

# Crescimento e caracterização por difração de raios-X do cristal de Bis(L-histidinato)Ni(II) Monohidratado



**Edgar Castanha Júnior (bolsista SAE/ UNICAMP), Alan Silva de Menezes (Doutor/UNICAMP), Lisandro Pavie Cardoso (Professor IFGW/UNICAMP)**

**Instituto de Física Gleb Wataghin (IFGW), Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil**

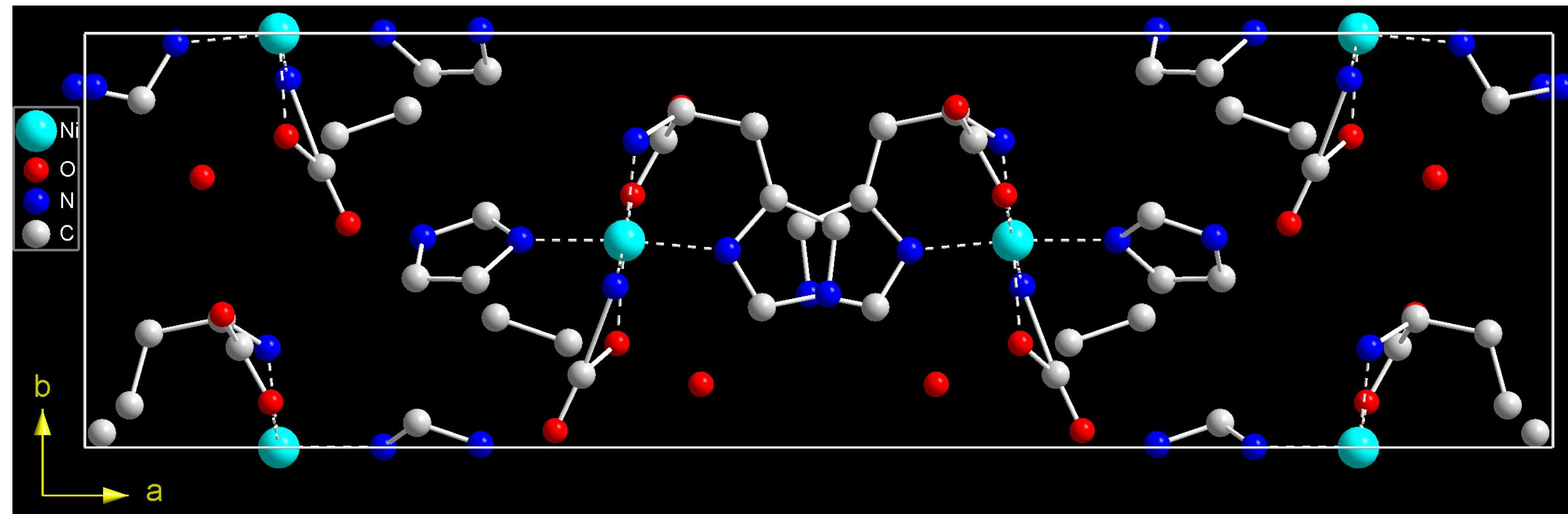
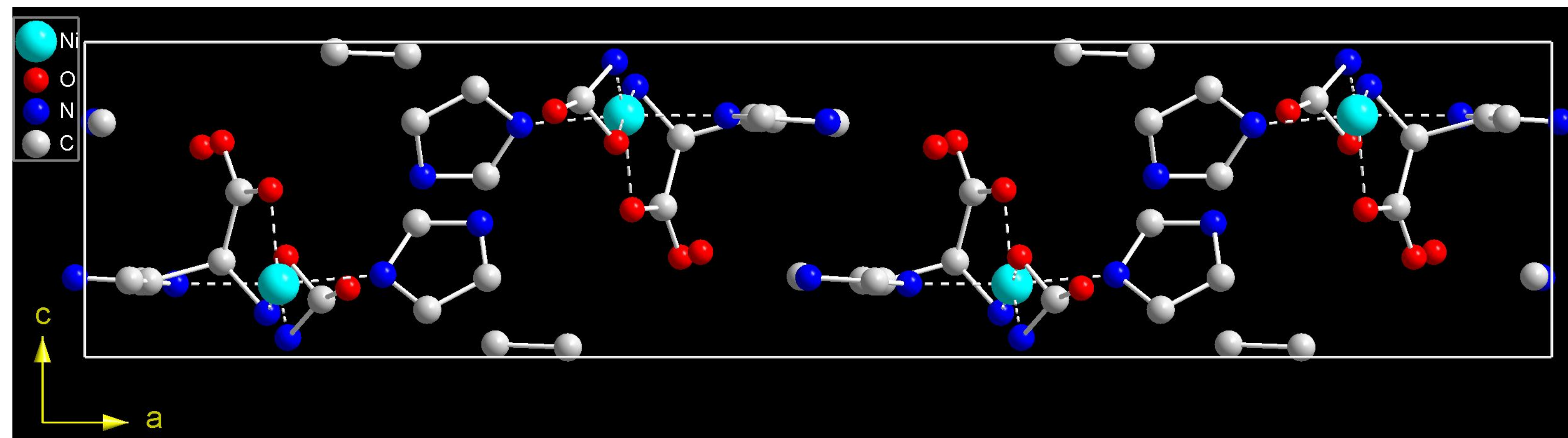


## Resumo :

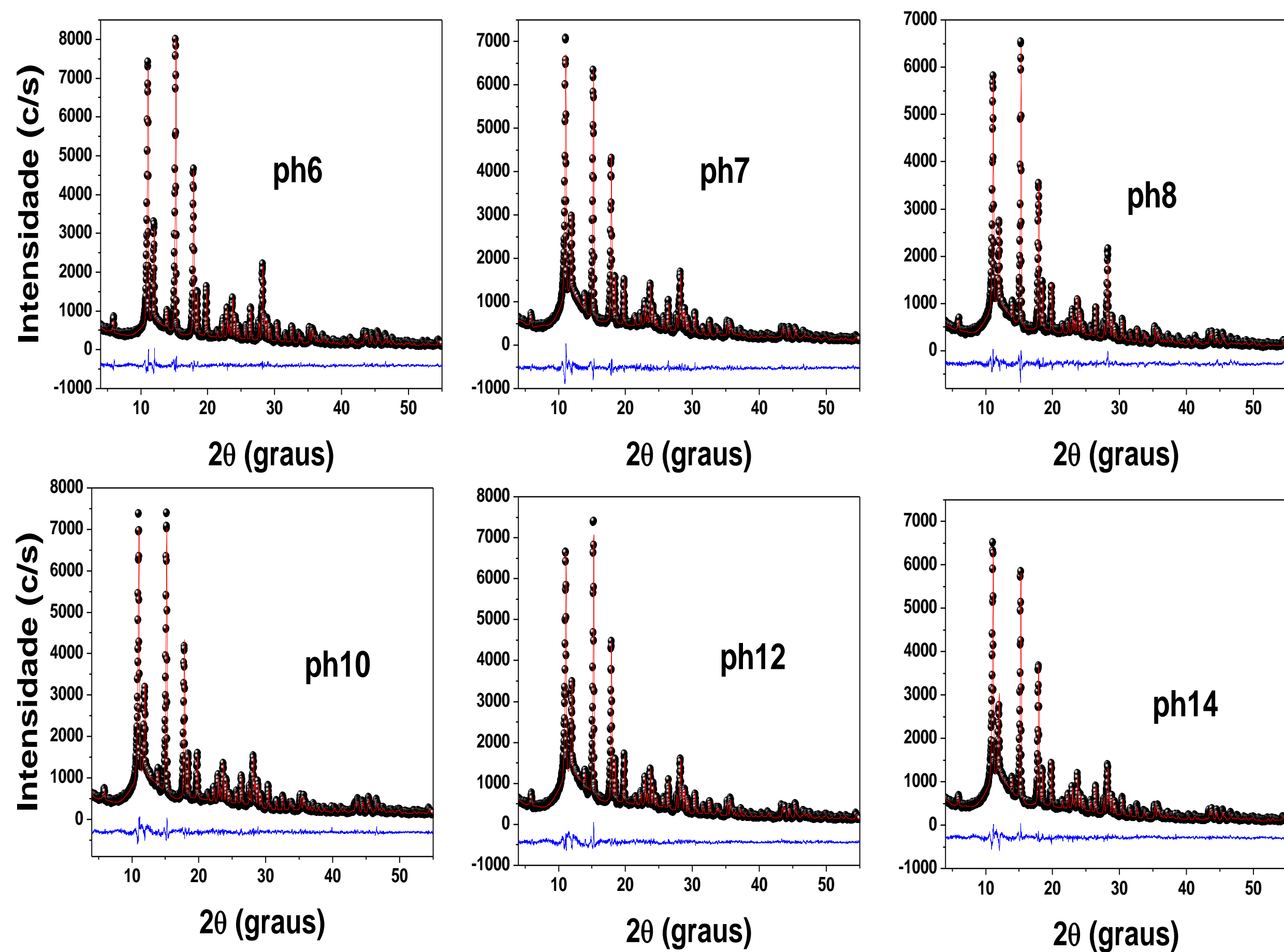
Bis(L-histidinato)Ni(II) Monohidratado  $Ni(C_6H_8N_3O_2)_2 \cdot H_2O$  cristaliza-se na simetria monoclinica com 4 moléculas por célula unitária, grupo espacial C2 e parâmetros de rede  $a=29,406(4)\text{Å}$ ,  $b=8,2675(9)\text{Å}$ ,  $c=6,3135(6)\text{Å}$  e  $\beta=90,01^\circ$  [T. Sakurai and H. Iwasaki, *Acta Crystallogr.*, B34, 660 (1978)]. Os átomos de Ni apresentam coordenação octaédrica ligando-se a duas moléculas de histidina.

Para se obter os cristais da solução de L-histidina mais cloreto de níquel, foram usados 2 moles de L-histidina para cada 1 mol de cloreto de níquel. Foram crescidos vários cristais com o pH da solução variando de 6 a 14. Pequenos cristais de cor violeta foram crescidos pelo método da evaporação lenta, com a temperatura mantida constante em  $30^\circ\text{C}$ , e, sob a forma de policristais, as amostras foram caracterizadas por difração de raios-X (difratometria de pó). Nas análises, o método Rietveld foi utilizado para se obter o comportamento dos parâmetros de rede desses cristais em função do pH da solução, já que o pH pode mudar a distribuição de cargas da molécula de histidina e, assim, causar mudanças na estrutura cristalina desse material.

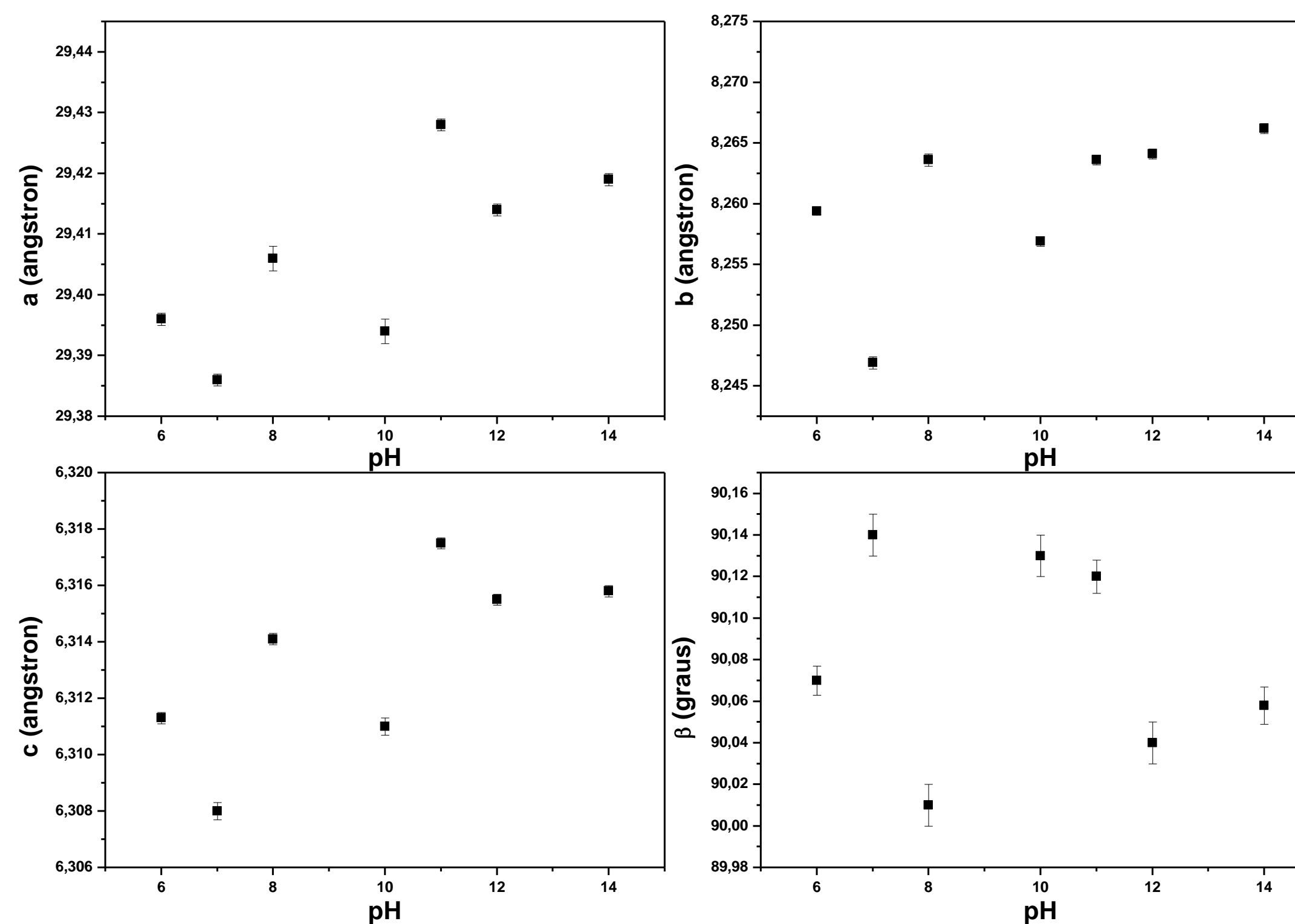
A solução de pH 6 foi a que permitiu o crescimento das amostras com maiores dimensões cristalinas ( $12 \times 4 \times 1$ ) mm. Medidas de curvas de rocking e topografia de raios-X sob geometria de reflexão (método de Berg-Barrett) foram obtidas para o cristal da solução de pH 6, para permitir a análise dos defeitos, cristalinos, claramente exibidos na topografia, e verificados pelas curvas de rocking (vários picos medidos).



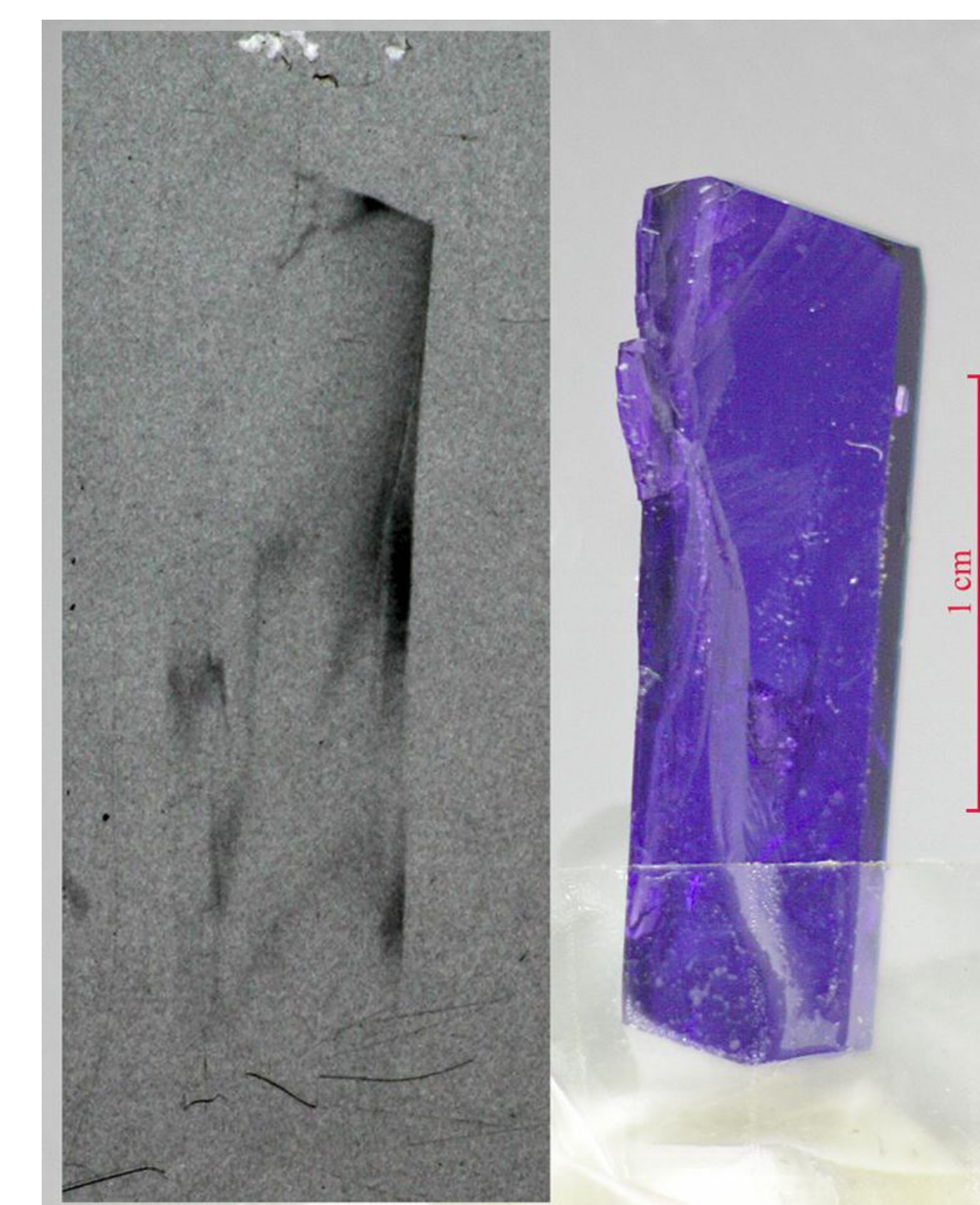
## REFINAMENTO RIETVELD EM FUNÇÃO DO pH DA SOLUÇÃO



## PARÂMETROS DE REDE E ÂNGULO $\beta$ EM FUNÇÃO DO pH DA SOLUÇÃO



## TOPOGRAFIA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM GEOMETRIA DE REFLEXÃO (BERG-BARRETT) DE UMA AMOSTRA DE Bis(L-HISTIDINATO)Ni(II) MONOHIDRATADO



## CONCLUSÃO:

A expansão da célula unitária do Bis(L-HISTIDINATO)Ni(II) MONOHIDRATADO que ocorre para maiores valores do pH da solução deve estar relacionada com uma possível variação de carga da histidina de +2 para -1, ou seja, em pH ácido o grupo carboxílico é  $\text{COOH}$ , a amina é  $\text{NH}_3^+$  e um dos nitrogênios do anel imidazol estará ligado a um hidrogênio gerando  $\text{NH}^+$ . Por outro lado, em pH básico o grupo carboxílico é  $\text{COO}^-$ , a amina é  $\text{NH}_2$  e restará um dos N do anel imidazol, que não mais estará mais ligado ao H. Esta mudança de carga favorece a ligação dos três grupos com o Ni. Então, devem aparecer vacâncias no cristal para o pH baixo e quando se aumenta o pH favorece-se a entrada e ligação do Ni com esses três grupos, expandindo assim os parâmetros de rede (célula unitária) da amostra. Quanto ao ângulo  $\beta$ , observa-se apenas uma oscilação com o aumento do pH da solução sem uma tendência definida.

## AGRADECIMENTOS:



e.edgar.dr@gmail.com  
almez@ifi.unicamp.br  
cardoso@ifi.unicamp.br