

## ESTRUCTURA CRISTALINA DE LA SUCCINODIAMIDOXIMA (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)

J.L.BALCAZAR\*, F.J.ZUÑIGA\*\*, C.PRIETO\*\*\*, J.L.DEL VALLE\*\*\*\* y J.L.BERNAL\*\*\*\*

### RESUMEN

Se ha determinado la estructura cristalina de la succinodiamidoxima. Pertenece al sistema monoclinico; P2<sub>1</sub>/n; a=4.883(1), b=5.197(2), c=13.283(2) Å, β=100.75(2)°; V=331.2(2) Å<sup>3</sup>; Z=2; M=146.149; Dcal.=1.465 Mg.m<sup>-3</sup>; λ=1.5405 Å; μ=9.625 cm<sup>-1</sup>; F(000)=156; valor final de R=0.040, para 2207 reflexiones observadas, medidas a temperatura ambiente; Rw=0.036.

### PALABRAS CLAVE

Estructura cristalina. Compuesto orgánico. Complejos analíticos.

### ABSTRACT

Monoclinic; P2<sub>1</sub>/n; a=4.883(1), b=5.197(2), c=13.283(2) Å, β=100.75(2)°; V=331.2(2) Å<sup>3</sup>; Z=2; M=146.149; Dcal.=1.465 Mg.m<sup>-3</sup>; λ=1.5405 Å; μ=9.625 cm<sup>-1</sup>; F(000)=156; R=0.040, four 2207 observed reflexions, room temperature; Rw=0.036.

### KEY WORDS

Structure crystalline. Organic compound. Analytic complex.

\* Departamento de Geología. Universidad de Alcalá.

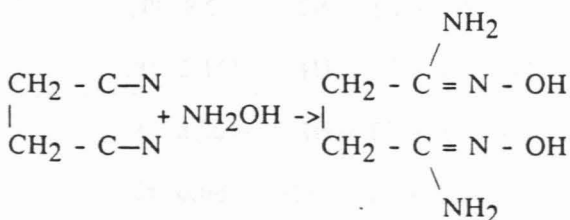
\*\* Departamento de Física. Universidad del País Vasco.

\*\*\* Departamento de la Materia Condensada, Cristalografía y Mineralogía y

\*\*\*\* Departamento de Química Analítica. Universidad de Valladolid.

### INTRODUCCION

Las oximas son especies químicas orgánicas que se utilizan para la identificación de elementos traza, por formar compuestos altamente coloreados. Mediante la reacción entre la hidroxilamina y el dinitrilo correspondiente, se obtienen las oximas. En el caso propuesto, la reacción es la siguiente:



con un rendimiento del 83.85%. El producto obtenido es blanco, de punto de fusión 176 °C, y cuyo análisis elemental concuerda con el análisis teórico. La solubilidad máxima es de 1.582 g/100 ml, en agua, disminuyendo notablemente, a medida que lo hace la polaridad del disolvente. El compuesto ha sido estudiado por espectroscopía Raman [DEL VALLE et al., 1986] y por termometría [BERNAL et al., 1986], habiéndose realizado los espectros de Masas, R.M.N., I.R., U.V-visible.

### EXPERIMENTAL

Se ha utilizado un cristal de forma prismática. Los parámetros de la celdilla se determinaron por el método de los mínimos

cuadrados, a partir de 17 reflexiones, medidas en un difractómetro Enraf-Nonius CAD-4, con monocromador de grafito, radiación Cu-K $\alpha$  y ángulos comprendidos entre 12 y 20°.

Se recogieron 2207 reflexiones, entre 2 y 60°, de las que has sido observadas 858, con el criterio de  $I > 2\sigma(I)$ , siendo calculado el valor de  $\sigma$  por conteo estadístico. El rango de índices de Miller fue de h (0 a 6), k (0 a 7) y l (-18 a 17), con dos reflexiones de referencia.

La estructura se resolvió por métodos directos, utilizando el MULTAN80 [MAIN et al., 1980], a partir de un conjunto de fases que proporcionaban la mejor figura de mérito, y cuyo mapa de E's mostró una distribución de máximos químicamente aceptable.

El refinamiento se realizó por mínimos cuadrados de matriz completa, primeramente con factor de estructura isotrópico y después anisotrópico. Los cálculos se realizaron con el sistema XRAY70 [STEWART et al., 1979].

Los factores atómicos se tomaron de "International Tables for X-ray Crystallography, 1974". Los átomos de hidrógeno se obtuvieron por síntesis de Fourier y fueron refinados con el factor de temperatura isotrópico correspondiente al átomo al que van unidos. El shift final es de  $0.16 \text{ eÅ}^{-3}$ , obteniéndose un factor final  $R = 0.040$  y de  $R_w = 0.036$ .

En la Tabla I se presentan las coordenadas relativas atómicas. En la Tabla II, las distancias interatómicas, los ángulos de enlace y ángulos de torsión más representativos. La Figura 1 muestran las moléculas en la celdilla unidad.

## CONCLUSIONES

Ha sido estudiada la reaccionabilidad de este compuesto, habiéndose constatado apreciablemente que para los iones, Fe(II), Fe(III), U(VI), Co(II), Cu(II), Ni(II), Pb(II), W(VI), Mo(VI) y Hg(II) es un reactivo apropiado, y preferentemente para el U y el Mo.

TABLA I. COORDENADAS ATOMICAS Y PARAMETROS TERMICOS  
FRACTIONAL COORDINATES AND THERMAL PARAMETERS  
as  $U_{eq} = 1/3 \hat{E}_i \hat{E}_j U_{ij} a_i^* a_j^* \cos(a_i, a_j) (\text{Å} \times 10^4)$

	x	y	z	$U_{eq}$
O	0.1161(2)	0.0699(2)	0.1206(1)	0.0399(5)
N1	-0.1154(2)	0.1983(2)	0.0585(1)	0.0284(4)
C1	-0.2019(2)	0.3845(2)	0.1075(1)	0.0256(5)
C2	-0.4439(2)	0.5414(2)	0.0548(1)	0.0278(6)
N2	-0.0957(3)	0.4437(2)	0.2069(1)	0.0433(7)
H1	-0.589(3)	0.529(2)	0.096(1)	0.035(3)
H2	-0.383(3)	0.721(2)	0.056(3)	0.036(3)
H3	0.073(4)	0.390(3)	0.234(1)	0.056(5)
H4	-0.139(3)	0.592(3)	0.229(1)	0.061(5)
H5	0.157(4)	0.040(3)	0.073(1)	0.070(5)

TABLA II. DISTANCIAS Y ANGULOS DE ENLACE Y ANGULOS DE TORSION  
BOND LENGTHS (Å) AND ANGLES (°) AND SOME TORSIONAL ANGLES

C1 - C2	1.498 (2)	N1 - C1 - C2	118.71 (9)	O - N1 - C1 - C2	-179.90 (9)
C1 - N1	1.281 (1)	N1 - C1 - N2	124.2 (1)	O - N1 - C1 - N2	- 2.9 (1)
C1 - N2	1.361 (1)	C2 - C1 - N2	117.1 (1)	N1- C1 - C2 - H1	121.2 (8)
N1 - O	1.434 (1)	C1 - N1 - O	111.04 (8)	N1- C1 - C2 - H2	-122.8 (8)
C2 - C2*	1.518 (1)	C1 - C2 - C2*	113.93 (9)	N2- C1 - C2 - H2	60.0 (8)

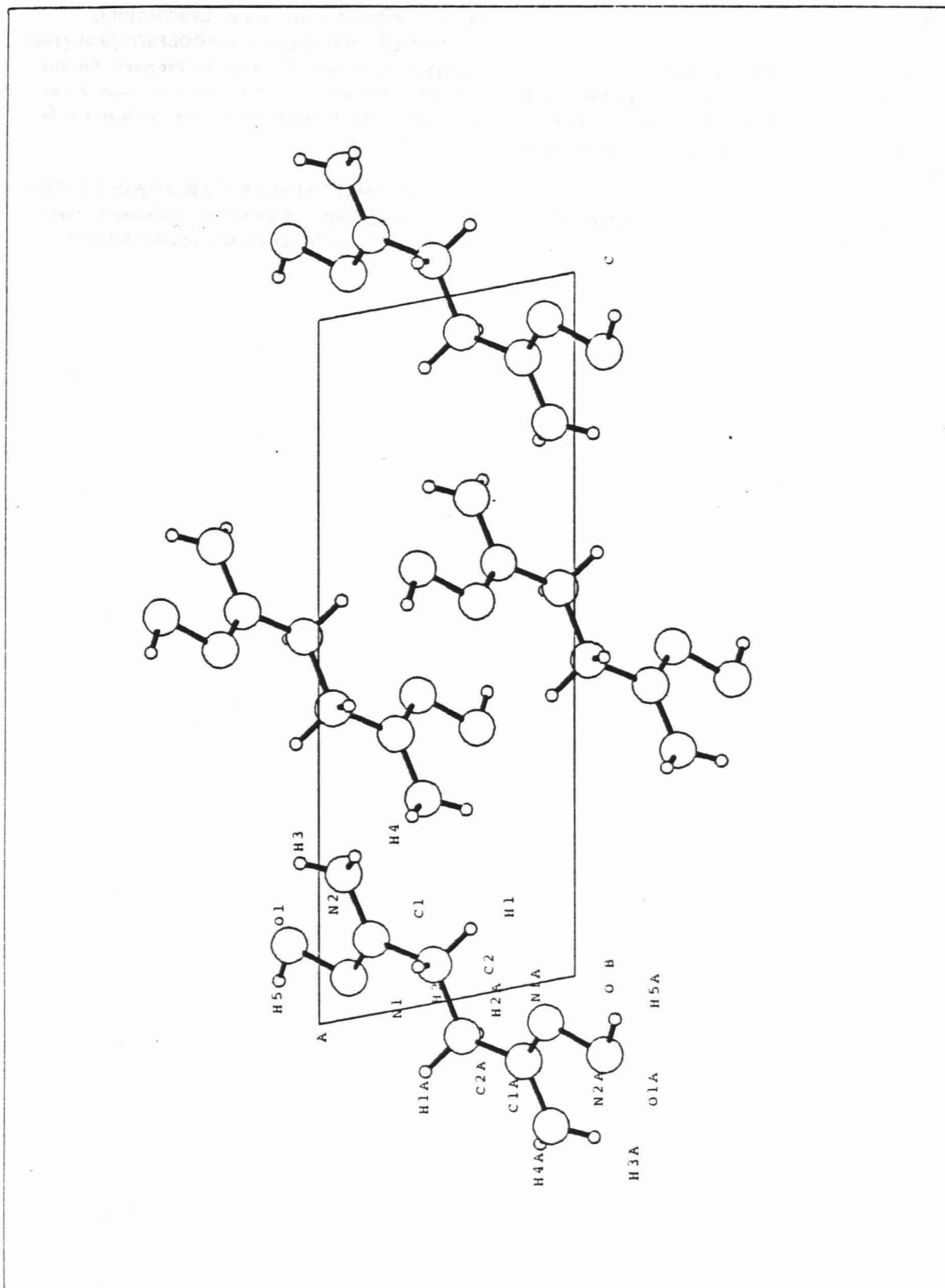


Figura 1. Representación de las moléculas en la celdilla unidad.

*Molecular position in unit cell.*

## BIBLIOGRAFIA

- BERNAL, J.L., DEL NOZAL, M.J., DEBAN, L. y DEL VALLE, J.L. (1986). Analytical properties of the amidoxima group. X. Potenciometric and thermometric behaviour of succiniamidoxime. J. of Thermal Analysis, **31**, 931-940.
- International Tables for X-ray Crystallography. (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
- MAIN, P., FISKE, S.J., HULL, S.E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERQ, J.P. y WOOLFSON, M.M. (1980). Multan80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data. Universidad de York, Inglaterra y de Louvain, Belgica.
- STEWART, J.M., KUNDELL, F.A. y BALDWIN, J.C. (1970). The X-ray70 System. Computer Science Center. Universidad de Maryland, College Park, Maryland. E.E.U.U.