4)		
C(22)-C(23)-H(23)	119,1	C(43)-C(44)-C(7)	120,5(4)		
C(24)-C(23)-H(23)	119,1	C(45)-C(44)-C(7)	122,0(4)		
C(23)-C(24)-C(25)	117,6(4)	C(44)-C(45)-C(46)	121,3(5)		
C(23)-C(24)-C(3)	121,1(4)	C(44)-C(45)-H(45)	119,3		
C(25)-C(24)-C(3)	121,2(4)	C(46)-C(45)-H(45)	119,3		
C(26)-C(25)-C(24)	121,0(5)	C(41)-C(46)-C(45)	120,9(4)		
C(26)-C(25)-H(25)	119,5	C(41)-C(46)-H(46)	119,6		
C(24)-C(25)-H(25)	119,5	C(45)-C(46)-H(46)	119,6		

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C2).

	x	y	z	U(eq)
C(1)	-1552(3)	1528(3)	-9206(10)	48(1)
C(2)	-1739(4)	1767(4)	-11486(10)	71(2)
C(3)	3643(3)	1382(3)	1175(11)	53(2)
C(4)	3583(4)	1922(4)	-563(12)	80(2)
C(5)	4032(5)	-1903(4)	-7160(14)	98(3)
C(6)	4571(6)	-612(5)	-7367(15)	114(3)
C(21)	195(3)	1168(3)	-5418(9)	39(1)
C(22)	-553(3)	1153(3)	-6370(9)	42(1)
C(23)	-746(3)	1526(3)	-8284(9)	41(1)
C(24)	-180(3)	1906(3)	-9207(10)	45(1)
C(25)	563(3)	1921(3)	-8233(10)	51(2)
C(26)	755(3)	1564(3)	-6336(9)	44(1)
C(11)	1702(3)	502(3)	662(9)	39(1)
C(16)	2327(3)	910(3)	190(9)	43(1)
C(15)	2965(3)	968(3)	1690(10)	47(1)
C(14)	2957(3)	617(3)	3659(10)	53(2)
C(13)	2340(4)	201(3)	4113(11)	51(2)
C(12)	1714(3)	146(3)	2620(11)	48(2)
N(1)	-2058(3)	1328(3)	-7916(9)	59(1)
N(2)	4260(3)	1245(3)	2319(9)	59(2)
N(13)	302(2)	780(2)	-3456(7)	40(1)
N(12)	980(2)	829(2)	-2518(7)	40(1)
N(11)	1026(2)	457(2)	-714(7)	41(1)
O(1)	-2809(2)	1367(3)	-8895(7)	77(2)
O(2)	4887(2)	1653(3)	1766(8)	79(2)
O(3)	3903(2)	-1047(3)	-3960(8)	84(2)
Hg	0	0	0	43(1)
S(1)	3780(1)	-1069(1)	-6399(3)	75(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C2). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2[h^2 a^* 2 U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(1)	49(3)	54(4)	41(4)	1(3)	-7(3)	1(3)
C(2)	66(4)	92(5)	53(4)	17(4)	-9(4)	-4(4)
C(3)	37(3)	64(4)	56(4)	-7(3)	-3(3)	-10(3)
C(4)	62(4)	102(6)	76(5)	27(4)	-5(4)	-25(4)
C(5)	120(8)	89(6)	82(6)	0(5)	-13(5)	16(5)
C(6)	147(9)	90(7)	110(8)	1(6)	47(7)	-13(6)
C(21)	41(3)	47(3)	27(3)	1(2)	-2(2)	1(2)
C(22)	38(3)	49(3)	39(3)	1(3)	-2(3)	-4(3)
C(23)	49(3)	43(3)	31(3)	-5(2)	-1(3)	1(3)
C(24)	45(3)	54(4)	37(3)	10(3)	5(3)	3(3)
C(25)	45(3)	57(4)	50(4)	12(3)	10(3)	-1(3)
C(26)	43(3)	44(3)	46(4)	1(3)	6(3)	1(3)
C(11)	35(3)	44(3)	36(3)	0(2)	-3(2)	3(2)
C(16)	35(3)	53(4)	39(3)	3(3)	-2(2)	-4(2)
C(15)	34(3)	55(4)	51(4)	1(3)	-8(3)	1(3)
C(14)	37(3)	75(4)	44(4)	4(3)	-12(3)	-1(3)
C(13)	46(3)	64(4)	41(4)	12(3)	-1(3)	4(3)
C(12)	33(3)	63(5)	48(4)	9(3)	0(3)	-2(2)
N(1)	40(3)	83(4)	53(3)	8(3)	-9(3)	0(3)
N(2)	34(3)	82(4)	61(4)	0(3)	-3(3)	-16(3)
N(13)	36(2)	50(3)	34(3)	0(2)	-4(2)	-1(2)
N(12)	31(2)	54(3)	35(3)	0(2)	-1(2)	-2(2)
N(11)	32(2)	53(3)	37(3)	4(2)	-3(2)	-9(2)
O(1)	41(2)	126(4)	62(3)	17(3)	-9(2)	-4(3)
O(2)	42(2)	111(4)	81(4)	10(3)	-9(2)	-28(3)
O(3)	44(2)	150(5)	57(3)	-9(3)	-4(2)	7(3)
Hg	32(1)	51(1)	45(1)	2(1)	-4(1)	-7(1)
S(1)	68(1)	87(1)	67(1)	-8(1)	-12(1)	12(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C2).

C(1)-N(1)	1,283(7)	C(23)-C(24)	1,379(8)	O(3)-S(1)	1,505(5)
C(1)-C(23)	1,480(8)	C(24)-C(25)	1,391(7)	Hg-N(11)#1	2,064(4)
C(1)-C(2)	1,495(8)	C(24)-H(24)	0,9300	Hg-N(13)#1	2,688(5)
C(2)-H(2A)	0,9600	C(25)-C(26)	1,380(8)		
C(2)-H(2B)	0,9600	C(25)-H(25)	0,9300	N(1)-C(1)-C(23)	115,6(5)
C(2)-H(2C)	0,9600	C(26)-H(26)	0,9300	N(1)-C(1)-C(2)	123,9(5)
C(3)-N(2)	1,274(7)	C(11)-C(16)	1,389(7)	C(23)-C(1)-C(2)	120,5(5)
C(3)-C(15)	1,477(8)	C(11)-C(12)	1,388(8)	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5
C(3)-C(4)	1,494(9)	C(11)-N(11)	1,409(6)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5
C(4)-H(4A)	0,9600	C(16)-C(15)	1,403(7)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5
C(4)-H(4B)	0,9600	C(16)-H(16)	0,9300	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5
C(4)-H(4C)	0,9600	C(15)-C(14)	1,391(8)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5
C(5)-S(1)	1,745(8)	C(14)-C(13)	1,384(8)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5
C(5)-H(5A)	0,9600	C(14)-H(14)	0,9300	N(2)-C(3)-C(15)	115,1(6)
C(5)-H(5B)	0,9600	C(13)-C(12)	1,384(9)	N(2)-C(3)-C(4)	124,1(6)
C(5)-H(5C)	0,9600	C(13)-H(13)	0,9300	C(15)-C(3)-C(4)	120,8(5)
C(6)-S(1)	1,771(9)	C(12)-H(12)	0,9300	C(3)-C(4)-H(4A)	109,5
C(6)-H(6A)	0,9600	N(1)-O(1)	1,406(6)	C(3)-C(4)-H(4B)	109,5
C(6)-H(6B)	0,9600	N(2)-O(2)	1,407(6)	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5
C(6)-H(6C)	0,9600	N(13)-N(12)	1,284(6)	C(3)-C(4)-H(4C)	109,5
C(21)-C(26)	1,387(7)	N(13)-Hg	2,688(5)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5
C(21)-C(22)	1,395(7)	N(12)-N(11)	1,322(6)	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5
C(21)-N(13)	1,425(7)	N(11)-Hg	2,064(4)	S(1)-C(5)-H(5A)	109,5
C(22)-C(23)	1,405(7)	O(1)-H(1)	0,8200	S(1)-C(5)-H(5B)	109,5
C(22)-H(22)	0,9300	O(2)-H(2)	0,8200	H(5A)-C(5)-H(5B)	109,5

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C2).

S(1)-C(5)-H(5C)	109,5	C(25)-C(26)-H(26)	120,6	N(13)-N(12)-N(11)	110,1(4)
H(5A)-C(5)-H(5C)	109,5	C(21)-C(26)-H(26)	120,6	N(12)-N(11)-C(11)	118,4(4)
H(5B)-C(5)-H(5C)	109,5	C(16)-C(11)-C(12)	119,6(5)	N(12)-N(11)-Hg	113,9(3)
S(1)-C(6)-H(6A)	109,5	C(16)-C(11)-N(11)	123,0(5)	C(11)-N(11)-Hg	126,8(4)
S(1)-C(6)-H(6B)	109,5	C(12)-C(11)-N(11)	117,3(5)	N(1)-O(1)-H(1)	109,5
H(6A)-C(6)-H(6B)	109,5	C(11)-C(16)-C(15)	120,3(5)	N(2)-O(2)-H(2)	109,5
S(1)-C(6)-H(6C)	109,5	C(11)-C(16)-H(16)	119,8	N(11)#1-Hg-N(11)	180,0(3)
H(6A)-C(6)-H(6C)	109,5	C(15)-C(16)-H(16)	119,8	N(11)#1-Hg-N(13)#1	51,41(15)
H(6B)-C(6)-H(6C)	109,5	C(14)-C(15)-C(16)	118,9(5)	N(11)-Hg-N(13)#1	128,59(15)
C(26)-C(21)-C(22)	120,1(5)	C(14)-C(15)-C(3)	120,3(5)	N(11)#1-Hg-N(13)	128,59(15)
C(26)-C(21)-N(13)	125,4(5)	C(16)-C(15)-C(3)	120,8(5)	N(11)-Hg-N(13)	51,41(15)
C(22)-C(21)-N(13)	114,5(5)	C(13)-C(14)-C(15)	120,7(5)	N(13)#1-Hg-N(13)	180,0(2)
C(21)-C(22)-C(23)	120,6(5)	C(13)-C(14)-H(14)	119,6	O(3)-S(1)-C(5)	105,7(4)
C(21)-C(22)-H(22)	119,7	C(15)-C(14)-H(14)	119,6	O(3)-S(1)-C(6)	104,9(4)
C(23)-C(22)-H(22)	119,7	C(14)-C(13)-C(12)	119,8(6)	C(5)-S(1)-C(6)	99,1(4)
C(24)-C(23)-C(22)	118,8(5)	C(14)-C(13)-H(13)	120,1		
C(24)-C(23)-C(1)	121,6(5)	C(12)-C(13)-H(13)	120,1		
C(22)-C(23)-C(1)	119,6(5)	C(13)-C(12)-C(11)	120,5(6)		
C(23)-C(24)-C(25)	120,1(5)	C(13)-C(12)-H(12)	119,7		
C(23)-C(24)-H(24)	120,0	C(11)-C(12)-H(12)	119,7		
C(25)-C(24)-H(24)	120,0	C(1)-N(1)-O(1)	111,9(5)		
C(26)-C(25)-C(24)	121,6(5)	C(3)-N(2)-O(2)	112,9(5)		
C(26)-C(25)-H(25)	119,2	N(12)-N(13)-C(21)	114,2(5)		
C(24)-C(25)-H(25)	119,2	N(12)-N(13)-Hg	84,5(3)		
C(25)-C(26)-C(21)	118,9(5)	C(21)-N(13)-Hg	161,0(3)		

Códigos de simetria para átomos equivalentes:
#1 -x,-y,-z

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C3).

	x	y	z	U(eq)
C(1)	-106(10)	1539(5)	9455(5)	69(2)
C(2)	-2096(11)	1045(5)	10029(5)	94(2)
C(3)	3705(13)	-842(6)	7179(6)	113(3)
C(4)	3713(14)	851(6)	6141(6)	117(3)
C(11)	5254(10)	3495(5)	9880(4)	59(2)
C(16)	3473(10)	2819(4)	9405(4)	59(2)
C(15)	1703(10)	2310(5)	9945(5)	63(2)
C(14)	1736(12)	2525(6)	10958(5)	76(2)
C(12)	5275(12)	3705(5)	10891(4)	73(2)
C(13)	3488(13)	3226(6)	11413(5)	86(2)
C(21)	9690(11)	3942(5)	7148(4)	66(2)
C(22)	11680(13)	4452(6)	6770(5)	105(3)
C(23)	12274(14)	4266(7)	5819(5)	115(3)
C(24)	10894(14)	3550(6)	5245(5)	89(2)
C(25)	8938(16)	3027(6)	5598(6)	115(3)
N(1)	198(10)	1309(5)	8550(5)	87(2)
N(2)	11533(17)	3352(7)	4219(5)	128(3)
N(11)	7183(8)	3973(4)	9383(3)	62(1)
N(12)	7381(9)	3723(4)	8451(4)	64(1)
N(13)	9286(8)	4211(4)	8123(3)	65(1)
O(1)	-1556(9)	559(5)	8143(4)	115(2)
O(2)	10119(17)	2823(6)	3679(5)	197(4)
O(3)	13375(14)	3768(7)	3949(4)	185(4)
O(4)	-427(8)	-142(5)	6353(4)	126(2)
Hg	10000	5000	10000	67(1)
S(1)	2173(4)	-362(2)	6115(1)	99(1)
C(26)	8326(14)	3215(6)	6534(5)	99(3)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C3). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2[h^2 a^* 2U^{11} + \dots + 2h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(1)	56(4)	75(5)	77(5)	9(4)	8(3)	3(3)
C(2)	71(4)	98(6)	120(6)	21(5)	41(4)	2(4)
C(3)	96(5)	134(8)	105(6)	22(5)	-10(5)	-27(5)
C(4)	105(6)	106(7)	140(7)	15(6)	17(5)	-14(5)
C(11)	61(3)	59(4)	60(4)	3(3)	17(3)	5(3)
C(16)	60(3)	63(4)	55(4)	8(3)	9(3)	3(3)
C(15)	58(3)	64(4)	69(4)	7(3)	10(3)	10(3)
C(14)	73(4)	97(6)	61(4)	9(4)	19(3)	3(4)
C(12)	87(4)	73(5)	59(4)	-14(3)	16(4)	-3(4)
C(13)	97(5)	105(6)	58(4)	2(4)	25(4)	7(5)
C(21)	77(4)	71(5)	49(4)	4(3)	11(3)	-13(3)
C(22)	104(5)	148(8)	61(5)	-17(5)	22(4)	-60(5)
C(23)	119(6)	161(9)	64(5)	-6(5)	27(4)	-67(6)
C(24)	116(6)	98(6)	55(4)	-3(4)	23(4)	-22(5)
C(25)	150(7)	110(7)	85(6)	-29(5)	52(5)	-65(6)
N(1)	72(3)	104(5)	79(4)	-3(4)	-6(3)	-29(3)
N(2)	172(7)	135(7)	78(5)	-28(5)	47(5)	-51(6)
N(11)	64(3)	71(4)	50(3)	-3(3)	4(2)	-3(2)
N(12)	68(3)	70(4)	55(3)	2(3)	8(3)	-6(3)
N(13)	68(3)	75(4)	53(3)	3(3)	12(3)	-7(3)
O(1)	88(3)	148(5)	102(4)	-12(4)	1(3)	-39(3)
O(2)	291(10)	198(8)	101(5)	-79(5)	91(6)	-141(7)
O(3)	180(6)	286(10)	90(4)	-25(5)	64(4)	-103(7)
O(4)	68(3)	198(6)	110(4)	-16(4)	15(3)	-19(3)
Hg	68(1)	65(1)	65(1)	-2(1)	7(1)	-6(1)
S(1)	86(1)	134(2)	73(1)	-8(1)	5(1)	-20(1)
C(26)	120(6)	107(6)	71(5)	-26(4)	40(4)	-56(5)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C3).

C(1)-N(1)	1,278(8)	N(12)-N(13)	1,300(6)	C(11)-C(12)-H(12)	120,5
C(1)-C(15)	1,472(8)	O(1)-H(1)	0,8200	C(14)-C(13)-C(12)	121,5(6)
C(1)-C(2)	1,508(8)	O(4)-S(1)	1,492(5)	C(14)-C(13)-H(13)	119,3
C(2)-H(2A)	0,9600	Hg-N(11)#1	2,083(5)	C(12)-C(13)-H(13)	119,3
C(2)-H(2B)	0,9600	C(26)-H(26)	0,9300	C(22)-C(21)-C(26)	117,5(6)
C(2)-H(2C)	0,9600			C(22)-C(21)-N(13)	115,7(6)
C(3)-S(1)	1,737(7)	N(1)-C(1)-C(15)	115,7(5)	C(26)-C(21)-N(13)	126,7(5)
C(3)-H(3A)	0,9600	N(1)-C(1)-C(2)	124,1(6)	C(23)-C(22)-C(21)	121,7(7)
C(3)-H(3B)	0,9600	C(15)-C(1)-C(2)	120,1(6)	C(23)-C(22)-H(22)	119,1
C(3)-H(3C)	0,9600	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(21)-C(22)-H(22)	119,1
C(4)-S(1)	1,746(7)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	C(24)-C(23)-C(22)	118,8(6)
C(4)-H(4A)	0,9600	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	C(24)-C(23)-H(23)	120,6
C(4)-H(4B)	0,9600	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	C(22)-C(23)-H(23)	120,6
C(4)-H(4C)	0,9600	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	C(23)-C(24)-C(25)	120,9(6)
C(11)-C(16)	1,378(8)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(23)-C(24)-N(2)	118,7(7)
C(11)-C(12)	1,387(8)	S(1)-C(3)-H(3A)	109,5	C(25)-C(24)-N(2)	120,3(7)
C(11)-N(11)	1,416(7)	S(1)-C(3)-H(3B)	109,5	C(26)-C(25)-C(24)	120,5(7)
C(16)-C(15)	1,405(8)	H(3A)-C(3)-H(3B)	109,5	C(26)-C(25)-H(25)	119,7
C(16)-H(16)	0,9300	S(1)-C(3)-H(3C)	109,5	C(24)-C(25)-H(25)	119,7
C(15)-C(14)	1,390(8)	H(3A)-C(3)-H(3C)	109,5	C(1)-N(1)-O(1)	112,3(5)
C(14)-C(13)	1,379(9)	H(3B)-C(3)-H(3C)	109,5	O(2)-N(2)-O(3)	122,8(7)
C(14)-H(14)	0,9300	S(1)-C(4)-H(4A)	109,5	O(2)-N(2)-C(24)	118,2(7)
C(12)-C(13)	1,379(8)	S(1)-C(4)-H(4B)	109,5	O(3)-N(2)-C(24)	118,9(8)
C(12)-H(12)	0,9300	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5	N(12)-N(11)-C(11)	119,1(5)
C(13)-H(13)	0,9300	S(1)-C(4)-H(4C)	109,5	N(12)-N(11)-Hg	113,9(3)
C(21)-C(22)	1,379(8)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5	C(11)-N(11)-Hg	126,9(4)
C(21)-C(26)	1,384(8)	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5	N(13)-N(12)-N(11)	110,8(5)
C(21)-N(13)	1,393(7)	C(16)-C(11)-C(12)	120,5(5)	N(12)-N(13)-C(21)	114,0(5)
C(22)-C(23)	1,369(9)	C(16)-C(11)-N(11)	122,6(5)	N(1)-O(1)-H(1)	109,5
C(22)-H(22)	0,9300	C(12)-C(11)-N(11)	116,9(6)	N(11)#1-Hg-N(11)	180,0(2)
C(23)-C(24)	1,351(9)	C(11)-C(16)-C(15)	120,4(5)	O(4)-S(1)-C(3)	106,9(4)
C(23)-H(23)	0,9300	C(11)-C(16)-H(16)	119,8	O(4)-S(1)-C(4)	104,8(4)
C(24)-C(25)	1,357(9)	C(15)-C(16)-H(16)	119,8	C(3)-S(1)-C(4)	98,3(4)
C(24)-N(2)	1,477(9)	C(14)-C(15)-C(16)	118,8(6)	C(25)-C(26)-C(21)	120,5(6)
C(25)-C(26)	1,353(9)	C(14)-C(15)-C(1)	120,5(6)	C(25)-C(26)-H(26)	119,8
C(25)-H(25)	0,9300	C(16)-C(15)-C(1)	120,7(6)	C(21)-C(26)-H(26)	119,8
N(1)-O(1)	1,397(6)	C(13)-C(14)-C(15)	119,9(6)		
N(2)-O(2)	1,192(8)	C(13)-C(14)-H(14)	120,0		
N(2)-O(3)	1,198(8)	C(15)-C(14)-H(14)	120,0		
N(11)-N(12)	1,307(6)	C(13)-C(12)-C(11)	119,0(6)		
N(11)-Hg	2,083(5)	C(13)-C(12)-H(12)	120,5		

Códigos de simetria para átomos equivalentes:
#1 -x+2,-y+1,-z+2

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C4).

	x	y	z	U(eq)
C(3)	1515(5)	5182(9)	-626(3)	23(1)
C(4)	841(5)	6306(12)	-330(5)	45(2)
N(1)	9728(4)	10770(7)	-2190(2)	20(1)
C(2)	8561(5)	9060(10)	-3088(3)	31(2)
C(1)	8928(5)	9805(9)	-2387(3)	20(1)
O(1)	10200(3)	11037(7)	-2705(2)	26(1)
O(3)	7642(5)	10209(9)	1560(3)	52(2)
C(5)	7346(4)	8794(8)	1992(3)	18(1)
C(6)	6263(5)	8703(10)	1997(3)	26(1)
Hg	7236(1)	9155(1)	583(1)	15(1)
O(2)	252(3)	3297(7)	-1094(3)	32(1)
N(2)	1256(4)	3733(7)	-994(3)	23(1)
O(4)	7943(3)	7718(6)	2345(2)	24(1)
C(14)	8379(4)	9438(8)	-1872(3)	18(1)
C(26)	4075(4)	6027(8)	-873(3)	16(1)
C(11)	7309(4)	8708(8)	-930(3)	16(1)
C(22)	4023(4)	7299(8)	198(3)	18(1)
N(13)	5509(3)	7735(7)	-132(2)	16(1)
C(15)	7345(4)	9058(9)	-2084(3)	22(1)
C(24)	2573(4)	5747(8)	-499(3)	18(1)
C(23)	3054(4)	6694(8)	88(3)	19(1)
C(21)	4538(4)	7023(8)	-288(3)	17(1)
C(12)	8333(4)	9049(9)	-729(3)	21(1)
N(12)	5893(3)	7760(7)	-627(2)	17(1)
N(11)	6825(4)	8373(7)	-430(2)	17(1)
C(13)	8839(5)	9432(9)	-1197(3)	23(1)
C(16)	6821(5)	8731(8)	-1611(3)	20(1)
C(25)	3110(4)	5414(7)	-973(3)	17(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C4). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(3)	25(3)	13(3)	32(3)	-2(2)	9(3)	0(2)
C(4)	25(3)	38(4)	75(6)	-31(4)	22(4)	-7(3)
N(1)	20(2)	22(3)	21(2)	1(2)	9(2)	-1(2)
C(2)	39(4)	33(4)	24(3)	-9(3)	15(3)	-10(3)
C(1)	24(3)	18(3)	22(3)	1(2)	13(2)	-2(2)
O(1)	22(2)	35(3)	23(2)	3(2)	9(2)	-2(2)
O(3)	74(5)	44(4)	37(3)	3(3)	13(3)	-1(3)
C(5)	19(3)	22(3)	14(2)	-4(2)	4(2)	-4(2)
C(6)	24(3)	27(3)	29(3)	-2(3)	8(3)	-1(2)
Hg	21(1)	11(1)	14(1)	0(1)	5(1)	0(1)
O(2)	23(2)	30(3)	48(3)	-11(2)	15(2)	-9(2)
N(2)	20(2)	18(3)	30(3)	-2(2)	8(2)	-2(2)
O(4)	27(2)	25(2)	21(2)	8(2)	7(2)	2(2)
C(14)	15(2)	18(3)	21(3)	-8(2)	5(2)	-3(2)
C(26)	22(3)	11(3)	17(2)	0(2)	7(2)	2(2)
C(11)	16(3)	15(3)	17(3)	0(2)	6(2)	0(2)
C(22)	23(3)	15(3)	18(3)	2(2)	6(2)	2(2)
N(13)	19(2)	11(2)	19(2)	1(2)	7(2)	-1(2)
C(15)	22(3)	25(3)	15(2)	-1(2)	1(2)	-7(3)
C(24)	18(3)	11(2)	27(3)	5(2)	8(2)	3(2)
C(23)	24(3)	12(3)	24(3)	0(2)	12(2)	1(2)
C(21)	22(3)	9(2)	21(3)	1(2)	7(2)	2(2)
C(12)	21(3)	22(3)	20(3)	-1(2)	4(2)	-2(2)
N(12)	19(2)	12(2)	21(2)	1(2)	8(2)	0(2)
N(11)	17(2)	19(2)	17(2)	0(2)	7(2)	-2(2)
C(13)	18(3)	26(3)	25(3)	-4(2)	6(2)	-5(2)
C(16)	20(3)	21(3)	20(3)	-1(2)	6(2)	-5(2)
C(25)	26(3)	9(2)	17(3)	-1(2)	6(2)	0(2)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C4).

C(3)-N(2)	1,288(8)	C(15)-H(15)	0,9300	H(6A)-C(6)-H(6C)	109,5	N(12)-N(11)-Hg	112,3(3)
C(3)-C(24)	1,486(8)	C(24)-C(23)	1,398(8)	H(6B)-C(6)-H(6C)	109,5	C(11)-N(11)-Hg	129,3(4)
C(3)-C(4)	1,493(9)	C(24)-C(25)	1,405(8)	O(3)-Hg-N(11)	174,3(2)	C(14)-C(13)-C(12)	121,9(6)
C(4)-H(4A)	0,9600	C(23)-H(23)	0,9300	O(3)-Hg-N(13)	130,1(2)	C(14)-C(13)-H(13)	119,0
C(4)-H(4B)	0,9600	C(12)-C(13)	1,371(8)	N(11)-Hg-N(13)	51,60(16)	C(12)-C(13)-H(13)	119,0
C(4)-H(4C)	0,9600	C(12)-H(12)	0,9300	N(2)-O(2)-H(2)	104(6)	C(11)-C(16)-C(15)	120,4(5)
N(1)-C(1)	1,287(8)	N(12)-N(11)	1,332(6)	C(3)-N(2)-O(2)	112,5(5)	C(11)-C(16)-H(16)	119,8
N(1)-O(1)	1,407(6)	C(13)-H(13)	0,9300	C(13)-C(14)-C(15)	118,3(5)	C(15)-C(16)-H(16)	119,8
C(2)-C(1)	1,499(9)	C(16)-H(16)	0,9300	C(13)-C(14)-C(1)	122,4(5)	C(26)-C(25)-C(24)	121,5(5)
C(2)-H(2A)	0,9600	C(25)-H(25)	0,9300	C(15)-C(14)-C(1)	119,3(5)	C(26)-C(25)-H(25)	119,3
C(2)-H(2B)	0,9600			C(25)-C(26)-C(21)	119,9(5)	C(24)-C(25)-H(25)	119,3
C(2)-H(2C)	0,9600	N(2)-C(3)-C(24)	115,9(6)	C(25)-C(26)-H(26)	120,0		
C(1)-C(14)	1,492(8)	N(2)-C(3)-C(4)	125,2(6)	C(21)-C(26)-H(26)	120,0		
O(1)-H(1)	0,97(13)	C(24)-C(3)-C(4)	119,0(6)	C(16)-C(11)-N(11)	123,1(5)		
O(3)-C(5)	1,487(8)	C(3)-C(4)-H(4A)	109,5	C(16)-C(11)-C(12)	119,0(5)		
O(3)-Hg	2,090(6)	C(3)-C(4)-H(4B)	109,5	N(11)-C(11)-C(12)	117,9(5)		
C(5)-O(4)	1,227(7)	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5	C(23)-C(22)-C(21)	120,5(5)		
C(5)-C(6)	1,516(9)	C(3)-C(4)-H(4C)	109,5	C(23)-C(22)-H(22)	119,8		
C(6)-H(6A)	0,9600	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5	C(21)-C(22)-H(22)	119,8		
C(6)-H(6B)	0,9600	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5	N(12)-N(13)-C(21)	114,0(5)		
C(6)-H(6C)	0,9600	C(1)-N(1)-O(1)	112,1(5)	N(12)-N(13)-Hg	85,8(3)		
Hg-N(11)	2,093(5)	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(21)-N(13)-Hg	160,1(4)		
Hg-N(13)	2,672(5)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	C(16)-C(15)-C(14)	120,0(5)		
O(2)-N(2)	1,397(7)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	C(16)-C(15)-H(15)	120,0		
O(2)-H(2)	0,94(11)	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	C(14)-C(15)-H(15)	120,0		
C(14)-C(13)	1,370(8)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	C(23)-C(24)-C(25)	117,8(5)		
C(14)-C(15)	1,420(8)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(23)-C(24)-C(3)	120,8(5)		
C(26)-C(25)	1,380(8)	N(1)-C(1)-C(14)	115,9(5)	C(25)-C(24)-C(3)	121,4(5)		
C(26)-C(21)	1,406(8)	N(1)-C(1)-C(2)	123,0(5)	C(22)-C(23)-C(24)	121,3(5)		
C(26)-H(26)	0,9300	C(14)-C(1)-C(2)	121,1(5)	C(22)-C(23)-H(23)	119,4		
C(11)-C(16)	1,389(8)	N(1)-O(1)-H(1)	107(7)	C(24)-C(23)-H(23)	119,4		
C(11)-N(11)	1,398(7)	C(5)-O(3)-Hg	106,4(4)	C(22)-C(21)-C(26)	119,0(5)		
C(11)-C(12)	1,400(8)	O(4)-C(5)-O(3)	122,6(5)	C(22)-C(21)-N(13)	115,7(5)		
C(22)-C(23)	1,381(8)	O(4)-C(5)-C(6)	119,3(5)	C(26)-C(21)-N(13)	125,3(5)		
C(22)-C(21)	1,396(8)	O(3)-C(5)-C(6)	118,2(5)	C(13)-C(12)-C(11)	120,3(5)		
C(22)-H(22)	0,9300	C(5)-C(6)-H(6A)	109,5	C(13)-C(12)-H(12)	119,9		
N(13)-N(12)	1,277(6)	C(5)-C(6)-H(6B)	109,5	C(11)-C(12)-H(12)	119,9		
N(13)-C(21)	1,406(7)	H(6A)-C(6)-H(6B)	109,5	N(13)-N(12)-N(11)	110,1(5)		
C(15)-C(16)	1,389(8)	C(5)-C(6)-H(6C)	109,5	N(12)-N(11)-C(11)	117,2(5)		

Coordenadas atômicas (x104) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C5).

	x	y	z	U(eq)
Hg	6670(1)	1377(1)	3635(1)	50(1)
O(2)	2870(4)	528(5)	9675(3)	112(2)
O(6)	8262(3)	3405(3)	1734(3)	74(1)
C(25)	12219(4)	-3456(3)	5322(3)	53(1)
O(4)	4218(3)	2247(2)	5113(2)	56(1)
C(22)	11345(4)	-2028(3)	3421(3)	45(1)
C(2)	13269(6)	-2567(5)	1274(4)	77(1)
C(24)	13163(4)	-3703(3)	4351(3)	50(1)
O(1)	15890(4)	-4436(3)	1405(3)	86(1)
C(23)	12730(4)	-2996(3)	3372(3)	44(1)
C(12)	4448(4)	1567(3)	6086(3)	45(1)
N(1)	14984(4)	-4201(3)	2413(3)	63(1)
C(15)	5113(4)	69(4)	7987(4)	59(1)
N(13)	9004(3)	-742(3)	4333(3)	46(1)
N(2)	2566(5)	1227(4)	8853(4)	76(1)
C(1)	13742(4)	-3298(4)	2330(3)	52(1)
C(13)	3378(4)	1784(4)	6986(3)	52(1)
C(26)	10825(4)	-2497(3)	5358(3)	50(1)
N(12)	8150(3)	-592(3)	5229(3)	45(1)
C(21)	10392(4)	-1772(3)	4396(3)	43(1)
O(3)	1304(4)	2038(4)	8759(3)	104(1)
N(11)	6858(3)	381(3)	5155(3)	42(1)
O(5)	6538(5)	2298(5)	2068(4)	116(2)
C(4)	8083(5)	2437(4)	1754(3)	59(1)
C(14)	3721(4)	1027(4)	7922(3)	56(1)
C(16)	6162(4)	-158(4)	7078(3)	53(1)
C(11)	5855(4)	573(3)	6102(3)	43(1)
C(3)	2919(5)	3342(4)	5104(4)	69(1)
C(7)	11602(7)	4037(6)	1965(5)	86(2)
C(5)	9439(6)	1323(5)	1457(5)	91(2)
O(7)	12230(7)	3114(5)	2478(5)	154(2)
C(6)	10412(7)	5020(6)	2509(7)	112(2)
C(8)	12049(12)	4148(11)	778(8)	203(5)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C5). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg	48(1)	54(1)	47(1)	3(1)	2(1)	-15(1)
O(2)	79(2)	170(4)	61(2)	28(3)	18(2)	-15(3)
O(6)	63(2)	65(2)	83(2)	5(2)	17(2)	-14(2)
C(25)	57(2)	48(2)	47(2)	7(2)	-3(2)	-11(2)
O(4)	52(1)	48(2)	55(2)	8(1)	6(1)	-2(1)
C(22)	43(2)	46(2)	44(2)	2(2)	-5(1)	-13(2)
C(2)	80(3)	81(3)	48(3)	7(2)	13(2)	-2(2)
C(24)	43(2)	47(2)	51(2)	1(2)	2(2)	-5(2)
O(1)	82(2)	81(2)	66(2)	2(2)	34(2)	5(2)
C(23)	43(2)	43(2)	44(2)	-2(2)	1(1)	-13(2)
C(12)	44(2)	45(2)	47(2)	0(2)	-2(1)	-16(2)
N(1)	60(2)	61(2)	55(2)	-2(2)	16(2)	-4(2)
C(15)	52(2)	76(3)	48(2)	9(2)	-1(2)	-21(2)
N(13)	39(1)	46(2)	50(2)	-2(1)	-1(1)	-10(1)
N(2)	61(2)	108(3)	54(2)	-4(2)	11(2)	-22(2)
C(1)	50(2)	52(2)	50(2)	0(2)	4(2)	-14(2)
C(13)	43(2)	52(2)	55(2)	-7(2)	3(2)	-11(2)
C(26)	48(2)	53(2)	46(2)	2(2)	4(2)	-14(2)
N(12)	40(1)	44(2)	50(2)	-2(1)	0(1)	-14(1)
C(21)	40(2)	43(2)	47(2)	-3(2)	1(1)	-15(1)
O(3)	69(2)	126(3)	86(3)	6(2)	28(2)	3(2)
N(11)	38(1)	39(2)	45(2)	-1(1)	0(1)	-9(1)
O(5)	100(3)	150(4)	89(3)	35(3)	-4(2)	-35(3)
C(4)	55(2)	68(3)	42(2)	7(2)	8(2)	-9(2)
C(14)	49(2)	73(3)	46(2)	-5(2)	5(2)	-22(2)
C(16)	42(2)	58(2)	53(2)	4(2)	1(2)	-12(2)
C(11)	41(2)	43(2)	45(2)	-2(1)	-3(1)	-14(1)
C(3)	59(2)	53(2)	82(3)	9(2)	-2(2)	-2(2)
C(7)	86(3)	93(4)	76(4)	11(3)	-15(3)	-27(3)
C(5)	81(3)	77(3)	83(4)	4(3)	29(3)	8(3)
O(7)	183(5)	111(4)	116(4)	13(3)	-11(4)	18(4)
C(6)	90(4)	85(4)	154(7)	-16(4)	-18(4)	-17(3)
C(8)	167(9)	313(15)	98(7)	43(8)	21(6)	-50(9)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C5).

Hg-N(11)	2,099(3)	C(16)-C(11)	1,400(5)	O(4)-C(12)-C(13)	123,6(3)	C(16)-C(11)-C(12)	118,1(3)
Hg-O(5)	2,108(4)	C(16)-H(16)	0,9300	O(4)-C(12)-C(11)	115,3(3)	O(4)-C(3)-H(3A)	109,5
O(2)-N(2)	1,234(5)	C(3)-H(3A)	0,9600	C(13)-C(12)-C(11)	121,1(3)	O(4)-C(3)-H(3B)	109,5
O(6)-C(4)	1,203(5)	C(3)-H(3B)	0,9600	C(1)-N(1)-O(1)	112,8(3)	H(3A)-C(3)-H(3B)	109,5
C(25)-C(24)	1,381(5)	C(3)-H(3C)	0,9600	C(16)-C(15)-C(14)	119,0(4)	O(4)-C(3)-H(3C)	109,5
C(25)-C(26)	1,384(5)	C(7)-O(7)	1,202(7)	C(16)-C(15)-H(15)	120,5	H(3A)-C(3)-H(3C)	109,5
C(25)-H(25)	0,9300	C(7)-C(6)	1,438(8)	C(14)-C(15)-H(15)	120,5	H(3B)-C(3)-H(3C)	109,5
O(4)-C(12)	1,365(4)	C(7)-C(8)	1,461(10)	N(12)-N(13)-C(21)	112,9(3)	O(7)-C(7)-C(6)	120,5(6)
O(4)-C(3)	1,425(5)	C(5)-H(5A)	0,9600	O(3)-N(2)-O(2)	123,1(4)	O(7)-C(7)-C(8)	119,4(7)
C(22)-C(23)	1,384(5)	C(5)-H(5B)	0,9600	O(3)-N(2)-C(14)	118,6(4)	C(6)-C(7)-C(8)	120,2(7)
C(22)-C(21)	1,390(5)	C(5)-H(5C)	0,9600	O(2)-N(2)-C(14)	118,2(4)	C(4)-C(5)-H(5A)	109,5
C(22)-H(22)	0,9300	C(6)-H(6A)	0,9600	N(1)-C(1)-C(23)	115,5(3)	C(4)-C(5)-H(5B)	109,5
C(2)-C(1)	1,493(6)	C(6)-H(6B)	0,9600	N(1)-C(1)-C(2)	124,2(4)	H(5A)-C(5)-H(5B)	109,5
C(2)-H(2A)	0,9600	C(6)-H(6C)	0,9600	C(23)-C(1)-C(2)	120,3(3)	C(4)-C(5)-H(5C)	109,5
C(2)-H(2B)	0,9600	C(8)-H(8A)	0,9600	C(12)-C(13)-C(14)	118,7(3)	H(5A)-C(5)-H(5C)	109,5
C(2)-H(2C)	0,9600	C(8)-H(8B)	0,9600	C(12)-C(13)-H(13)	120,7	H(5B)-C(5)-H(5C)	109,5
C(24)-C(23)	1,399(5)	C(8)-H(8C)	0,9600	C(14)-C(13)-H(13)	120,7	C(7)-C(6)-H(6A)	109,5
C(24)-H(24)	0,9300			C(25)-C(26)-C(21)	118,8(3)	C(7)-C(6)-H(6B)	109,5
O(1)-N(1)	1,399(4)	N(11)-Hg-O(5)	177,19(15)	C(25)-C(26)-H(26)	120,6	H(6A)-C(6)-H(6B)	109,5
O(1)-H(1)	0,92(6)	C(24)-C(25)-C(26)	121,0(3)	C(21)-C(26)-H(26)	120,6	C(7)-C(6)-H(6C)	109,5
C(23)-C(1)	1,483(5)	C(24)-C(25)-H(25)	119,5	N(13)-N(12)-N(11)	112,0(3)	H(6A)-C(6)-H(6C)	109,5
C(12)-C(13)	1,378(5)	C(26)-C(25)-H(25)	119,5	C(22)-C(21)-C(26)	119,9(3)	H(6B)-C(6)-H(6C)	109,5
C(12)-C(11)	1,413(5)	C(12)-O(4)-C(3)	117,4(3)	C(22)-C(21)-N(13)	116,0(3)	C(7)-C(8)-H(8A)	109,5
N(1)-C(1)	1,269(5)	C(23)-C(22)-C(21)	121,7(3)	C(26)-C(21)-N(13)	124,1(3)	C(7)-C(8)-H(8B)	109,5
C(15)-C(16)	1,376(6)	C(23)-C(22)-H(22)	119,1	N(12)-N(11)-C(11)	114,6(3)	H(8A)-C(8)-H(8B)	109,5
C(15)-C(14)	1,386(6)	C(21)-C(22)-H(22)	119,1	N(12)-N(11)-Hg	115,3(2)	C(7)-C(8)-H(8C)	109,5
C(15)-H(15)	0,9300	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(11)-N(11)-Hg	130,1(2)	H(8A)-C(8)-H(8C)	109,5
N(13)-N(12)	1,266(4)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	C(4)-O(5)-Hg	109,3(3)	H(8B)-C(8)-H(8C)	109,5
N(13)-C(21)	1,428(4)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	O(6)-C(4)-O(5)	122,0(4)		
N(2)-O(3)	1,229(6)	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	O(6)-C(4)-C(5)	119,9(4)		
N(2)-C(14)	1,453(5)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	O(5)-C(4)-C(5)	118,1(5)		
C(13)-C(14)	1,381(6)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(13)-C(14)-C(15)	122,0(4)		
C(13)-H(13)	0,9300	C(25)-C(24)-C(23)	120,9(3)	C(13)-C(14)-N(2)	118,7(4)		
C(26)-C(21)	1,393(5)	C(25)-C(24)-H(24)	119,6	C(15)-C(14)-N(2)	119,3(4)		
C(26)-H(26)	0,9300	C(23)-C(24)-H(24)	119,6	C(15)-C(16)-C(11)	121,1(4)		
N(12)-N(11)	1,339(4)	N(1)-O(1)-H(1)	105(4)	C(15)-C(16)-H(16)	119,5		
N(11)-C(11)	1,386(5)	C(22)-C(23)-C(24)	117,7(3)	C(11)-C(16)-H(16)	119,5		
O(5)-C(4)	1,496(6)	C(22)-C(23)-C(1)	122,4(3)	N(11)-C(11)-C(16)	123,6(3)		
C(4)-C(5)	1,504(6)	C(24)-C(23)-C(1)	119,9(3)	N(11)-C(11)-C(12)	118,3(3)		

Coordenadas atômicas (x104) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{Å}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C6).

	x	y	z	U(eq)
Hg	7679(1)	2991(1)	-15(1)	41(1)
N(13)	8531(5)	4916(3)	573(2)	39(1)
N(12)	9231(4)	4354(4)	1113(2)	38(1)
N(11)	9006(5)	3303(3)	1011(2)	36(1)
C(22)	7695(5)	6659(4)	146(3)	34(1)
C(23)	7698(5)	7808(5)	158(3)	40(2)
C(12)	9390(8)	1524(5)	1580(4)	48(1)
C(21)	8665(5)	6063(4)	646(3)	34(1)
C(11)	9786(6)	2611(4)	1557(3)	36(1)
C(16)	10983(6)	2971(5)	2062(3)	46(1)
C(26)	9690(6)	6600(4)	1165(3)	41(1)
C(15)	11688(8)	2231(7)	2584(3)	64(2)
C(14)	11245(9)	1146(7)	2608(4)	69(2)
C(13)	10095(8)	794(5)	2098(3)	61(2)
F(1)	8248(5)	1156(3)	1071(2)	77(1)
N(1)	5728(5)	7898(4)	-831(3)	45(1)
C(1)	6657(5)	8457(4)	-371(3)	41(1)
C(24)	8736(6)	8321(5)	695(3)	44(1)
C(25)	9705(6)	7715(5)	1175(3)	47(1)
C(2)	6724(7)	9665(5)	-382(4)	61(2)
O(1)	4858(5)	8550(4)	-1353(3)	57(1)
O(3)	8232(6)	3113(4)	-2089(3)	68(1)
C(3)	7166(6)	3456(6)	-1672(3)	49(1)
C(4)	6597(10)	4606(6)	-1741(4)	77(2)
O(2)	6405(7)	2741(5)	-1062(3)	95(2)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{Å}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C6). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg	46(1)	43(1)	34(1)	-1(1)	-4(1)	0(1)
N(13)	44(2)	33(2)	39(2)	-4(2)	-1(2)	2(2)
N(12)	41(2)	37(2)	36(2)	-1(2)	-1(2)	3(2)
N(11)	43(2)	32(2)	33(2)	-1(2)	-2(2)	9(2)
C(22)	37(2)	31(2)	34(4)	-1(2)	2(2)	3(2)
C(23)	34(2)	42(3)	44(5)	-1(2)	4(2)	-5(2)
C(12)	54(3)	42(3)	48(3)	-3(3)	1(3)	10(3)
C(21)	37(2)	33(3)	33(2)	-1(2)	6(2)	4(2)
C(11)	42(2)	39(3)	27(2)	0(2)	3(2)	9(2)
C(16)	41(2)	59(4)	37(3)	-2(2)	-1(2)	7(2)
C(26)	40(2)	40(3)	42(3)	-1(2)	-1(2)	0(2)
C(15)	56(3)	97(6)	40(3)	10(3)	-9(3)	20(4)
C(14)	84(4)	74(5)	49(4)	15(3)	2(3)	32(4)
C(13)	82(4)	41(3)	59(4)	6(3)	4(3)	17(3)
F(1)	98(3)	37(2)	94(3)	-3(2)	-38(2)	-1(2)
N(1)	43(2)	42(3)	49(3)	10(2)	1(2)	-2(2)
C(1)	39(2)	32(3)	51(3)	2(2)	11(2)	3(2)
C(24)	50(3)	30(3)	52(3)	-11(2)	3(2)	-9(2)
C(25)	45(2)	51(4)	46(3)	-10(3)	-3(2)	-10(2)
C(2)	63(3)	39(3)	80(4)	3(3)	-15(3)	-4(3)
O(1)	49(2)	61(3)	62(3)	11(2)	-8(2)	7(2)
O(3)	64(3)	100(4)	39(2)	6(2)	2(2)	2(2)
C(3)	47(3)	61(4)	40(3)	6(3)	-13(2)	-10(3)
C(4)	98(5)	59(5)	73(5)	8(4)	-22(4)	-3(4)
O(2)	77(3)	132(5)	74(3)	2(4)	-12(3)	-20(3)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C6).

Hg-O(2)	2,091(5)	C(4)-H(4A)	0,9600	C(13)-C(14)-H(14)	120,8
Hg-N(11)	2,097(4)	C(4)-H(4B)	0,9600	C(15)-C(14)-H(14)	120,8
Hg-N(13)	2,656(4)	C(4)-H(4C)	0,9600	C(14)-C(13)-C(12)	119,9(6)
N(13)-N(12)	1,285(6)			C(14)-C(13)-H(13)	120,1
N(13)-C(21)	1,415(6)	O(2)-Hg-N(11)	177,35(19)	C(12)-C(13)-H(13)	120,1
N(12)-N(11)	1,311(6)	O(2)-Hg-N(13)	125,77(19)	C(1)-N(1)-O(1)	113,2(4)
N(11)-C(11)	1,414(6)	N(11)-Hg-N(13)	52,07(14)	N(1)-C(1)-C(2)	122,8(5)
C(22)-C(21)	1,382(6)	N(12)-N(13)-C(21)	115,7(4)	N(1)-C(1)-C(23)	115,7(5)
C(22)-C(23)	1,407(7)	N(12)-N(13)-Hg	85,1(3)	C(2)-C(1)-C(23)	121,4(5)
C(22)-H(22)	0,9300	C(21)-N(13)-Hg	159,2(3)	C(25)-C(24)-C(23)	120,6(5)
C(23)-C(24)	1,408(7)	N(13)-N(12)-N(11)	111,4(4)	C(25)-C(24)-H(24)	119,7
C(23)-C(1)	1,481(7)	N(12)-N(11)-C(11)	115,7(4)	C(23)-C(24)-H(24)	119,7
C(12)-C(11)	1,372(9)	N(12)-N(11)-Hg	111,4(3)	C(24)-C(25)-C(26)	122,0(5)
C(12)-F(1)	1,365(7)	C(11)-N(11)-Hg	132,6(3)	C(24)-C(25)-H(25)	119,0
C(12)-C(13)	1,385(8)	C(21)-C(22)-C(23)	121,2(4)	C(26)-C(25)-H(25)	119,0
C(21)-C(26)	1,394(6)	C(21)-C(22)-H(22)	119,4	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5
C(11)-C(16)	1,391(7)	C(23)-C(22)-H(22)	119,4	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5
C(16)-C(15)	1,396(8)	C(22)-C(23)-C(24)	117,2(5)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5
C(16)-H(16)	0,9300	C(22)-C(23)-C(1)	121,8(4)	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5
C(26)-C(25)	1,366(8)	C(24)-C(23)-C(1)	121,0(5)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5
C(26)-H(26)	0,9300	C(11)-C(12)-F(1)	118,2(5)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5
C(15)-C(14)	1,380(10)	C(11)-C(12)-C(13)	122,7(6)	N(1)-O(1)-H(1)	109,5
C(15)-H(15)	0,9300	F(1)-C(12)-C(13)	119,1(6)	O(3)-C(3)-C(4)	121,2(6)
C(14)-C(13)	1,365(10)	C(22)-C(21)-C(26)	120,1(5)	O(3)-C(3)-O(2)	120,9(6)
C(14)-H(14)	0,9300	C(22)-C(21)-N(13)	115,1(4)	C(4)-C(3)-O(2)	118,0(6)
C(13)-H(13)	0,9300	C(26)-C(21)-N(13)	124,9(4)	C(3)-C(4)-H(4A)	109,5
N(1)-C(1)	1,297(7)	C(12)-C(11)-C(16)	117,7(5)	C(3)-C(4)-H(4B)	109,5
N(1)-O(1)	1,396(6)	C(12)-C(11)-N(11)	119,1(5)	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5
C(1)-C(2)	1,481(7)	C(16)-C(11)-N(11)	123,1(5)	C(3)-C(4)-H(4C)	109,5
C(24)-C(25)	1,367(8)	C(11)-C(16)-C(15)	119,3(6)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5
C(24)-H(24)	0,9300	C(11)-C(16)-H(16)	120,4	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5
C(25)-H(25)	0,9300	C(15)-C(16)-H(16)	120,4	C(3)-O(2)-Hg	106,2(3)
C(2)-H(2A)	0,9600	C(25)-C(26)-C(21)	119,0(5)		
C(2)-H(2B)	0,9600	C(25)-C(26)-H(26)	120,5		
C(2)-H(2C)	0,9600	C(21)-C(26)-H(26)	120,5		
O(1)-H(1)	0,8200	C(14)-C(15)-C(16)	121,9(6)		
O(3)-C(3)	1,214(8)	C(14)-C(15)-H(15)	119,0		
C(3)-C(4)	1,491(10)	C(16)-C(15)-H(15)	119,0		
C(3)-O(2)	1,496(8)	C(13)-C(14)-C(15)	118,4(6)		

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C7).

	x	y	z	U(eq)
O(1)	13837(5)	2774(4)	-820(2)	101(2)
C(3)	6088(6)	11843(6)	-2418(3)	77(1)
O(2)	6275(8)	11637(6)	-3010(2)	165(3)
C(4)	5147(8)	12897(7)	-2303(4)	106(2)
C(2)	14833(6)	2423(5)	398(3)	75(2)
O(3)	9021(7)	8061(6)	2190(3)	126(2)
C(5)	8760(6)	9525(5)	2246(3)	72(1)
C(6)	7640(8)	10105(8)	1684(5)	138(3)
O(4)	9435(5)	10190(4)	2705(2)	100(1)
Hg	9706(1)	7635(1)	1255(1)	51(1)
N(12)	9739(3)	7880(3)	-254(2)	47(1)
C(11)	11235(4)	6200(3)	172(2)	44(1)
C(21)	8263(4)	9475(4)	-685(2)	44(1)
N(11)	10332(3)	7167(3)	306(2)	46(1)
C(22)	8488(5)	9360(4)	-1378(2)	57(1)
N(13)	8914(3)	8715(3)	-94(2)	48(1)
C(24)	6843(4)	11052(4)	-1804(2)	53(1)
C(12)	11465(4)	5961(4)	-514(2)	53(1)
C(16)	11921(4)	5444(4)	741(2)	54(1)
C(26)	7338(5)	10403(4)	-563(2)	59(1)
C(14)	13023(4)	4209(4)	-52(2)	48(1)
C(25)	6621(4)	11177(4)	-1115(2)	59(1)
C(13)	12336(4)	4981(4)	-617(2)	53(1)
C(1)	13900(5)	3123(5)	-204(3)	61(1)
C(15)	12821(4)	4472(4)	634(2)	54(1)
C(23)	7785(5)	10139(5)	-1921(2)	62(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C7). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O(1)	117(4)	119(3)	63(2)	-24(2)	10(2)	60(3)
C(3)	90(4)	77(3)	59(3)	15(2)	4(3)	15(3)
O(2)	269(8)	166(5)	55(2)	27(3)	22(3)	122(6)
C(4)	101(5)	131(5)	85(4)	45(4)	18(4)	53(4)
C(2)	67(3)	78(3)	75(3)	-8(2)	4(3)	25(2)
O(3)	170(5)	123(4)	104(3)	-2(3)	69(4)	10(4)
C(5)	92(4)	69(3)	66(3)	-13(2)	42(3)	-2(3)
C(6)	140(7)	105(5)	159(7)	-30(5)	14(6)	55(5)
O(4)	134(4)	96(3)	78(2)	-37(2)	40(3)	-20(3)
Hg	61(1)	48(1)	47(1)	-2(1)	17(1)	5(1)
N(12)	50(2)	45(2)	48(2)	2(1)	12(1)	5(1)
C(11)	45(2)	43(2)	45(2)	-2(1)	10(2)	4(1)
C(21)	48(2)	44(2)	42(2)	0(1)	10(2)	4(2)
N(11)	53(2)	45(2)	43(2)	3(1)	13(1)	11(1)
C(22)	67(3)	59(2)	48(2)	-2(2)	19(2)	16(2)
N(13)	54(2)	46(2)	45(2)	2(1)	14(1)	9(1)
C(24)	55(2)	51(2)	51(2)	5(2)	6(2)	1(2)
C(12)	61(2)	53(2)	43(2)	6(2)	12(2)	12(2)
C(16)	65(3)	58(2)	38(2)	-1(2)	12(2)	17(2)
C(26)	67(3)	65(2)	49(2)	8(2)	21(2)	21(2)
C(14)	43(2)	51(2)	50(2)	-8(2)	8(2)	6(2)
C(25)	56(2)	63(2)	61(2)	12(2)	22(2)	22(2)
C(13)	59(2)	61(2)	42(2)	-4(2)	14(2)	9(2)
C(1)	54(2)	62(2)	64(3)	-14(2)	8(2)	10(2)
C(15)	57(2)	58(2)	43(2)	0(2)	5(2)	15(2)
C(23)	76(3)	67(3)	44(2)	1(2)	15(2)	10(2)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C7).

O(1)-C(1)	1,215(6)	C(25)-H(25)	0,9300	N(12)-N(11)-Hg	113,9(2)
C(3)-O(2)	1,202(7)	C(13)-H(13)	0,9300	C(11)-N(11)-Hg	130,3(2)
C(3)-C(4)	1,477(9)	C(15)-H(15)	0,9300	C(23)-C(22)-C(21)	120,2(4)
C(3)-C(24)	1,486(6)	C(23)-H(23)	0,9300	C(23)-C(22)-H(22)	119,9
C(4)-H(4A)	0,9600			C(21)-C(22)-H(22)	119,9
C(4)-H(4B)	0,9600	O(2)-C(3)-C(4)	120,0(5)	N(12)-N(13)-C(21)	112,9(3)
C(4)-H(4C)	0,9600	O(2)-C(3)-C(24)	119,2(5)	N(12)-N(13)-Hg	83,5(2)
C(2)-C(1)	1,498(7)	C(4)-C(3)-C(24)	120,7(5)	C(21)-N(13)-Hg	163,6(2)
C(2)-H(2A)	0,9600	C(3)-C(4)-H(4A)	109,5	C(23)-C(24)-C(25)	118,3(4)
C(2)-H(2B)	0,9600	C(3)-C(4)-H(4B)	109,5	C(23)-C(24)-C(3)	119,2(4)
C(2)-H(2C)	0,9600	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5	C(25)-C(24)-C(3)	122,5(4)
O(3)-C(5)	1,513(7)	C(3)-C(4)-H(4C)	109,5	C(13)-C(12)-C(11)	120,1(4)
O(3)-Hg	2,092(5)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5	C(13)-C(12)-H(12)	120,0
C(5)-O(4)	1,195(6)	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5	C(11)-C(12)-H(12)	120,0
C(5)-C(6)	1,500(9)	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(15)-C(16)-C(11)	120,7(4)
C(6)-H(6A)	0,9600	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	C(15)-C(16)-H(16)	119,7
C(6)-H(6B)	0,9600	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	C(11)-C(16)-H(16)	119,7
C(6)-H(6C)	0,9600	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	C(21)-C(26)-C(25)	121,2(4)
Hg-N(11)	2,095(3)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	C(21)-C(26)-H(26)	119,4
Hg-N(13)	2,749(3)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(25)-C(26)-H(26)	119,4
N(12)-N(13)	1,269(4)	C(5)-O(3)-Hg	110,9(3)	C(13)-C(14)-C(15)	118,1(3)
N(12)-N(11)	1,321(4)	O(4)-C(5)-C(6)	121,8(6)	C(13)-C(14)-C(1)	119,1(4)
C(11)-C(16)	1,386(5)	O(4)-C(5)-O(3)	121,5(6)	C(15)-C(14)-C(1)	122,8(4)
C(11)-C(12)	1,398(5)	C(6)-C(5)-O(3)	116,7(5)	C(26)-C(25)-C(24)	120,3(4)
C(11)-N(11)	1,399(5)	C(5)-C(6)-H(6A)	109,5	C(26)-C(25)-H(25)	119,9
C(21)-C(26)	1,380(5)	C(5)-C(6)-H(6B)	109,5	C(24)-C(25)-H(25)	119,9
C(21)-C(22)	1,393(5)	H(6A)-C(6)-H(6B)	109,5	C(12)-C(13)-C(14)	121,7(4)
C(21)-N(13)	1,406(4)	C(5)-C(6)-H(6C)	109,5	C(12)-C(13)-H(13)	119,1
C(22)-C(23)	1,372(6)	H(6A)-C(6)-H(6C)	109,5	C(14)-C(13)-H(13)	119,1
C(22)-H(22)	0,9300	H(6B)-C(6)-H(6C)	109,5	O(1)-C(1)-C(14)	119,8(4)
C(24)-C(23)	1,379(6)	O(3)-Hg-N(11)	177,99(19)	O(1)-C(1)-C(2)	119,7(4)
C(24)-C(25)	1,386(6)	O(3)-Hg-N(13)	129,20(18)	C(14)-C(1)-C(2)	120,4(4)
C(12)-C(13)	1,369(5)	N(11)-Hg-N(13)	50,50(10)	C(16)-C(15)-C(14)	120,5(4)
C(12)-H(12)	0,9300	N(13)-N(12)-N(11)	112,1(3)	C(16)-C(15)-H(15)	119,7
C(16)-C(15)	1,385(5)	C(16)-C(11)-C(12)	118,8(3)	C(14)-C(15)-H(15)	119,7
C(16)-H(16)	0,9300	C(16)-C(11)-N(11)	118,6(3)	C(22)-C(23)-C(24)	121,8(4)
C(26)-C(25)	1,385(5)	C(12)-C(11)-N(11)	122,6(3)	C(22)-C(23)-H(23)	119,1
C(26)-H(26)	0,9300	C(26)-C(21)-C(22)	118,3(4)	C(24)-C(23)-H(23)	119,1
C(14)-C(13)	1,389(5)	C(26)-C(21)-N(13)	117,0(3)		
C(14)-C(15)	1,393(5)	C(22)-C(21)-N(13)	124,8(3)		
C(14)-C(1)	1,480(5)	N(12)-N(11)-C(11)	115,8(3)		

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{Å}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C8).

	x	y	z	U(eq)
Hg	257(1)	7020(1)	2693(1)	53(1)
P	-1190(1)	6858(1)	1270(1)	42(1)
N(12)	2289(2)	8940(2)	3748(2)	52(1)
C(3)	6502(3)	11267(2)	1683(2)	66(1)
C(7)	-4789(3)	2997(3)	5189(2)	70(1)
C(5B)	-3511(3)	8406(2)	1281(2)	71(1)
C(35)	2658(3)	4072(2)	3083(2)	63(1)
C(3B)	-3670(3)	7338(3)	2467(2)	80(1)
C(8)	-4749(3)	2093(2)	5691(2)	75(1)
C(2A)	-1283(3)	4862(2)	669(2)	66(1)
C(5A)	-3794(3)	3888(2)	134(2)	75(1)
N(23)	-923(2)	5399(2)	3589(1)	50(1)
C(5C)	942(3)	9254(2)	116(2)	72(1)
O(3)	4749(3)	4595(3)	1618(3)	150(2)
C(4C)	625(3)	8838(3)	-785(2)	73(1)
C(2B)	-2830(3)	6974(3)	2222(2)	69(1)
C(4B)	-3980(3)	8058(3)	2007(2)	74(1)
O(2)	6520(2)	11054(2)	898(2)	86(1)
O(1)	265(2)	10446(2)	7353(2)	97(1)
C(6)	4230(4)	3099(3)	2366(3)	104(1)
C(32)	2239(2)	5716(2)	2301(2)	58(1)
N(11)	1268(2)	8285(2)	3913(1)	50(1)
C(2)	-1649(3)	8995(3)	6929(2)	80(1)
C(14)	79(3)	9207(2)	6116(2)	55(1)
N(22)	-135(2)	4989(2)	3485(1)	51(1)
C(45)	-2744(2)	3325(2)	4826(2)	55(1)
C(1B)	-2335(2)	7321(2)	1497(2)	47(1)
C(1A)	-1968(2)	5463(2)	761(2)	45(1)
C(23)	4450(2)	9791(2)	1468(2)	56(1)
N(13)	2408(2)	8615(2)	2962(2)	51(1)
N(21)	662(2)	5585(2)	3056(1)	49(1)
C(4)	7564(4)	12186(3)	2308(3)	105(1)
O(4)	-5696(3)	3205(3)	5078(2)	124(1)
C(36)	1785(3)	4399(2)	3304(2)	60(1)
C(1C)	-488(2)	7618(2)	444(2)	45(1)
C(24)	5442(3)	10616(2)	2052(2)	54(1)
C(34)	3301(2)	4522(2)	2451(2)	57(1)
C(13)	-639(3)	8292(2)	5497(2)	63(1)
C(42)	-2753(3)	5123(2)	4081(2)	66(1)
C(1)	-378(3)	9612(2)	6845(2)	64(1)
C(6C)	394(2)	8655(2)	739(2)	59(1)
C(44)	-3727(2)	3621(2)	4825(2)	55(1)
C(11)	943(2)	8598(2)	4690(2)	49(1)
C(41)	-1799(2)	4787(2)	4031(2)	51(1)
C(46)	-1797(2)	3890(2)	4434(2)	55(1)
C(6A)	-3232(2)	4965(2)	492(2)	61(1)
C(22)	3475(2)	9138(2)	1789(2)	54(1)
C(12)	-212(3)	7982(2)	4794(2)	63(1)
C(6B)	-2675(2)	8040(2)	1019(2)	59(1)
C(2C)	-803(3)	7202(2)	-473(2)	64(1)
C(4A)	-3110(3)	3316(2)	35(2)	72(1)
C(3C)	-241(3)	7821(3)	-1078(2)	81(1)
C(3A)	-1862(3)	3792(2)	295(2)	75(1)
C(43)	-3698(3)	4542(3)	4458(2)	70(1)
C(15)	1250(3)	9797(2)	6023(2)	68(1)
C(16)	1689(3)	9504(2)	5334(2)	65(1)
C(31)	1539(2)	5212(2)	2898(2)	47(1)
C(33)	3095(3)	5367(2)	2082(2)	65(1)
C(5)	4149(3)	4115(3)	2113(3)	78(1)
C(21)	3452(2)	9303(2)	2704(2)	50(1)
C(26)	4444(3)	10136(2)	3292(2)	65(1)
C(25)	5426(3)	10774(2)	2964(2)	66(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C8). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2[h^2a^*2U^{11} + \dots + 2hk a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
Hg	50(1)	54(1)	53(1)	7(1)	10(1)	20(1)
P	38(1)	41(1)	50(1)	6(1)	13(1)	16(1)
N(12)	52(1)	51(1)	55(1)	6(1)	15(1)	21(1)
C(3)	74(2)	56(2)	72(2)	12(2)	32(2)	22(2)
C(7)	69(2)	73(2)	73(2)	21(2)	27(2)	27(2)
C(5B)	63(2)	56(2)	103(2)	12(2)	18(2)	35(2)
C(35)	72(2)	56(2)	71(2)	15(1)	22(2)	33(2)
C(3B)	81(2)	93(2)	88(2)	15(2)	44(2)	45(2)
C(8)	80(2)	68(2)	82(2)	25(2)	36(2)	23(2)
C(2A)	56(2)	61(2)	84(2)	-2(2)	10(2)	31(2)
C(5A)	59(2)	52(2)	100(2)	-12(2)	26(2)	5(2)
N(23)	54(1)	45(1)	52(1)	8(1)	19(1)	19(1)
C(5C)	65(2)	62(2)	78(2)	23(2)	23(2)	9(2)
O(3)	158(3)	166(3)	223(4)	103(3)	147(3)	112(3)
C(4C)	69(2)	92(2)	69(2)	36(2)	30(2)	32(2)
C(2B)	77(2)	81(2)	73(2)	24(2)	36(2)	49(2)
C(4B)	61(2)	74(2)	95(2)	-4(2)	24(2)	36(2)
O(2)	100(2)	79(2)	76(2)	7(1)	47(1)	18(1)
O(1)	101(2)	94(2)	76(2)	-25(1)	29(1)	19(2)
C(6)	102(3)	90(3)	145(4)	16(3)	50(3)	56(2)
C(32)	56(2)	56(2)	66(2)	19(1)	21(1)	24(1)
N(11)	48(1)	46(1)	55(1)	8(1)	16(1)	18(1)
C(2)	96(3)	66(2)	90(2)	12(2)	49(2)	33(2)
C(14)	66(2)	51(2)	50(1)	8(1)	15(1)	24(1)
N(22)	53(1)	49(1)	49(1)	4(1)	14(1)	17(1)
C(45)	62(2)	53(2)	51(1)	12(1)	14(1)	24(1)
C(1B)	43(1)	39(1)	59(1)	1(1)	12(1)	17(1)
C(1A)	46(1)	41(1)	51(1)	8(1)	15(1)	19(1)
C(23)	59(2)	63(2)	54(1)	5(1)	21(1)	30(1)
N(13)	46(1)	49(1)	58(1)	4(1)	16(1)	17(1)
N(21)	49(1)	48(1)	52(1)	8(1)	15(1)	18(1)
C(4)	92(3)	97(3)	92(3)	-1(2)	45(2)	-7(2)
O(4)	89(2)	136(2)	200(3)	97(2)	84(2)	66(2)
C(36)	74(2)	56(2)	59(2)	17(1)	27(1)	28(2)
C(1C)	38(1)	49(1)	51(1)	8(1)	11(1)	21(1)
C(24)	59(2)	47(2)	61(2)	9(1)	21(1)	23(1)
C(34)	48(2)	57(2)	66(2)	4(1)	14(1)	19(1)
C(13)	62(2)	51(2)	72(2)	4(1)	32(2)	12(1)
C(42)	68(2)	61(2)	84(2)	30(2)	32(2)	34(2)
C(1)	84(2)	59(2)	55(2)	10(1)	20(2)	33(2)
C(6C)	59(2)	56(2)	56(2)	6(1)	19(1)	13(1)
C(44)	58(2)	58(2)	53(1)	12(1)	17(1)	23(1)
C(11)	54(2)	44(1)	52(1)	9(1)	14(1)	20(1)
C(41)	53(2)	50(1)	50(1)	6(1)	14(1)	21(1)
C(46)	55(2)	59(2)	53(1)	9(1)	13(1)	27(1)
C(6A)	48(2)	50(2)	85(2)	-5(1)	21(1)	16(1)
C(22)	48(2)	57(2)	57(2)	-4(1)	12(1)	21(1)
C(12)	65(2)	46(2)	68(2)	-4(1)	24(1)	9(1)
C(6B)	51(2)	53(2)	79(2)	13(1)	20(1)	23(1)
C(2C)	63(2)	62(2)	55(2)	4(1)	9(1)	15(1)
C(4A)	91(2)	38(2)	81(2)	4(1)	29(2)	14(2)
C(3C)	94(2)	97(3)	49(2)	14(2)	19(2)	33(2)
C(3A)	95(3)	59(2)	85(2)	3(2)	16(2)	50(2)
C(43)	68(2)	74(2)	86(2)	29(2)	32(2)	39(2)
C(15)	64(2)	68(2)	55(2)	-7(1)	12(1)	11(2)
C(16)	51(2)	66(2)	63(2)	-1(1)	17(1)	7(1)
C(31)	46(1)	45(1)	44(1)	2(1)	8(1)	15(1)
C(33)	56(2)	71(2)	75(2)	24(2)	28(1)	26(2)
C(5)	64(2)	80(2)	99(2)	13(2)	33(2)	32(2)
C(21)	47(1)	47(1)	58(1)	5(1)	14(1)	21(1)
C(26)	66(2)	64(2)	53(2)	-1(1)	20(1)	12(2)
C(25)	61(2)	57(2)	63(2)	-2(1)	17(1)	6(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C8).

Hg-N(11)	2,233(2)	C(4C)-C(3C)	1,362(5)	C(24)-C(25)	1,388(4)	N(21)-Hg-N(13)	105,48(7)
Hg-N(21)	2,246(2)	C(4C)-H(4C)	0,9300	C(34)-C(33)	1,383(4)	P-Hg-N(13)	115,36(5)
Hg-P	2,4146(6)	C(2B)-C(1B)	1,374(4)	C(34)-C(5)	1,492(4)	C(1B)-P-C(1C)	108,12(11)
Hg-N(13)	2,618(2)	C(2B)-H(2B)	0,9300	C(13)-C(12)	1,383(4)	C(1B)-P-C(1A)	107,94(11)
P-C(1B)	1,803(2)	C(4B)-H(4B)	0,9300	C(13)-H(13)	0,9300	C(1C)-P-C(1A)	108,14(11)
P-C(1C)	1,804(2)	O(1)-C(1)	1,213(4)	C(42)-C(43)	1,376(4)	C(1B)-P-Hg	109,19(8)
P-C(1A)	1,807(2)	C(6)-C(5)	1,483(5)	C(42)-C(41)	1,403(4)	C(1C)-P-Hg	113,58(8)
N(12)-N(13)	1,298(3)	C(6)-H(6A)	0,9600	C(42)-H(42)	0,9300	C(1A)-P-Hg	109,70(8)
N(12)-N(11)	1,305(3)	C(6)-H(6B)	0,9600	C(6C)-H(6C)	0,9300	N(13)-N(12)-N(11)	110,7(2)
C(3)-O(2)	1,212(3)	C(6)-H(6C)	0,9600	C(44)-C(43)	1,384(4)	O(2)-C(3)-C(24)	120,8(3)
C(3)-C(24)	1,493(4)	C(32)-C(33)	1,376(4)	C(11)-C(12)	1,379(4)	O(2)-C(3)-C(4)	120,2(3)
C(3)-C(4)	1,505(5)	C(32)-C(31)	1,393(4)	C(11)-C(16)	1,396(4)	C(24)-C(3)-C(4)	119,0(3)
C(7)-O(4)	1,213(4)	C(32)-H(32)	0,9300	C(41)-C(46)	1,390(4)	O(4)-C(7)-C(44)	121,2(3)
C(7)-C(44)	1,480(4)	N(11)-C(11)	1,403(3)	C(46)-H(46)	0,9300	O(4)-C(7)-C(8)	119,4(3)
C(7)-C(8)	1,486(4)	C(2)-C(1)	1,485(4)	C(6A)-H(6A)	0,9300	C(44)-C(7)-C(8)	119,4(3)
C(5B)-C(4B)	1,361(5)	C(2)-H(2C)	0,9600	C(22)-C(21)	1,394(3)	C(4B)-C(5B)-C(6B)	120,1(3)
C(5B)-C(6B)	1,396(4)	C(2)-H(2D)	0,9600	C(22)-H(22)	0,9300	C(4B)-C(5B)-H(5B)	120,0
C(5B)-H(5B)	0,9300	C(2)-H(2E)	0,9600	C(12)-H(12)	0,9300	C(6B)-C(5B)-H(5B)	120,0
C(35)-C(34)	1,378(4)	C(14)-C(13)	1,379(4)	C(6B)-H(6B)	0,9300	C(34)-C(35)-C(36)	121,9(3)
C(35)-C(36)	1,379(4)	C(14)-C(15)	1,382(4)	C(2C)-C(3C)	1,383(4)	C(34)-C(35)-H(35)	119,1
C(35)-H(35)	0,9300	C(14)-C(1)	1,494(4)	C(2C)-H(2C)	0,9300	C(36)-C(35)-H(35)	119,1
C(3B)-C(4B)	1,348(5)	N(22)-N(21)	1,316(3)	C(4A)-C(3A)	1,359(4)	C(4B)-C(3B)-C(2B)	119,8(3)
C(3B)-C(2B)	1,387(4)	C(45)-C(46)	1,384(4)	C(4A)-H(4A)	0,9300	C(4B)-C(3B)-H(3B)	120,1
C(3B)-H(3B)	0,9300	C(45)-C(44)	1,390(4)	C(3C)-H(3C)	0,9300	C(2B)-C(3B)-H(3B)	120,1
C(8)-H(8A)	0,9600	C(45)-H(45)	0,9300	C(3A)-H(3A)	0,9300	C(7)-C(8)-H(8A)	109,5
C(8)-H(8B)	0,9600	C(1B)-C(6B)	1,376(4)	C(43)-H(43)	0,9300	C(7)-C(8)-H(8B)	109,5
C(8)-H(8C)	0,9600	C(1A)-C(6A)	1,377(3)	C(15)-C(16)	1,365(4)	H(8A)-C(8)-H(8B)	109,5
C(2A)-C(3A)	1,380(4)	C(23)-C(22)	1,380(4)	C(15)-H(15)	0,9300	C(7)-C(8)-H(8C)	109,5
C(2A)-C(1A)	1,383(3)	C(23)-C(24)	1,385(4)	C(16)-H(16)	0,9300	H(8A)-C(8)-H(8C)	109,5
C(2A)-H(2A)	0,9300	C(23)-H(23)	0,9300	C(33)-H(33)	0,9300	H(8B)-C(8)-H(8C)	109,5
C(5A)-C(4A)	1,352(4)	N(13)-C(21)	1,405(3)	C(21)-C(26)	1,392(4)	C(3A)-C(2A)-C(1A)	120,2(3)
C(5A)-C(6A)	1,381(4)	N(21)-C(31)	1,391(3)	C(26)-C(25)	1,385(4)	C(3A)-C(2A)-H(2A)	119,9
C(5A)-H(5A)	0,9300	C(4)-H(4A)	0,9600	C(26)-H(26)	0,9300	C(1A)-C(2A)-H(2A)	119,9
N(23)-N(22)	1,301(3)	C(4)-H(4D)	0,9600	C(25)-H(25)	0,9300	C(4A)-C(5A)-C(6A)	120,4(3)
N(23)-C(41)	1,395(3)	C(4)-H(4E)	0,9600			C(4A)-C(5A)-H(5A)	119,8
C(5C)-C(4C)	1,362(4)	C(36)-C(31)	1,386(4)	N(11)-Hg-N(21)	105,50(7)	C(6A)-C(5A)-H(5A)	119,8
C(5C)-C(6C)	1,385(4)	C(36)-H(36)	0,9300	N(11)-Hg-P	135,07(5)	N(22)-N(23)-C(41)	113,7(2)
C(5C)-H(5C)	0,9300	C(1C)-C(2C)	1,384(3)	N(21)-Hg-P	119,14(5)	C(4C)-C(5C)-C(6C)	120,8(3)
O(3)-C(5)	1,195(4)	C(1C)-C(6C)	1,387(3)	N(11)-Hg-N(13)	51,65(7)	C(4C)-C(5C)-H(5C)	119,6

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C8).

C(6C)-C(5C)-H(5C)	119,6	C(6A)-C(1A)-P	121,86(18)	C(5C)-C(6C)-H(6C)	120,1	C(42)-C(43)-H(43)	119,4
C(5C)-C(4C)-C(3C)	119,7(3)	C(2A)-C(1A)-P	119,4(2)	C(1C)-C(6C)-H(6C)	120,1	C(44)-C(43)-H(43)	119,4
C(5C)-C(4C)-H(4C)	120,1	C(22)-C(23)-C(24)	120,7(3)	C(43)-C(44)-C(45)	117,6(3)	C(16)-C(15)-C(14)	121,8(3)
C(3C)-C(4C)-H(4C)	120,1	C(22)-C(23)-H(23)	119,7	C(43)-C(44)-C(7)	119,3(3)	C(16)-C(15)-H(15)	119,1
C(1B)-C(2B)-C(3B)	120,5(3)	C(24)-C(23)-H(23)	119,7	C(45)-C(44)-C(7)	123,1(3)	C(14)-C(15)-H(15)	119,1
C(1B)-C(2B)-H(2B)	119,7	N(12)-N(13)-C(21)	114,7(2)	C(12)-C(11)-C(16)	118,6(2)	C(15)-C(16)-C(11)	120,1(3)
C(3B)-C(2B)-H(2B)	119,7	N(12)-N(13)-Hg	89,60(14)	C(12)-C(11)-N(11)	117,0(2)	C(15)-C(16)-H(16)	120,0
C(3B)-C(4B)-C(5B)	120,8(3)	C(21)-N(13)-Hg	155,12(17)	C(16)-C(11)-N(11)	124,4(2)	C(11)-C(16)-H(16)	120,0
C(3B)-C(4B)-H(4B)	119,6	N(22)-N(21)-C(31)	116,3(2)	C(46)-C(41)-N(23)	125,7(2)	C(36)-C(31)-N(21)	125,0(2)
C(5B)-C(4B)-H(4B)	119,6	N(22)-N(21)-Hg	110,53(15)	C(46)-C(41)-C(42)	117,6(2)	C(36)-C(31)-C(32)	118,0(2)
C(5)-C(6)-H(6A)	109,5	C(31)-N(21)-Hg	133,19(16)	N(23)-C(41)-C(42)	116,7(2)	N(21)-C(31)-C(32)	117,0(2)
C(5)-C(6)-H(6B)	109,5	C(3)-C(4)-H(4A)	109,5	C(45)-C(46)-C(41)	120,4(2)	C(32)-C(33)-C(34)	121,6(3)
H(6A)-C(6)-H(6B)	109,5	C(3)-C(4)-H(4D)	109,5	C(45)-C(46)-H(46)	119,8	C(32)-C(33)-H(33)	119,2
C(5)-C(6)-H(6C)	109,5	H(4A)-C(4)-H(4D)	109,5	C(41)-C(46)-H(46)	119,8	C(34)-C(33)-H(33)	119,2
H(6A)-C(6)-H(6C)	109,5	C(3)-C(4)-H(4E)	109,5	C(1A)-C(6A)-C(5A)	120,2(3)	O(3)-C(5)-C(6)	119,4(3)
H(6B)-C(6)-H(6C)	109,5	H(4A)-C(4)-H(4E)	109,5	C(1A)-C(6A)-H(6A)	119,9	O(3)-C(5)-C(34)	120,2(3)
C(33)-C(32)-C(31)	120,5(3)	H(4D)-C(4)-H(4E)	109,5	C(5A)-C(6A)-H(6A)	119,9	C(6)-C(5)-C(34)	120,4(3)
C(33)-C(32)-H(32)	119,7	C(35)-C(36)-C(31)	120,4(3)	C(23)-C(22)-C(21)	121,0(2)	C(26)-C(21)-C(22)	118,5(2)
C(31)-C(32)-H(32)	119,7	C(35)-C(36)-H(36)	119,8	C(23)-C(22)-H(22)	119,5	C(26)-C(21)-N(13)	124,6(2)
N(12)-N(11)-C(11)	117,2(2)	C(31)-C(36)-H(36)	119,8	C(21)-C(22)-H(22)	119,5	C(22)-C(21)-N(13)	116,9(2)
N(12)-N(11)-Hg	107,96(15)	C(2C)-C(1C)-C(6C)	119,1(2)	C(11)-C(12)-C(13)	120,3(3)	C(25)-C(26)-C(21)	119,9(3)
C(11)-N(11)-Hg	133,77(16)	C(2C)-C(1C)-P	122,2(2)	C(11)-C(12)-H(12)	119,8	C(25)-C(26)-H(26)	120,0
C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	C(6C)-C(1C)-P	118,76(19)	C(13)-C(12)-H(12)	119,8	C(21)-C(26)-H(26)	120,0
C(1)-C(2)-H(2D)	109,5	C(23)-C(24)-C(25)	118,3(2)	C(1B)-C(6B)-C(5B)	119,5(3)	C(26)-C(25)-C(24)	121,5(3)
H(2C)-C(2)-H(2D)	109,5	C(23)-C(24)-C(3)	118,8(3)	C(1B)-C(6B)-H(6B)	120,3	C(26)-C(25)-H(25)	119,2
C(1)-C(2)-H(2E)	109,5	C(25)-C(24)-C(3)	122,8(3)	C(5B)-C(6B)-H(6B)	120,3	C(24)-C(25)-H(25)	119,2
H(2C)-C(2)-H(2E)	109,5	C(35)-C(34)-C(33)	117,4(3)	C(3C)-C(2C)-C(1C)	119,8(3)		
H(2D)-C(2)-H(2E)	109,5	C(35)-C(34)-C(5)	123,9(3)	C(3C)-C(2C)-H(2C)	120,1		
C(13)-C(14)-C(15)	117,9(2)	C(33)-C(34)-C(5)	118,7(3)	C(1C)-C(2C)-H(2C)	120,1		
C(13)-C(14)-C(1)	122,9(3)	C(14)-C(13)-C(12)	121,2(3)	C(5A)-C(4A)-C(3A)	120,3(3)		
C(15)-C(14)-C(1)	119,1(3)	C(14)-C(13)-H(13)	119,4	C(5A)-C(4A)-H(4A)	119,8		
N(23)-N(22)-N(21)	111,5(2)	C(12)-C(13)-H(13)	119,4	C(3A)-C(4A)-H(4A)	119,8		
C(46)-C(45)-C(44)	121,8(2)	C(43)-C(42)-C(41)	121,2(3)	C(4C)-C(3C)-C(2C)	120,9(3)		
C(46)-C(45)-H(45)	119,1	C(43)-C(42)-H(42)	119,4	C(4C)-C(3C)-H(3C)	119,6		
C(44)-C(45)-H(45)	119,1	C(41)-C(42)-H(42)	119,4	C(2C)-C(3C)-H(3C)	119,6		
C(2B)-C(1B)-C(6B)	119,3(2)	O(1)-C(1)-C(2)	119,9(3)	C(4A)-C(3A)-C(2A)	120,1(3)		
C(2B)-C(1B)-P	117,2(2)	O(1)-C(1)-C(14)	121,0(3)	C(4A)-C(3A)-H(3A)	119,9		
C(6B)-C(1B)-P	123,4(2)	C(2)-C(1)-C(14)	119,1(3)	C(2A)-C(3A)-H(3A)	119,9		
C(6A)-C(1A)-C(2A)	118,7(2)	C(5C)-C(6C)-C(1C)	119,7(3)	C(42)-C(43)-C(44)	121,2(3)		

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C9).

	x	y	z	U(eq)
C(1)	11608(4)	6320(3)	6688(3)	37(1)
C(2)	12649(5)	7210(4)	7291(3)	64(1)
C(3)	9159(4)	-1015(3)	7235(3)	39(1)
C(4)	9110(4)	-2052(4)	7424(4)	67(2)
C(11)	5901(3)	3596(3)	9731(2)	27(1)
C(12)	4682(3)	2975(3)	9802(2)	31(1)
C(13)	4209(4)	3285(3)	10485(3)	33(1)
C(14)	4972(3)	4210(3)	11118(2)	30(1)
C(15)	6193(4)	4817(3)	11081(3)	37(1)
C(16)	6667(3)	4517(3)	10393(3)	33(1)
C(21)	8534(3)	4318(3)	7756(2)	30(1)
C(22)	9567(4)	5156(3)	8347(3)	43(1)
C(23)	10547(4)	5807(3)	8007(3)	47(1)
C(24)	10538(3)	5654(3)	7060(3)	33(1)
C(25)	9506(3)	4814(3)	6460(2)	30(1)
C(26)	8535(3)	4144(3)	6813(2)	31(1)
C(31)	6523(3)	107(3)	7993(2)	24(1)
C(32)	6623(4)	-836(3)	8315(3)	36(1)
C(33)	7493(4)	-1184(3)	8095(3)	40(1)
C(34)	8287(3)	-607(3)	7555(2)	32(1)
C(35)	8224(3)	350(3)	7257(3)	36(1)
C(36)	7350(3)	704(3)	7475(3)	33(1)
C(41)	3071(3)	-329(3)	9089(2)	24(1)
C(42)	2123(3)	30(3)	9123(3)	35(1)
C(43)	1134(3)	-551(3)	9499(3)	37(1)
C(44)	1100(3)	-1496(3)	9871(2)	28(1)
C(45)	2054(3)	-1849(3)	9881(2)	29(1)
C(46)	3035(3)	-1273(3)	9491(2)	29(1)
C(51)	3024(3)	457(3)	5704(2)	25(1)
C(52)	3715(3)	-165(3)	5638(3)	40(1)
C(53)	3103(4)	-1245(3)	5227(3)	46(1)
C(54)	1811(4)	-1710(3)	4916(3)	37(1)
C(55)	1127(4)	-1110(3)	4994(3)	43(1)
C(56)	1731(3)	-10(3)	5381(3)	37(1)
C(61)	4577(3)	2680(3)	5426(2)	24(1)
C(62)	4223(3)	2302(3)	4464(3)	36(1)
C(63)	4814(4)	2987(3)	3857(3)	44(1)
C(64)	5718(3)	4011(3)	4189(3)	36(1)
C(65)	6063(3)	4383(3)	5132(3)	35(1)
C(66)	5501(3)	3725(3)	5755(2)	27(1)
C(71)	2701(3)	2333(2)	6502(2)	24(1)
C(72)	2349(3)	3079(3)	6001(2)	28(1)
C(73)	1541(3)	3474(3)	6286(3)	33(1)
C(74)	1084(3)	3120(3)	7061(3)	35(1)
C(75)	1409(4)	2366(3)	7541(3)	39(1)
C(76)	2219(3)	1977(3)	7263(3)	34(1)
N(1)	4464(3)	4595(3)	11817(2)	39(1)
N(2)	35(3)	-2128(3)	10256(2)	38(1)
N(11)	6258(3)	3276(2)	8964(2)	27(1)
N(12)	7320(3)	3959(2)	8812(2)	30(1)
N(13)	7462(3)	3614(2)	8024(2)	29(1)
N(21)	5635(2)	496(2)	8146(2)	24(1)
N(22)	4795(3)	-119(2)	8564(2)	25(1)
N(23)	4010(3)	308(2)	8656(2)	26(1)
O(1)	11596(3)	6114(2)	5866(2)	41(1)
O(2)	9877(3)	-463(3)	6797(2)	62(1)
O(11)	3344(3)	4022(2)	11859(2)	55(1)
O(12)	5143(3)	5457(2)	12335(2)	45(1)
O(21)	-808(2)	-1801(2)	10236(2)	45(1)
O(22)	15(3)	-3007(2)	10606(2)	59(1)
P	3847(1)	1862(1)	6252(1)	22(1)
Hg	5295(1)	1979(1)	7725(1)	28(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C9). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2[h^2 a^* 2U^{11} + \dots + 2h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(1)	40(2)	28(2)	40(2)	1(2)	20(2)	7(2)
C(2)	57(3)	73(3)	45(3)	-7(2)	30(2)	0(3)
C(3)	31(2)	49(2)	45(2)	5(2)	15(2)	21(2)
C(4)	46(3)	90(4)	97(4)	49(3)	42(3)	48(3)
C(11)	29(2)	27(2)	28(2)	6(1)	6(2)	14(2)
C(12)	32(2)	29(2)	31(2)	6(2)	12(2)	10(2)
C(13)	33(2)	29(2)	37(2)	9(2)	15(2)	10(2)
C(14)	38(2)	32(2)	26(2)	8(2)	9(2)	19(2)
C(15)	40(2)	36(2)	27(2)	1(2)	4(2)	11(2)
C(16)	25(2)	34(2)	34(2)	2(2)	6(2)	6(2)
C(21)	28(2)	28(2)	34(2)	2(2)	9(2)	10(2)
C(22)	40(2)	46(2)	30(2)	-5(2)	13(2)	2(2)
C(23)	42(2)	42(2)	39(2)	-8(2)	14(2)	-4(2)
C(24)	33(2)	27(2)	37(2)	3(2)	16(2)	9(2)
C(25)	31(2)	32(2)	30(2)	3(2)	12(2)	15(2)
C(26)	24(2)	35(2)	34(2)	-2(2)	6(2)	14(2)
C(31)	21(2)	29(2)	21(2)	-2(1)	0(1)	10(1)
C(32)	38(2)	42(2)	35(2)	17(2)	18(2)	20(2)
C(33)	45(2)	44(2)	43(2)	17(2)	19(2)	28(2)
C(34)	24(2)	42(2)	32(2)	3(2)	7(2)	15(2)
C(35)	25(2)	39(2)	46(2)	14(2)	17(2)	11(2)
C(36)	31(2)	28(2)	42(2)	10(2)	11(2)	13(2)
C(41)	21(2)	26(2)	23(2)	1(1)	4(1)	7(1)
C(42)	35(2)	38(2)	40(2)	16(2)	15(2)	20(2)
C(43)	33(2)	44(2)	42(2)	13(2)	14(2)	23(2)
C(44)	25(2)	33(2)	21(2)	4(1)	8(1)	8(2)
C(45)	30(2)	31(2)	24(2)	5(1)	6(2)	12(2)
C(46)	28(2)	32(2)	28(2)	3(2)	5(2)	16(2)
C(51)	23(2)	24(2)	29(2)	3(1)	10(1)	7(1)
C(52)	25(2)	33(2)	58(3)	-5(2)	1(2)	14(2)
C(53)	41(2)	33(2)	63(3)	-8(2)	2(2)	21(2)
C(54)	39(2)	20(2)	44(2)	-1(2)	9(2)	7(2)
C(55)	26(2)	33(2)	61(3)	-11(2)	10(2)	5(2)
C(56)	24(2)	34(2)	52(2)	-7(2)	7(2)	13(2)
C(61)	18(2)	26(2)	29(2)	5(1)	8(1)	9(1)
C(62)	31(2)	36(2)	32(2)	5(2)	5(2)	6(2)
C(63)	49(2)	54(3)	24(2)	7(2)	7(2)	16(2)
C(64)	32(2)	46(2)	32(2)	16(2)	14(2)	13(2)
C(65)	25(2)	33(2)	44(2)	12(2)	14(2)	5(2)
C(66)	24(2)	28(2)	31(2)	6(1)	12(2)	8(2)
C(71)	19(2)	22(2)	29(2)	2(1)	8(1)	6(1)
C(72)	22(2)	22(2)	36(2)	4(1)	9(2)	5(1)
C(73)	25(2)	27(2)	52(2)	9(2)	11(2)	13(2)
C(74)	26(2)	33(2)	46(2)	-6(2)	12(2)	11(2)
C(75)	35(2)	51(2)	38(2)	6(2)	18(2)	21(2)
C(76)	30(2)	44(2)	36(2)	13(2)	15(2)	18(2)
N(1)	54(2)	41(2)	33(2)	11(2)	16(2)	27(2)
N(2)	34(2)	44(2)	36(2)	11(2)	12(1)	14(2)
N(11)	24(1)	28(1)	30(2)	5(1)	8(1)	10(1)
N(12)	27(2)	31(2)	32(2)	5(1)	8(1)	12(1)
N(13)	26(2)	31(2)	31(2)	2(1)	9(1)	12(1)
N(21)	20(1)	24(1)	28(2)	3(1)	7(1)	7(1)
N(22)	23(1)	27(1)	23(2)	1(1)	3(1)	9(1)
N(23)	24(1)	26(1)	26(2)	2(1)	6(1)	9(1)
O(1)	46(2)	36(1)	43(2)	7(1)	23(1)	11(1)
O(2)	57(2)	76(2)	81(2)	29(2)	45(2)	40(2)
O(11)	66(2)	47(2)	59(2)	10(2)	32(2)	22(2)
O(12)	59(2)	43(2)	32(2)	-6(1)	11(1)	21(2)
O(21)	36(2)	59(2)	54(2)	25(1)	26(1)	24(1)
O(22)	58(2)	52(2)	83(2)	29(2)	39(2)	24(2)
P	18(1)	21(1)	28(1)	4(1)	8(1)	7(1)
Hg	23(1)	29(1)	32(1)	5(1)	8(1)	9(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C9).

C(1)-O(1)	1,226(4)	C(32)-H(32)	0,9300	C(64)-H(64)	0,9300	O(2)-C(3)-C(34)	120,0(3)
C(1)-C(2)	1,434(6)	C(33)-C(34)	1,386(5)	C(65)-C(66)	1,386(4)	C(4)-C(3)-C(34)	119,1(3)
C(1)-C(24)	1,474(5)	C(33)-H(33)	0,9300	C(65)-H(65)	0,9300	C(3)-C(4)-H(4A)	109,5
C(2)-H(2A)	0,9600	C(34)-C(35)	1,386(5)	C(66)-H(66)	0,9300	C(3)-C(4)-H(4B)	109,5
C(2)-H(2B)	0,9600	C(35)-C(36)	1,385(5)	C(71)-C(76)	1,381(4)	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5
C(2)-H(2C)	0,9600	C(35)-H(35)	0,9300	C(71)-C(72)	1,391(4)	C(3)-C(4)-H(4C)	109,5
C(3)-O(2)	1,214(4)	C(36)-H(36)	0,9300	C(71)-P	1,803(3)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5
C(3)-C(4)	1,401(6)	C(41)-C(42)	1,392(4)	C(72)-C(73)	1,390(5)	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5
C(3)-C(34)	1,491(5)	C(41)-C(46)	1,397(4)	C(72)-H(72)	0,9300	C(12)-C(11)-N(11)	116,7(3)
C(4)-H(4A)	0,9600	C(41)-N(23)	1,410(4)	C(73)-C(74)	1,386(5)	C(12)-C(11)-C(16)	119,2(3)
C(4)-H(4B)	0,9600	C(42)-C(43)	1,379(5)	C(73)-H(73)	0,9300	N(11)-C(11)-C(16)	124,0(3)
C(4)-H(4C)	0,9600	C(42)-H(42)	0,9300	C(74)-C(75)	1,371(5)	C(13)-C(12)-C(11)	120,8(3)
C(11)-C(12)	1,397(5)	C(43)-C(44)	1,379(5)	C(74)-H(74)	0,9300	C(13)-C(12)-H(12)	119,6
C(11)-N(11)	1,397(4)	C(43)-H(43)	0,9300	C(75)-C(76)	1,380(5)	C(11)-C(12)-H(12)	119,6
C(11)-C(16)	1,403(5)	C(44)-C(45)	1,383(5)	C(75)-H(75)	0,9300	C(12)-C(13)-C(14)	119,0(3)
C(12)-C(13)	1,376(5)	C(44)-N(2)	1,469(4)	C(76)-H(76)	0,9300	C(12)-C(13)-H(13)	120,5
C(12)-H(12)	0,9300	C(45)-C(46)	1,382(5)	N(1)-O(12)	1,233(4)	C(14)-C(13)-H(13)	120,5
C(13)-C(14)	1,383(5)	C(45)-H(45)	0,9300	N(1)-O(11)	1,274(4)	C(15)-C(14)-C(13)	121,3(3)
C(13)-H(13)	0,9300	C(46)-H(46)	0,9300	N(2)-O(21)	1,233(4)	C(15)-C(14)-N(1)	118,7(3)
C(14)-C(15)	1,380(5)	C(51)-C(56)	1,381(5)	N(2)-O(22)	1,290(4)	C(13)-C(14)-N(1)	120,0(3)
C(14)-N(1)	1,470(4)	C(51)-C(52)	1,388(5)	N(11)-N(12)	1,314(4)	C(16)-C(15)-C(14)	120,0(3)
C(15)-C(16)	1,377(5)	C(51)-P	1,811(3)	N(11)-Hg	2,235(3)	C(16)-C(15)-H(15)	120,0
C(15)-H(15)	0,9300	C(52)-C(53)	1,386(5)	N(12)-N(13)	1,301(4)	C(14)-C(15)-H(15)	120,0
C(16)-H(16)	0,9300	C(52)-H(52)	0,9300	N(13)-Hg	2,594(3)	C(15)-C(16)-C(11)	119,7(3)
C(21)-C(22)	1,391(5)	C(53)-C(54)	1,378(5)	N(21)-N(22)	1,310(4)	C(15)-C(16)-H(16)	120,2
C(21)-C(26)	1,398(5)	C(53)-H(53)	0,9300	N(21)-Hg	2,246(3)	C(11)-C(16)-H(16)	120,2
C(21)-N(13)	1,409(4)	C(54)-C(55)	1,360(5)	N(22)-N(23)	1,294(4)	C(22)-C(21)-C(26)	118,4(3)
C(22)-C(23)	1,366(5)	C(54)-H(54)	0,9300	P-Hg	2,4110(9)	C(22)-C(21)-N(13)	125,5(3)
C(22)-H(22)	0,9300	C(55)-C(56)	1,399(5)			C(26)-C(21)-N(13)	116,0(3)
C(23)-C(24)	1,397(5)	C(55)-H(55)	0,9300	O(1)-C(1)-C(2)	120,6(3)	C(23)-C(22)-C(21)	120,7(4)
C(23)-H(23)	0,9300	C(56)-H(56)	0,9300	O(1)-C(1)-C(24)	119,8(3)	C(23)-C(22)-H(22)	119,7
C(24)-C(25)	1,397(5)	C(61)-C(66)	1,392(5)	C(2)-C(1)-C(24)	119,6(3)	C(21)-C(22)-H(22)	119,7
C(25)-C(26)	1,378(5)	C(61)-C(62)	1,401(5)	C(1)-C(2)-H(2A)	109,5	C(22)-C(23)-C(24)	121,1(4)
C(25)-H(25)	0,9300	C(61)-P	1,797(3)	C(1)-C(2)-H(2B)	109,5	C(22)-C(23)-H(23)	119,4
C(26)-H(26)	0,9300	C(62)-C(63)	1,397(5)	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	C(24)-C(23)-H(23)	119,4
C(31)-C(36)	1,395(5)	C(62)-H(62)	0,9300	C(1)-C(2)-H(2C)	109,5	C(23)-C(24)-C(25)	118,7(3)
C(31)-C(32)	1,396(5)	C(63)-C(64)	1,366(6)	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	C(23)-C(24)-C(1)	121,9(3)
C(31)-N(21)	1,398(4)	C(63)-H(63)	0,9300	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(25)-C(24)-C(1)	119,3(3)
C(32)-C(33)	1,376(5)	C(64)-C(65)	1,373(5)	O(2)-C(3)-C(4)	120,8(3)	C(26)-C(25)-C(24)	119,8(3)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C9).

C(26)-C(25)-H(25)	120,1	C(45)-C(46)-H(46)	119,9	C(76)-C(71)-P	117,4(2)	C(71)-P-Hg	107,70(11)
C(24)-C(25)-H(25)	120,1	C(41)-C(46)-H(46)	119,9	C(72)-C(71)-P	122,9(2)	C(51)-P-Hg	110,47(11)
C(25)-C(26)-C(21)	121,2(3)	C(56)-C(51)-C(52)	119,9(3)	C(73)-C(72)-C(71)	119,6(3)	N(11)-Hg-N(21)	107,10(10)
C(25)-C(26)-H(26)	119,4	C(56)-C(51)-P	121,3(2)	C(73)-C(72)-H(72)	120,2	N(11)-Hg-P	132,16(7)
C(21)-C(26)-H(26)	119,4	C(52)-C(51)-P	118,7(3)	C(71)-C(72)-H(72)	120,2	N(21)-Hg-P	120,06(7)
C(36)-C(31)-C(32)	118,5(3)	C(53)-C(52)-C(51)	119,7(3)	C(74)-C(73)-C(72)	120,0(3)	N(11)-Hg-N(13)	51,86(9)
C(36)-C(31)-N(21)	117,1(3)	C(53)-C(52)-H(52)	120,2	C(74)-C(73)-H(73)	120,0	N(21)-Hg-N(13)	107,89(9)
C(32)-C(31)-N(21)	124,5(3)	C(51)-C(52)-H(52)	120,2	C(72)-C(73)-H(73)	120,0	P-Hg-N(13)	114,58(7)
C(33)-C(32)-C(31)	120,4(3)	C(54)-C(53)-C(52)	120,2(3)	C(75)-C(74)-C(73)	120,3(3)		
C(33)-C(32)-H(32)	119,8	C(54)-C(53)-H(53)	119,9	C(75)-C(74)-H(74)	119,9		
C(31)-C(32)-H(32)	119,8	C(52)-C(53)-H(53)	119,9	C(73)-C(74)-H(74)	119,9		
C(32)-C(33)-C(34)	120,9(3)	C(55)-C(54)-C(53)	120,5(3)	C(74)-C(75)-C(76)	119,9(3)		
C(32)-C(33)-H(33)	119,5	C(55)-C(54)-H(54)	119,8	C(74)-C(75)-H(75)	120,1		
C(34)-C(33)-H(33)	119,5	C(53)-C(54)-H(54)	119,8	C(76)-C(75)-H(75)	120,1		
C(33)-C(34)-C(35)	119,2(3)	C(54)-C(55)-C(56)	120,2(3)	C(75)-C(76)-C(71)	120,7(3)		
C(33)-C(34)-C(3)	122,1(3)	C(54)-C(55)-H(55)	119,9	C(75)-C(76)-H(76)	119,6		
C(35)-C(34)-C(3)	118,6(3)	C(56)-C(55)-H(55)	119,9	C(71)-C(76)-H(76)	119,6		
C(36)-C(35)-C(34)	120,1(3)	C(51)-C(56)-C(55)	119,6(3)	O(12)-N(1)-O(11)	123,1(3)		
C(36)-C(35)-H(35)	119,9	C(51)-C(56)-H(56)	120,2	O(12)-N(1)-C(14)	118,5(3)		
C(34)-C(35)-H(35)	119,9	C(55)-C(56)-H(56)	120,2	O(11)-N(1)-C(14)	118,4(3)		
C(35)-C(36)-C(31)	120,8(3)	C(66)-C(61)-C(62)	119,5(3)	O(21)-N(2)-O(22)	122,1(3)		
C(35)-C(36)-H(36)	119,6	C(66)-C(61)-P	118,7(2)	O(21)-N(2)-C(44)	119,1(3)		
C(31)-C(36)-H(36)	119,6	C(62)-C(61)-P	121,8(3)	O(22)-N(2)-C(44)	118,8(3)		
C(42)-C(41)-C(46)	118,3(3)	C(63)-C(62)-C(61)	118,9(3)	N(12)-N(11)-C(11)	116,4(3)		
C(42)-C(41)-N(23)	116,7(3)	C(63)-C(62)-H(62)	120,6	N(12)-N(11)-Hg	107,8(2)		
C(46)-C(41)-N(23)	125,0(3)	C(61)-C(62)-H(62)	120,6	C(11)-N(11)-Hg	134,8(2)		
C(43)-C(42)-C(41)	121,5(3)	C(64)-C(63)-C(62)	121,0(4)	N(13)-N(12)-N(11)	109,5(3)		
C(43)-C(42)-H(42)	119,2	C(64)-C(63)-H(63)	119,5	N(12)-N(13)-C(21)	114,7(3)		
C(41)-C(42)-H(42)	119,2	C(62)-C(63)-H(63)	119,5	N(12)-N(13)-Hg	90,77(19)		
C(42)-C(43)-C(44)	119,2(3)	C(63)-C(64)-C(65)	120,1(3)	C(21)-N(13)-Hg	153,8(2)		
C(42)-C(43)-H(43)	120,4	C(63)-C(64)-H(64)	120,0	N(22)-N(21)-C(31)	116,6(2)		
C(44)-C(43)-H(43)	120,4	C(65)-C(64)-H(64)	120,0	N(22)-N(21)-Hg	112,04(18)		
C(43)-C(44)-C(45)	120,5(3)	C(64)-C(65)-C(66)	120,5(3)	C(31)-N(21)-Hg	131,3(2)		
C(43)-C(44)-N(2)	119,3(3)	C(64)-C(65)-H(65)	119,7	N(23)-N(22)-N(21)	111,4(2)		
C(45)-C(44)-N(2)	120,2(3)	C(66)-C(65)-H(65)	119,7	N(22)-N(23)-C(41)	113,8(3)		
C(46)-C(45)-C(44)	120,1(3)	C(65)-C(66)-C(61)	120,0(3)	C(61)-P-C(71)	108,03(14)		
C(46)-C(45)-H(45)	119,9	C(65)-C(66)-H(66)	120,0	C(61)-P-C(51)	108,60(15)		
C(44)-C(45)-H(45)	119,9	C(61)-C(66)-H(66)	120,0	C(71)-P-C(51)	108,04(15)		
C(45)-C(46)-C(41)	120,2(3)	C(76)-C(71)-C(72)	119,6(3)	C(61)-P-Hg	113,83(11)		

Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e parâmetros de deslocamento isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C10).

	x	y	z	U(eq)
C(2)	-1229(6)	413(3)	4104(2)	100(2)
C(1)	1402(5)	4437(2)	937(2)	76(1)
C(4)	954(5)	6233(3)	4626(2)	82(1)
C(3)	4723(4)	958(2)	1837(2)	71(1)
C(21)	258(3)	-210(2)	2308(1)	43(1)
C(22)	-374(4)	-345(2)	2959(2)	48(1)
C(23)	-712(4)	-1303(2)	3089(2)	54(1)
C(24)	-384(4)	-2113(2)	2586(2)	51(1)
C(25)	295(4)	-2008(2)	1959(2)	55(1)
C(26)	616(4)	-1053(2)	1824(2)	50(1)
C(36)	5906(4)	4252(2)	1305(2)	54(1)
C(11)	1458(3)	1739(2)	717(1)	43(1)
C(12)	1632(3)	2693(2)	549(2)	49(1)
C(13)	2298(4)	2836(3)	-75(2)	58(1)
C(14)	2745(4)	2044(3)	-536(2)	58(1)
C(15)	2497(4)	1086(3)	-414(2)	59(1)
C(16)	1862(3)	939(2)	216(2)	50(1)
C(41)	3439(3)	6209(2)	3123(1)	41(1)
C(42)	2663(3)	6599(2)	3731(2)	43(1)
C(43)	2758(3)	7634(2)	3971(2)	50(1)
C(44)	3611(4)	8287(2)	3612(2)	54(1)
C(45)	4375(4)	7939(2)	3013(2)	60(1)
C(46)	4279(4)	6910(2)	2772(2)	54(1)
C(31)	5128(3)	3609(2)	1702(2)	44(1)
C(32)	5289(3)	2583(2)	1543(2)	46(1)
C(33)	6142(4)	2236(2)	973(2)	55(1)
C(34)	6834(4)	2894(3)	581(2)	59(1)
C(35)	6753(4)	3904(3)	741(2)	62(1)
C(52)	2822(4)	3778(2)	4256(2)	55(1)
C(53)	3226(4)	3865(3)	4996(2)	65(1)
C(54)	3483(4)	3031(3)	5208(2)	70(1)
C(55)	3338(4)	2142(3)	4671(2)	70(1)
C(56)	2923(4)	2103(2)	3938(2)	56(1)
C(62)	-900(3)	4142(2)	2932(2)	48(1)
C(63)	-2263(4)	4319(2)	3219(2)	56(1)
C(64)	-3213(4)	3571(2)	3464(2)	60(1)
C(65)	-2779(4)	2662(2)	3409(2)	56(1)
C(66)	-1402(4)	2537(2)	3116(2)	53(1)
N(2)	-785(4)	-3127(2)	2721(2)	68(1)
N(1)	3511(4)	2224(3)	-1179(2)	87(1)
N(4)	3670(4)	9381(2)	3875(2)	78(1)
N(3)	7641(4)	2484(3)	-49(2)	78(1)
N(13)	566(3)	776(2)	2197(1)	46(1)
N(12)	676(3)	758(2)	1506(1)	44(1)
N(11)	1006(3)	1682(2)	1411(1)	44(1)
N(23)	3272(3)	5143(2)	2897(1)	44(1)
N(22)	4325(3)	4903(2)	2472(1)	43(1)
N(21)	4145(3)	3911(2)	2236(1)	43(1)
N(51)	2656(3)	2910(2)	3729(1)	44(1)
N(61)	-467(3)	3267(2)	2885(1)	45(1)
O(21)	-1397(4)	-3206(2)	3284(2)	95(1)
O(22)	-504(4)	-3848(2)	2279(2)	97(1)
O(11)	3750(4)	3079(3)	-1277(2)	116(1)
O(12)	3865(4)	1503(3)	-1598(2)	120(1)
O(41)	2970(4)	9660(2)	4407(2)	112(1)
O(42)	4417(4)	9967(2)	3561(2)	110(1)
O(31)	7679(4)	1587(2)	-191(2)	107(1)
O(32)	8263(3)	3082(2)	-396(2)	99(1)
O(2)	-656(3)	507(2)	3420(1)	72(1)
O(1)	1101(3)	3425(2)	1036(1)	60(1)
O(4)	1871(3)	5895(2)	4057(1)	59(1)
O(3)	4579(2)	1998(2)	1972(1)	56(1)
Hg	1876(1)	2950(1)	2469(1)	49(1)

Parâmetros de deslocamento anisotrópicos ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) para os átomos não hidrogenóides do composto (C10). O fator exponencial de deslocamento anisotrópico possui a forma seguinte: $-2p^2[h^2 a^* 2U^{11} + \dots + 2h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
C(2)	182(5)	85(3)	64(2)	31(2)	75(3)	63(3)
C(1)	100(3)	53(2)	85(3)	34(2)	14(2)	23(2)
C(4)	125(3)	68(2)	72(2)	31(2)	68(2)	32(2)
C(3)	97(3)	42(2)	79(2)	15(2)	15(2)	29(2)
C(21)	56(2)	36(2)	36(1)	11(1)	12(1)	7(1)
C(22)	68(2)	42(2)	37(1)	13(1)	18(1)	17(1)
C(23)	74(2)	52(2)	49(2)	27(2)	26(2)	20(2)
C(24)	67(2)	40(2)	52(2)	22(1)	11(2)	14(1)
C(25)	78(2)	36(2)	51(2)	8(1)	15(2)	19(2)
C(26)	71(2)	40(2)	39(2)	12(1)	20(1)	12(1)
C(36)	60(2)	44(2)	58(2)	11(1)	25(2)	13(1)
C(11)	46(2)	46(2)	37(1)	16(1)	8(1)	5(1)
C(12)	55(2)	52(2)	40(2)	19(1)	8(1)	9(1)
C(13)	62(2)	66(2)	51(2)	33(2)	9(2)	5(2)
C(14)	55(2)	78(2)	41(2)	27(2)	12(1)	6(2)
C(15)	63(2)	70(2)	41(2)	6(2)	13(2)	15(2)
C(16)	59(2)	50(2)	40(2)	13(1)	11(1)	7(1)
C(41)	48(2)	35(1)	41(2)	9(1)	15(1)	14(1)
C(42)	51(2)	40(2)	43(2)	13(1)	15(1)	14(1)
C(43)	65(2)	44(2)	50(2)	14(1)	26(1)	26(1)
C(44)	71(2)	40(2)	60(2)	18(1)	25(2)	21(2)
C(45)	80(2)	47(2)	65(2)	24(2)	37(2)	20(2)
C(46)	73(2)	44(2)	54(2)	16(1)	33(2)	19(2)
C(31)	42(2)	42(2)	42(2)	1(1)	9(1)	10(1)
C(32)	45(2)	46(2)	46(2)	6(1)	9(1)	14(1)
C(33)	57(2)	50(2)	54(2)	-2(2)	12(2)	22(2)
C(34)	54(2)	68(2)	49(2)	0(2)	18(2)	19(2)
C(35)	63(2)	65(2)	58(2)	14(2)	26(2)	12(2)
C(52)	73(2)	45(2)	53(2)	13(1)	22(2)	25(2)
C(53)	80(2)	59(2)	48(2)	-5(2)	16(2)	20(2)
C(54)	75(2)	85(3)	49(2)	21(2)	5(2)	19(2)
C(55)	98(3)	55(2)	63(2)	21(2)	2(2)	26(2)
C(56)	73(2)	39(2)	57(2)	10(1)	7(2)	19(2)
C(62)	55(2)	41(2)	52(2)	15(1)	13(1)	13(1)
C(63)	54(2)	46(2)	71(2)	13(2)	10(2)	20(2)
C(64)	45(2)	64(2)	69(2)	9(2)	21(2)	18(2)
C(65)	50(2)	57(2)	65(2)	23(2)	21(2)	6(2)
C(66)	57(2)	42(2)	66(2)	20(2)	20(2)	15(1)
N(2)	86(2)	44(2)	80(2)	30(2)	11(2)	17(2)
N(1)	86(2)	127(3)	55(2)	42(2)	28(2)	14(2)
N(4)	109(2)	42(2)	93(2)	21(2)	47(2)	28(2)
N(3)	69(2)	98(3)	61(2)	0(2)	29(2)	29(2)
N(13)	67(2)	34(1)	39(1)	11(1)	18(1)	8(1)
N(12)	55(1)	40(1)	36(1)	11(1)	13(1)	6(1)
N(11)	59(2)	35(1)	40(1)	14(1)	15(1)	5(1)
N(23)	52(1)	38(1)	43(1)	8(1)	19(1)	12(1)
N(22)	50(1)	36(1)	42(1)	6(1)	14(1)	12(1)
N(21)	51(1)	36(1)	44(1)	7(1)	16(1)	13(1)
N(51)	52(1)	39(1)	42(1)	9(1)	17(1)	15(1)
N(61)	50(1)	38(1)	51(1)	15(1)	18(1)	14(1)
O(21)	134(2)	70(2)	102(2)	55(2)	47(2)	25(2)
O(22)	159(3)	41(1)	101(2)	26(1)	32(2)	33(2)
O(11)	144(3)	133(3)	93(2)	74(2)	58(2)	17(2)
O(12)	145(3)	159(3)	84(2)	52(2)	74(2)	50(2)
O(41)	180(3)	50(2)	123(2)	19(2)	93(2)	45(2)
O(42)	171(3)	49(2)	133(3)	39(2)	84(2)	36(2)
O(31)	135(3)	100(2)	92(2)	-2(2)	59(2)	57(2)
O(32)	105(2)	127(3)	72(2)	19(2)	53(2)	38(2)
O(2)	133(2)	50(1)	51(1)	21(1)	50(1)	38(1)
O(1)	84(2)	50(1)	58(1)	28(1)	19(1)	21(1)
O(4)	85(2)	43(1)	61(1)	19(1)	43(1)	21(1)
O(3)	69(1)	43(1)	61(1)	11(1)	18(1)	22(1)
Hg	61(1)	41(1)	45(1)	9(1)	24(1)	13(1)

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C10).

C(2)-O(2)	1,428(3)	C(14)-N(1)	1,460(4)	C(63)-C(64)	1,367(4)	H(4A)-C(4)-H(4B)	109,5
C(2)-H(2A)	0,9600	C(15)-C(16)	1,375(4)	C(63)-H(63)	0,9300	O(4)-C(4)-H(4C)	109,5
C(2)-H(2B)	0,9600	C(15)-H(15)	0,9300	C(64)-C(65)	1,371(4)	H(4A)-C(4)-H(4C)	109,5
C(2)-H(2C)	0,9600	C(16)-H(16)	0,9300	C(64)-H(64)	0,9300	H(4B)-C(4)-H(4C)	109,5
C(1)-O(1)	1,429(3)	C(41)-N(23)	1,404(3)	C(65)-C(66)	1,368(4)	O(3)-C(3)-H(3A)	109,5
C(1)-H(1A)	0,9600	C(41)-C(46)	1,404(4)	C(65)-H(65)	0,9300	O(3)-C(3)-H(3B)	109,5
C(1)-H(1B)	0,9600	C(41)-C(42)	1,415(3)	C(66)-N(61)	1,329(3)	H(3A)-C(3)-H(3B)	109,5
C(1)-H(1C)	0,9600	C(42)-O(4)	1,360(3)	C(66)-H(66)	0,9300	O(3)-C(3)-H(3C)	109,5
C(4)-O(4)	1,418(3)	C(42)-C(43)	1,376(4)	N(2)-O(22)	1,214(3)	H(3A)-C(3)-H(3C)	109,5
C(4)-H(4A)	0,9600	C(43)-C(44)	1,374(4)	N(2)-O(21)	1,229(3)	H(3B)-C(3)-H(3C)	109,5
C(4)-H(4B)	0,9600	C(43)-H(43)	0,9300	N(1)-O(11)	1,218(4)	C(26)-C(21)-N(13)	123,5(2)
C(4)-H(4C)	0,9600	C(44)-C(45)	1,379(4)	N(1)-O(12)	1,220(4)	C(26)-C(21)-C(22)	118,4(2)
C(3)-O(3)	1,434(3)	C(44)-N(4)	1,462(4)	N(4)-O(42)	1,215(3)	N(13)-C(21)-C(22)	118,1(2)
C(3)-H(3A)	0,9600	C(45)-C(46)	1,367(4)	N(4)-O(41)	1,226(3)	O(2)-C(22)-C(23)	123,9(2)
C(3)-H(3B)	0,9600	C(45)-H(45)	0,9300	N(3)-O(31)	1,214(4)	O(2)-C(22)-C(21)	115,9(2)
C(3)-H(3C)	0,9600	C(46)-H(46)	0,9300	N(3)-O(32)	1,231(4)	C(23)-C(22)-C(21)	120,2(3)
C(21)-C(26)	1,400(4)	C(31)-N(21)	1,400(3)	N(13)-N(12)	1,297(3)	C(24)-C(23)-C(22)	119,2(3)
C(21)-N(13)	1,403(3)	C(31)-C(32)	1,418(4)	N(12)-N(11)	1,307(3)	C(24)-C(23)-H(23)	120,4
C(21)-C(22)	1,405(3)	C(32)-O(3)	1,358(3)	N(11)-Hg	2,249(2)	C(22)-C(23)-H(23)	120,4
C(22)-O(2)	1,361(3)	C(32)-C(33)	1,388(4)	N(23)-N(22)	1,293(3)	C(25)-C(24)-C(23)	122,6(3)
C(22)-C(23)	1,380(4)	C(33)-C(34)	1,370(4)	N(22)-N(21)	1,307(3)	C(25)-C(24)-N(2)	118,8(3)
C(23)-C(24)	1,374(4)	C(33)-H(33)	0,9300	N(21)-Hg	2,246(2)	C(23)-C(24)-N(2)	118,6(3)
C(23)-H(23)	0,9300	C(34)-C(35)	1,375(4)	N(51)-Hg	2,414(2)	C(24)-C(25)-C(26)	118,2(3)
C(24)-C(25)	1,372(4)	C(34)-N(3)	1,469(4)	N(61)-Hg	2,301(2)	C(24)-C(25)-H(25)	120,9
C(24)-N(2)	1,459(4)	C(35)-H(35)	0,9300			C(26)-C(25)-H(25)	120,9
C(25)-C(26)	1,380(4)	C(52)-N(51)	1,327(3)	O(2)-C(2)-H(2A)	109,5	C(25)-C(26)-C(21)	121,3(3)
C(25)-H(25)	0,9300	C(52)-C(53)	1,368(4)	O(2)-C(2)-H(2B)	109,5	C(25)-C(26)-H(26)	119,4
C(26)-H(26)	0,9300	C(52)-H(52)	0,9300	H(2A)-C(2)-H(2B)	109,5	C(21)-C(26)-H(26)	119,4
C(36)-C(35)	1,375(4)	C(53)-C(54)	1,364(4)	O(2)-C(2)-H(2C)	109,5	C(35)-C(36)-C(31)	121,6(3)
C(36)-C(31)	1,390(4)	C(53)-H(53)	0,9300	H(2A)-C(2)-H(2C)	109,5	C(35)-C(36)-H(36)	119,2
C(36)-H(36)	0,9300	C(54)-C(55)	1,360(5)	H(2B)-C(2)-H(2C)	109,5	C(31)-C(36)-H(36)	119,2
C(11)-C(16)	1,391(4)	C(54)-H(54)	0,9300	O(1)-C(1)-H(1A)	109,5	C(16)-C(11)-N(11)	123,7(2)
C(11)-N(11)	1,397(3)	C(55)-C(56)	1,374(4)	O(1)-C(1)-H(1B)	109,5	C(16)-C(11)-C(12)	118,8(2)
C(11)-C(12)	1,410(4)	C(55)-H(55)	0,9300	H(1A)-C(1)-H(1B)	109,5	N(11)-C(11)-C(12)	117,3(2)
C(12)-O(1)	1,370(3)	C(56)-N(51)	1,328(3)	O(1)-C(1)-H(1C)	109,5	O(1)-C(12)-C(13)	124,3(3)
C(12)-C(13)	1,376(4)	C(56)-H(56)	0,9300	H(1A)-C(1)-H(1C)	109,5	O(1)-C(12)-C(11)	115,9(2)
C(13)-C(14)	1,366(4)	C(62)-N(61)	1,327(3)	H(1B)-C(1)-H(1C)	109,5	C(13)-C(12)-C(11)	119,7(3)
C(13)-H(13)	0,9300	C(62)-C(63)	1,368(4)	O(4)-C(4)-H(4A)	109,5	C(14)-C(13)-C(12)	119,6(3)
C(14)-C(15)	1,375(4)	C(62)-H(62)	0,9300	O(4)-C(4)-H(4B)	109,5	C(14)-C(13)-H(13)	120,2

Comprimentos (Å) e ângulos (°) das ligações no composto (C10).

C(12)-C(13)-H(13)	120,2	C(35)-C(34)-N(3)	119,4(3)	O(12)-N(1)-C(14)	118,2(4)
C(13)-C(14)-C(15)	122,1(3)	C(36)-C(35)-C(34)	118,3(3)	O(42)-N(4)-O(41)	123,4(3)
C(13)-C(14)-N(1)	118,8(3)	C(36)-C(35)-H(35)	120,9	O(42)-N(4)-C(44)	118,6(3)
C(15)-C(14)-N(1)	119,2(3)	C(34)-C(35)-H(35)	120,9	O(41)-N(4)-C(44)	118,0(3)
C(14)-C(15)-C(16)	118,8(3)	N(51)-C(52)-C(53)	122,9(3)	O(31)-N(3)-O(32)	123,8(3)
C(14)-C(15)-H(15)	120,6	N(51)-C(52)-H(52)	118,5	O(31)-N(3)-C(34)	118,7(3)
C(16)-C(15)-H(15)	120,6	C(53)-C(52)-H(52)	118,5	O(32)-N(3)-C(34)	117,5(3)
C(15)-C(16)-C(11)	120,8(3)	C(54)-C(53)-C(52)	119,1(3)	N(12)-N(13)-C(21)	112,2(2)
C(15)-C(16)-H(16)	119,6	C(54)-C(53)-H(53)	120,4	N(13)-N(12)-N(11)	111,7(2)
C(11)-C(16)-H(16)	119,6	C(52)-C(53)-H(53)	120,4	N(12)-N(11)-C(11)	114,9(2)
N(23)-C(41)-C(46)	124,6(2)	C(55)-C(54)-C(53)	118,4(3)	N(12)-N(11)-Hg	114,59(15)
N(23)-C(41)-C(42)	117,6(2)	C(55)-C(54)-H(54)	120,8	C(11)-N(11)-Hg	124,04(17)
C(46)-C(41)-C(42)	117,7(2)	C(53)-C(54)-H(54)	120,8	N(22)-N(23)-C(41)	111,8(2)
O(4)-C(42)-C(43)	123,7(2)	C(54)-C(55)-C(56)	119,7(3)	N(23)-N(22)-N(21)	112,4(2)
O(4)-C(42)-C(41)	115,8(2)	C(54)-C(55)-H(55)	120,2	N(22)-N(21)-C(31)	114,5(2)
C(43)-C(42)-C(41)	120,5(2)	C(56)-C(55)-H(55)	120,2	N(22)-N(21)-Hg	115,32(16)
C(44)-C(43)-C(42)	119,4(3)	N(51)-C(56)-C(55)	122,2(3)	C(31)-N(21)-Hg	127,42(17)
C(44)-C(43)-H(43)	120,3	N(51)-C(56)-H(56)	118,9	C(52)-N(51)-C(56)	117,7(2)
C(42)-C(43)-H(43)	120,3	C(55)-C(56)-H(56)	118,9	C(52)-N(51)-Hg	116,37(18)
C(43)-C(44)-C(45)	122,1(3)	N(61)-C(62)-C(63)	122,1(3)	C(56)-N(51)-Hg	125,94(19)
C(43)-C(44)-N(4)	118,0(3)	N(61)-C(62)-H(62)	118,9	C(62)-N(61)-C(66)	118,7(2)
C(45)-C(44)-N(4)	120,0(3)	C(63)-C(62)-H(62)	118,9	C(62)-N(61)-Hg	124,00(18)
C(46)-C(45)-C(44)	118,8(3)	C(64)-C(63)-C(62)	119,1(3)	C(66)-N(61)-Hg	117,26(18)
C(46)-C(45)-H(45)	120,6	C(64)-C(63)-H(63)	120,4	C(22)-O(2)-C(2)	117,7(2)
C(44)-C(45)-H(45)	120,6	C(62)-C(63)-H(63)	120,4	C(12)-O(1)-C(1)	118,3(2)
C(45)-C(46)-C(41)	121,6(3)	C(63)-C(64)-C(65)	119,0(3)	C(42)-O(4)-C(4)	117,9(2)
C(45)-C(46)-H(46)	119,2	C(63)-C(64)-H(64)	120,5	C(32)-O(3)-C(3)	118,6(2)
C(41)-C(46)-H(46)	119,2	C(65)-C(64)-H(64)	120,5	N(21)-Hg-N(11)	104,33(8)
C(36)-C(31)-N(21)	123,3(2)	C(66)-C(65)-C(64)	118,8(3)	N(21)-Hg-N(61)	135,17(8)
C(36)-C(31)-C(32)	118,7(2)	C(66)-C(65)-H(65)	120,6	N(11)-Hg-N(61)	103,60(8)
N(21)-C(31)-C(32)	118,0(2)	C(64)-C(65)-H(65)	120,6	N(21)-Hg-N(51)	101,31(8)
O(3)-C(32)-C(33)	124,1(3)	N(61)-C(66)-C(65)	122,3(3)	N(11)-Hg-N(51)	131,38(7)
O(3)-C(32)-C(31)	116,6(2)	N(61)-C(66)-H(66)	118,9	N(61)-Hg-N(51)	85,27(7)
C(33)-C(32)-C(31)	119,3(3)	C(65)-C(66)-H(66)	118,9		
C(34)-C(33)-C(32)	119,5(3)	O(22)-N(2)-O(21)	123,1(3)		
C(34)-C(33)-H(33)	120,3	O(22)-N(2)-C(24)	119,1(3)		
C(32)-C(33)-H(33)	120,3	O(21)-N(2)-C(24)	117,8(3)		
C(33)-C(34)-C(35)	122,6(3)	O(11)-N(1)-O(12)	123,1(3)		
C(33)-C(34)-N(3)	118,0(3)	O(11)-N(1)-C(14)	118,7(4)		