

6



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

"DERIVADOS DE TETRAHIDROTELUROFENOS
MONOALQUILADOS Y LIGANTES
ALQUILXANTATOS".

T E S I S

PARA OBTENER EL TITULO DE

Q U I M I C A

P R E S E N T A :

ALICIA CORTES MORELOS

29/11/72



MEXICO, D. F.



SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA
SECRETARÍA DE QUÍMICA

2001



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado Asignado:

Presidente	Profa. Lena Ruiz Azuara.
Vocal	Profa. Mercedes Meijueiro Morosini.
Secretario	Prof. Raymundo Cea Olivares.
1er. Suplente	Profa. Mirna Rosa Estrada Yañez.
2do. Suplente	Profa. Verónica García Montalvo.

Sitio donde se desarrolló el tema: **Instituto de Química**



Asesor del Tema

Dr. Raymundo Cea Olivares.



Sustentante

Alicia Cortés Morelos.

Dedicatoria

Con este trabajo se cumple uno de mis sueños y metas que me propuse al iniciar mis estudios.

Sé que para muchas personas será una tesis más entre otras, pero para mí, ésta es la más importante, ya que al verla ahora en mis manos convertida en realidad, recuerdo tantas horas de esfuerzo, estudio y desvelo que implica toda una carrera profesional principalmente ésta, la QUÍMICA, que a pesar de todos sus sacrificios estoy convencida de que vale la pena.

Esta tesis se la dedico a toda mi familia, a mis abuelitas Carmen y Trini, a mis abuelitos Ramón y Pepe, a todos mis tíos (as), a mis primas (os) y amigas (os) esperando les sirva de aliciente para superarse y crecer cada día más como profesionistas y como personas. A toda la gente que confió en mí como mis maestros de todos niveles escolares, que si pudieran ver esto, sé que se sentirían muy orgullosos. Pero principalmente se la dedico a mis papás, Alicia y Humberto, a mi hermana Maribel y al amor de mi vida Jesús Alfonso.

Gracias mamá por tu dedicación, por tu tiempo, por tu paciencia, por tu apoyo, por tus consejos, por tu cariño, por tu amor, por tu ayuda. GRACIAS POR TODO ESTO Y MÁS. Te quiero mucho.

Gracias papá por tu dedicación, por tu apoyo, por tus consejos, por tu cariño, por tu amor, por tu ayuda, por tu tiempo, por tu paciencia. GRACIAS POR TODO ESTO Y MÁS. Te quiero mucho.

Gracias Maribel (*mi chavis*) por su tiempo, por su paciencia, por su apoyo, por sus consejos, por su cariño, por su amor, por su ayuda, por su buen humor. GRACIAS POR TODO. Te quiero mucho.

Gracias Amor por cada una de los momentos que hemos vivido, por cada consejo, por tu dedicación, por tu tiempo, por tu paciencia, por tu apoyo, por tu cariño, por tu amor, por tu ayuda, GRACIAS POR COMPARTIR ESTA VIDA CONMIGO. Te amo con toda mi alma.

Tengo tanto que agradecer a cada una de las personas que me han visto crecer y a la vida misma que solo puedo decir ...

GRACIAS A TODOS.

Alicia

Índice

Abreviaturas	(4)
--------------------	-----

Introducción	(5)
--------------------	-----

Capítulo 1

1.1 Objetivos	(6)
---------------------	-----

1.2 Antecedentes	(7)
------------------------	-----

Capítulo 2

2.1 Desarrollo experimental.

2.1.1 Preparación de 1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno.	(16)
--	------

2.1.2 Preparación de alquixantatos (metil, etil, isopropil y terbutil xantatos). ...	(17)
--	------

2.1.3 Síntesis de complejos de telurio.	(18)
--	------

2.1.4 Crecimiento de cristales.	(18)
--------------------------------------	------

2.1.5 Descripción del equipo empleado para la caracterización de compuestos sintetizados.	(19)
--	------

Capítulo 3

3.1 Caracterización de compuestos sintetizados.

3.1.1 Análisis Espectroscópico para el 1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno	(20)
--	------

a) Espectroscopía de IR.

b) Espectroscopía de Masas (FAB ⁺).

c) Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear
(RMN ¹H y RMN ¹²⁵Te).

3.1.2 Análisis Espectroscópico para los alquixantatos (metil, etil, isopropil y terbutil xantatos).	(22)
--	------

a) Espectroscopía de IR.

3.1.3 Análisis Espectroscópicos para el 1,1 – di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno.	(22)
---	------

a) Espectroscopía de IR.

b) Espectroscopía de Masas (FAB ⁺).

c) Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear
(RMN ¹H, RMN ¹³C, RMN ¹²⁵Te).

3.1.4	Análisis Espectroscópicos para el 1,1 – di(etilxantato) tetrahidrotelurofeno.	(24)
	a) Espectroscopía de IR.	
	b) Espectroscopía de Masas (FAB ⁺).	
	c) Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN ¹ H, RMN ¹³ C, RMN ¹²⁵ Te).	
3.1.5	Análisis Espectroscópicos para el 1,1 – di(isopropilxantato) tetrahidrotelurofeno.	(26)
	a) Espectroscopía de IR.	
	b) Espectroscopía de Masas.	
	c) Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN ¹ H, RMN ¹³ C, RMN ¹²⁵ Te).	
3.1.6	Análisis Espectroscópicos para el 1-iodo-1-terbutilxantato tetrahidrotelurofeno.	(28)
	a) Espectroscopía de IR.	
	b) Espectroscopía de Masas (FAB ⁺).	
	c) Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN ¹ H, RMN ¹³ C, RMN ¹²⁵ Te).	
3.1.7	Tabla comparativa de resultados de RMN ¹ H y RMN ¹²⁵ Te para los complejos sintetizados.	(31)
3.1.8	Análisis de la estructura cristalina para 1,1– diiodo tetrahidrotelurofeno.	(32)
3.1.9	Análisis de la estructura cristalina para 1,1 –di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno.	(36)
3.2	Discusión de Resultados.	(40)

Capítulo 4

4.1	Conclusiones.	(41)
-----	--------------------	------

Referencias	(42)
-------------	-------	------

Apéndices

- A. Espectros de IR.
- B. Espectros de Masas (FAB ⁺)
- C. Espectros de RMN ¹H, RMN ¹³C y RMN ¹²⁵Te .

Abreviaturas

Abreviatura	Significado
IR	Espectroscopía de Infrarrojo
RMN ¹ H	Resonancia Magnética Nuclear de ¹ H
RMN ¹³ C	Resonancia Magnética Nuclear de ¹³ C
RMN ¹²⁵ Te	Resonancia Magnética Nuclear de ¹²⁵ Te
FAB ⁺	Fast Atom Bombardment
TRPECV	Teoría de las repulsiones de los pares electrónicos de la capa de valencia
p.f.	Punto de fusión
p.eb.	Punto de ebullición
NC	Número de coordinación
C	Carbono cuaternario
-CH =	Carbono terciario
-CH ₂ -	Carbono secundario / Metileno
-CH ₃	Carbono primario / Metilo
H	Hidrógeno
O	Oxígeno
I	Yodo
S	Azufre
Te	Telurio
Se	Selenio
Po	Polonio
Br	Bromo
Cl	Cloro
Ag	Plata
N	Nitrógeno
Na	Sodio
-C - O - C -	Grupo funcional éter
DCM	Diclorometano
CDCl ₃	Cloroforno
AgCN	Cianuro de Plata
KOH	Hidróxido de potasio / potasa
cm ⁻¹	Centímetros a la menos uno
ppm	Partes por millón
Å	Amstrongs
°C	Grados Centígrados

Introducción

En los últimos 25 años se han reportado con mayor auge diversos complejos que contienen átomos de telurio, principalmente con $\text{Te}^{(IV)}$ y ligantes donadores como los ditiocarbamatos, ditiofosfinatos, etc. Durante estos estudios se han detectado características de gran interés, por mencionar algunas de ellas, la actividad del par electrónico libre del Te y la coordinación que tiene el ligante al unirse a éste.

La TRPECV es el modelo más sencillo y por lo tanto el más empleado para explicar las geometrías que presentan los compuestos que contienen elementos representativos. Para compuestos con Te, principalmente los que tienen un alto estado de oxidación y un número de coordinación no muy elevado [ejemplo NC = 4 para el $\text{Te}^{(IV)}$, como es nuestro caso], el par electrónico libre debe de ser tomado en cuenta para proponer su geometría. Apoyándonos es esta teoría, la geometría de coordinación para complejos que contiene un átomo de Te y que están rodeados por 4 átomos donadores es la de bipirámide trigonal.

Este trabajo amplía el campo en la química del telurio, ya que presenta complejos de éste a partir del tetrahidrotelurofeno con ligantes alquilxantatos. Desde su síntesis hasta un análisis completo, incluyendo las técnicas de IR, Masas (FAB⁺), RMN ¹H, RMN ¹³C, RMN ¹²⁵Te y difracción de rayos X de monocristal, se pueden apreciar a lo largo de éste, ya que son el fundamento para la caracterización de cada uno de los compuestos sintetizados.

Capítulo 1

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivos Generales.

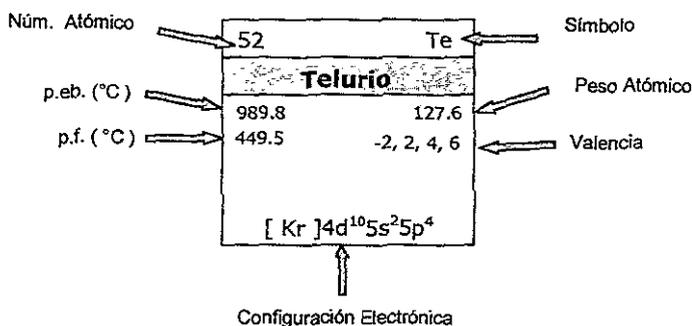
- Sintetizar cada uno de los complejos 1,1 - di (alquixantato) tetrahidrotelurofenos para estudiar la geometría que presentan.
- Preparar el 1,1 - diiodo tetrahidrotelurofeno, así como los ligantes alquixantatos (donde los grupos alquilo son: metil,etil, isopropil y terbutil) que se emplearán para el desarrollo de este trabajo.

1.1.2 Objetivos Particulares.

- Caracterizar cada uno de los compuestos sintetizados empleando técnicas espectroscópicas de IR, Masas (FAB ⁺), RMN ¹H, RMN ¹³C y RMN ¹²⁵Te.
- Determinar si los ligantes alquixantatos de nuestros compuestos presenta una coordinación isobidentada, anisobidentada o monodentada con el centro metálico (Te^{IV}) apoyándonos en técnicas de IR y difracción de rayos X de monocristal.
- Determinar por difracción de rayos X de monocristal, la estructura cristalina y molecular de los compuestos sintetizados.

1.2 Antecedentes

El telurio es el protagonista de este proyecto. Este elemento pertenece al grupo VIA o grupo 16 de la tabla periódica, donde también se encuentran el O, S, Se y el Po. Algunas características específicas del telurio son:



• Propiedades Generales del Grupo VI A o Grupo 16.

A pesar de que el oxígeno forma parte de este grupo existe una gran diferencia entre sus propiedades químicas y las de los restantes miembros del grupo. La variación de propiedades en el resto del grupo es gradual. Las diferencias entre el oxígeno y los demás elementos de este grupo se pueden atribuir a:

1. Al tener menor electronegatividad los elementos del S al Po debilitan el carácter iónico al compararlos con sus análogos del oxígeno.
2. El NC de los compuestos no está limitado a un valor máximo de 4, ni la valencia a 2, como para el oxígeno, ya que presentan orbitales "d" disponibles.
3. A medida que aumenta el tamaño del elemento la electronegatividad decrece y el carácter metálico aumenta.
4. Generalmente entre más alto sea el estado de oxidación es menor la estabilidad del compuesto.¹

• Historia de los Organoteluros.

El primer compuesto organometálico de telurio fue reportado por Woehler en 1840 con la síntesis del dietiltelurio. A partir de 1920, se publican diversos artículos que describen la química (estructura y reactividad) de compuestos que contenían átomos de telurio (organoteluros), por ejemplo el 1- telurano ^{2,3} estudiado por G.T.Morgan y sus colaboradores, el fenoxitelurino que fue sintetizado en 1926 por Drew ⁴ y el tetrahidrotelurofeno, por Morgan y Burstall en 1931 ⁵. La síntesis del tetrahidrotelurofeno a partir de la reducción del telurio de sodio con el 1,4 – dibromobutano fue propuesta por Farrar y Gulland en 1945.

A partir de este momento, esta química quedó relativamente abandonada, ya que el número de publicaciones disminuyó considerablemente. Durante este periodo, resaltan las publicaciones que incluyen los métodos de síntesis del telurofeno en 1966 y el del benzotelurofeno en 1971.

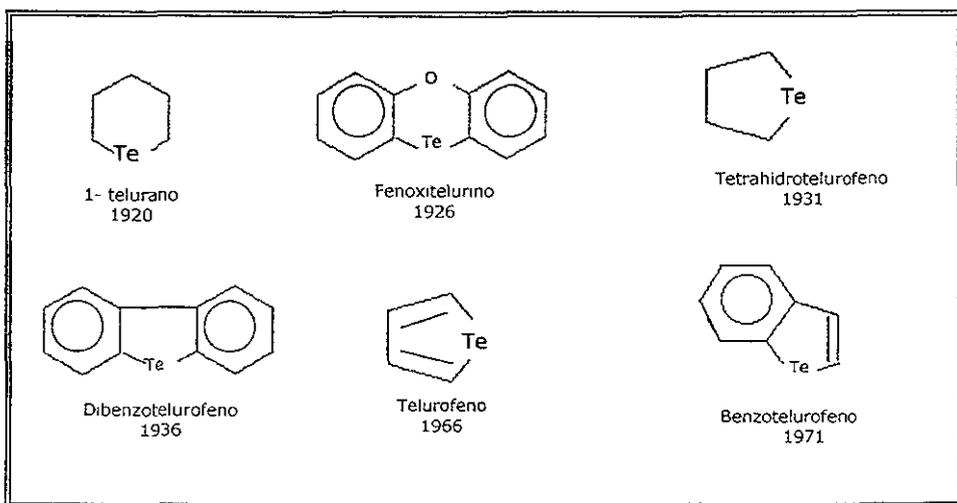


Fig.1 Compuestos de Telurio a lo largo de la historia.

Pero el desarrollo de esta química se ha dado con mayor auge en los últimos 25 años

• Nomenclatura.

La IUPAC (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada) y el Chemical Abstracts coinciden en nombrar a los anillos de 5 miembros que contienen un átomo de Te como telurofenos. La numeración de estos heterociclos se designa a partir del Te; en caso de estar unido a un grupo benzo, se nombrará benzotelurofeno.

Existen varias formas de nombrar al 4 – teluraciclopentano, frecuentemente se nombra como **tetrahidrotelurofeno**, pero también existen otras como 2,5 - dihidrotelurofeno y ciclotelurobutano.

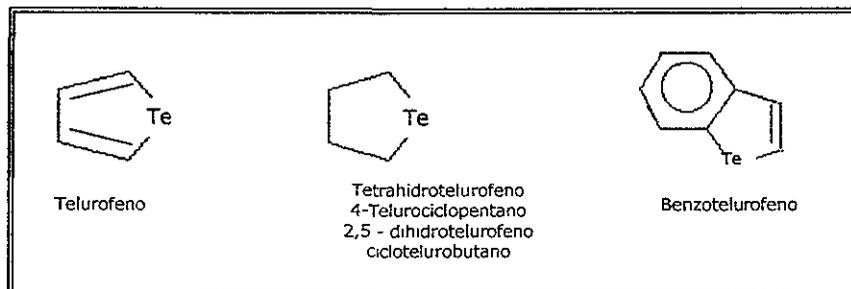


Fig. 2 Nomenclatura empleada para compuestos con telurio.

• Métodos de síntesis para tetrahidrotelurofenos.

El 1,1 – diiodo tetrahidrotelurofeno fue sintetizado por Morgan y Burstall, a partir del 1,4 – diiodobutano con telurio metálico y calentamiento. Para la obtención del tetrahidrotelurofeno, se realiza una reducción con dióxido de azufre (SO_2) al 1,1 – diiodo tetrahidrotelurofeno y la separación se hace por destilación, con adición oxidativa de Cl, Br, I, obteniéndose los 1,1 – dihalotelurofenos respectivos ⁵

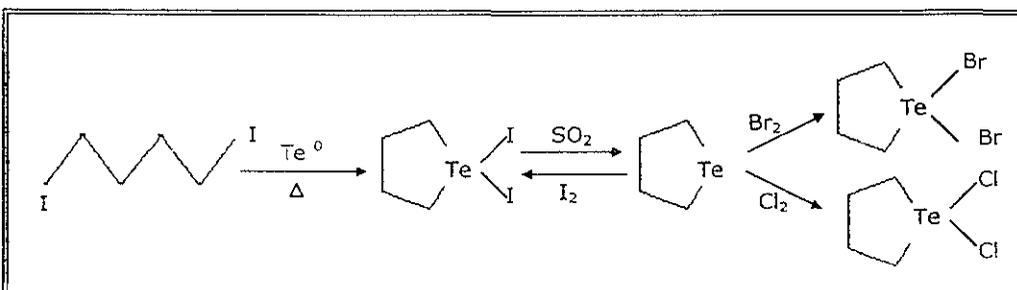


Fig. 3 Método empleado por Morgan y Burstall para la síntesis del 1,1 – diiodotetrahidrotelurofeno

Otro método para obtener el tetrahidrotelurofeno, fue el empleado por Farrar y Gulland en 1945. A partir de la reducción del 1,4 - dibromobutano con telurio de sodio.

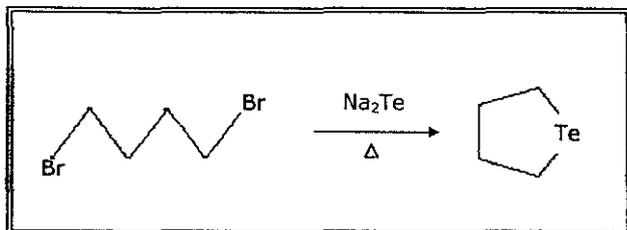


Fig. 4 Método para la síntesis del tetrahidrotelurofeno.

El método empleado en este proyecto es el reportado por Rubaie - Al e Ishirayda, el cual tiene una variación al método reportado por Ziolo en 1978.

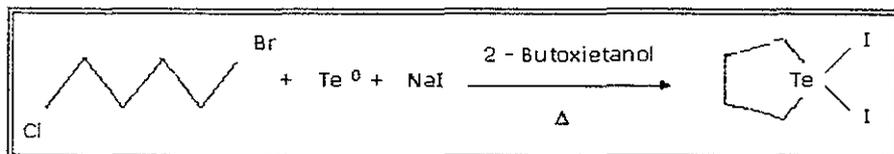


Fig. 5 Método reportado por Rubaie - Al e Ishirayda.

La mayoría de los derivados del tetrahidrotelurofeno se sintetizan a partir de reacciones de sustitución del diiodo tetrahidrotelurofeno. La adición de óxido de plata, seguida del THF acuoso da como resultado el 1,1-difluorotetrahidrotelurofeno con rendimiento del 82%. Otros derivados son los 1,1-dihalo tetrahidrotelurofenos, los cuales son sintetizados a partir del 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno y adicionando cloruro o bromuro de plata, obteniéndose los productos con buenos rendimiento (80%)^{6,7}

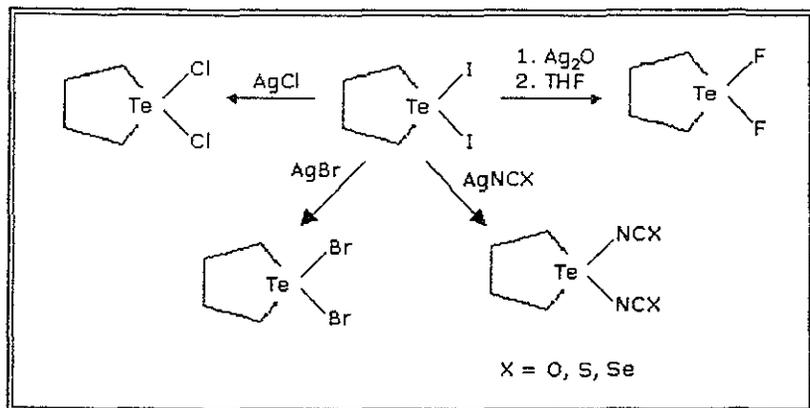


Fig. 6 Reacciones de sustitución para el 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno.

Otros productos de sustitución derivados del 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno, son los 1,1- dicarboxiltetrahidrotelurofeno, empleando sales de carboxilato de plata⁷, acetato de plata⁷, benzoato, tricloroacetato y butilmaleato.⁸ La reacción de AgCN con 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno da el 1,1- ticianotetrahidrotelurofeno y la adición de un exceso de azida de plata da 1,1 - diazidatetrahidrotelurofeno.

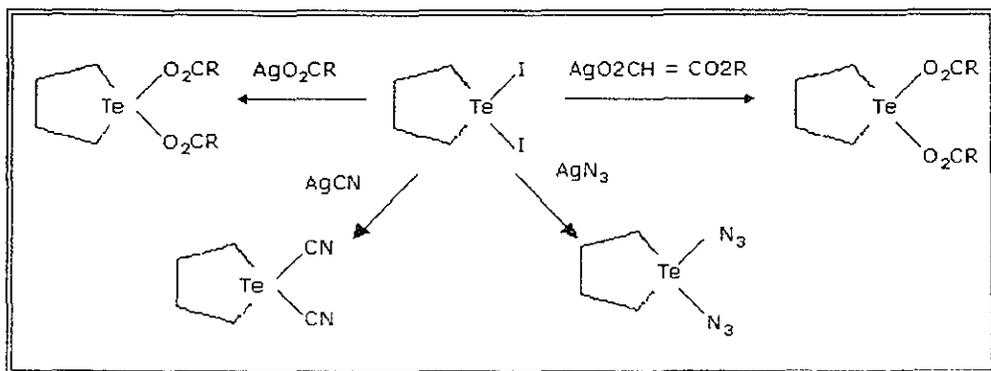


Fig 7 Productos de sustitución derivados del 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno

Este tipo de ligantes presenta varias formas resonantes, donde la carga negativa se encuentra deslocalizada:

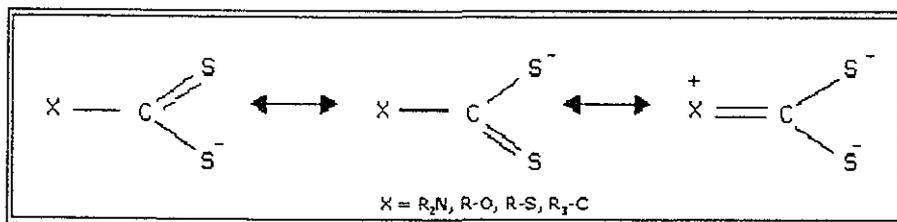


Fig. 10 Estructuras resonantes para ligantes 1,1- ditiolatos.

Estos ligantes pueden interactuar de 3 formas diferentes con metales de transición y representativos. Éstas son:

- **Interacción de enlace:** cuando las distancias interatómicas M – S corresponden a la suma de los radios covalentes de cada átomo.
- **Interacción de semienlace:** cuando las distancias interatómicas M – S son mayores a las establecidas por los enlaces covalentes pero menores a la suma de los radios de Van der Waals.
- **Interacción de no enlace:** cuando la distancia interatómica M – S es mayor o igual a la suma de los radios de Van der Waals.¹¹

Haiduc propone diferentes tipos de coordinación dependiendo esto del número de centros metálicos y de los ligantes.¹² Estos tipos de coordinación son:

- **Simétrico bidentado o isobidentado:** existe un enlace covalente entre el átomo C y el de S, además las distancias de enlace metal – azufre son iguales, la carga negativa se encuentra deslocalizada con carácter parcial de doble enlace distribuida entre los 2 átomos de azufre y el carbono.

- **Asimétrico bidentado o anisobidentado:** En este caso, existe una interacción intermolecular $M \cdots S$, esta distancia está entre la suma de los radios covalentes del metal y azufre y la suma de los radios de Van der Waals de los mismos. Este tipo de coordinación presenta un semienlace entre el metal y un átomo de azufre y un enlace sencillo con el otro átomo de azufre.
- **Monodentada:** Encontramos que el ditiolato se encuentra enlazado al metal solo por un átomo de azufre con un enlace sencillo y el otro átomo de azufre conserva el carácter de doble enlace.¹²

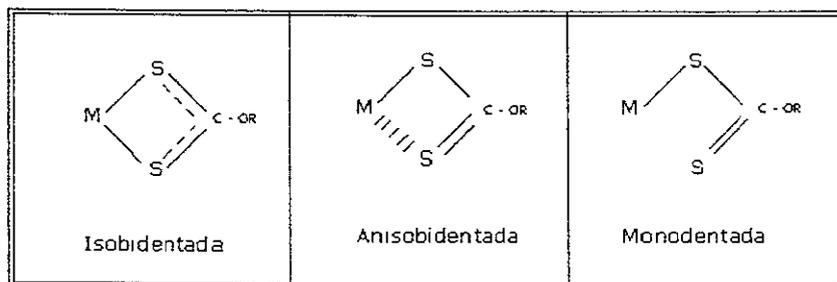


Fig. 11 Formas como puede interactuar el ligante con el metal.

- **Características Espectroscópicas de IR para los ligantes dialquilxantatos.**

Apoyándonos en trabajos realizados por Ugo y Bonati, los cuales emplearon ligantes carbamatos, indican que en la región de $950 - 1050 \text{ cm}^{-1}$, se pueden observar señales que atribuyen a las vibraciones CSS_{asim} . Si observamos una señal, la coordinación del ligante es isobidentada; cuando esta señal se dobletea la coordinación es monodentada o anisobidentada. La diferencia entre estas dos coordinaciones (monodentada o anisobidentada) depende de la distancia que exista entre los picos de la banda dobleteada¹³ Este tipo de desdoblamiento se debe a la deformación de un enlace bidentado asimétrico, asegura Brown en un artículo publicado en 1976¹⁴

Nosotros empleamos este criterio para caracterizar a ligantes xantatos, tomando en cuenta las similitudes y diferencias que existen entre los ligantes carbamatos y los xantatos, principalmente la presencia del átomo de nitrógeno en los carbamatos a diferencia de los xantatos con un átomo de oxígeno, el cual provoca que las bandas de CSS que esperamos para los xantatos se observan a más alta energía si las comparamos con sus análogos de ligantes carbamatos.

- **Complejos con un átomo de telurio.**

Como ya se había mencionado anteriormente el Te presenta varios estados de oxidación $-2, +2, +4$ y $+6$ y sus NC van desde 2 a 8. Con átomos suaves como azufre, el telurio prefiere estados de oxidación bajos y con donadores duros como son el oxígeno y el flúor, el telurio presenta su estado de oxidación máximo que es de $+6$.

Con ligantes bidentados 1,1 – ditiolatos, como ditiocarbamatos, xantatos y ditiolfosfatos, la estructura de estos complejos está influenciada por la habilidad coordinante del ligante.¹⁵

Un factor importante a considerar en estos compuestos es la presencia del par electrónico libre del telurio. Apoyándonos en la TRPEEV, podemos dar explicación a la geometría observada para cada complejo. Este par electrónico puede ser estereoquímicamente activo, el cual siempre se refleja en la geometría del compuesto. En estudios publicados anteriormente se ha detectado que en estados de oxidación y NC bajos, el par electrónico es estereoquímicamente activo, ocurriendo lo contrario al presentarse estados de oxidación y NC altos.

En complejos de $\text{Te}^{(IV)}$ no hay evidencia de que el par libre de electrones sea estereoquímicamente activo, ejemplos TeX_6^{2-} (X = Cl, Br), $\text{Te}(\text{dtc})_4$ (donde dtc = ligante ditiocarbamato), etc.¹⁰

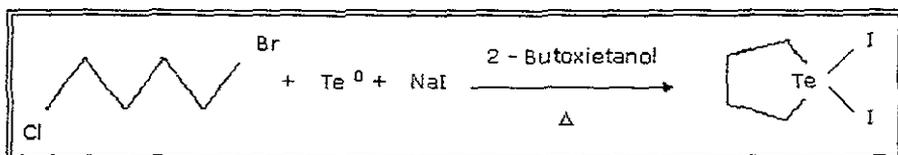
Para complejos que contienen un átomo de $\text{Te}^{(IV)}$ unido a dos átomos de azufre, el enlace entre Te – S, se forma por el uso de un orbital “p” del telurio originando un enlace covalente.¹⁵ Se podría hablar de un sistema de 3 centros 4 electrones (3c 4e), pero esto no sucede siempre, ya que depende de la geometría del complejo. Además para ser un sistema de (3c 4e) debe cubrir ciertos requisitos, como el ángulo que se forma entre S – Te – S debe de ser de 180° .

Capítulo 2

2.1 Desarrollo Experimental.

2.1.1 Preparación de 1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno.

REACCIÓN:



TÉCNICA

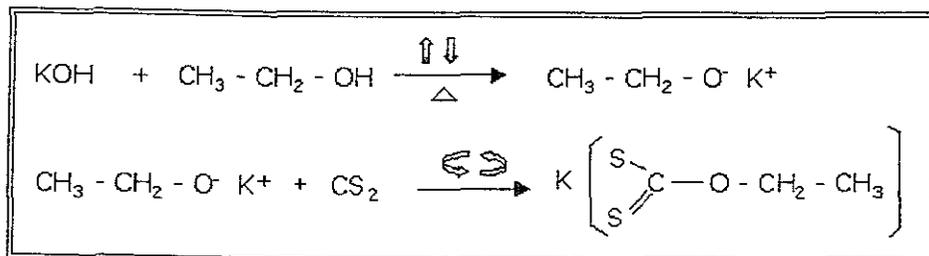
Se coloca en un matraz de bola 11.957 g (0.02 moles) de yoduro de sodio (NaI), 2.553 g (0.02 moles) de telurio metálico (Te^0), 2.2 mL (0.02 moles) de 1-bromo,4-cloro butano con 80 mL de 2-butóxi etanol. Se introduce en un baño de aceite caliente a una temperatura de $120^\circ C$, la cual se debe de mantener constante por 3 hrs. Durante este periodo la reacción se encuentra en agitación constante. Se deja enfriar y se observa la precipitación de un compuesto de color rojo brillante. Se filtra, se lava con agua y se seca al vacío.¹⁶ A las aguas madres se les agrega más agua y se observa la precipitación de más cristales. En la primera filtración se obtienen cristales de color rojo brillantes y en la siguiente de color naranja. En estudios hechos con anterioridad, se ha comprobado que estos 2 precipitados se trata del mismo compuesto y la diferencia de color se debe solo a que en el primero (de color rojo) no presenta aguas de hidratación y el segundo (el de color naranja) sí.

RESULTADOS

Compuesto	Color	Peso obtenido (gr)	Rendimiento (%)	Punto de fusión (p.f)
1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno	rojo brillante	6.615	76.385	151 - 153 °C
1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno · X H ₂ O	naranja brillante	1.67	19.283	150 - 152 °C
TOTAL		8.285	95.668	

2.1.2 Preparación de xantatos (metil, etil, isopropil y terbutil xantato).

REACCIÓN:



TÉCNICA

Se colocan 2.805 g (0.05 moles) de KOH con 7.6 mL de alcohol etílico en un matraz de bola. Con agitación constante se deja en reflujo por 1 hr. Se deja enfriar, se elimina el agua formada y se observa la formación de un sólido de color blanco (etóxido de potasio). A este sólido se le agrega lentamente y con agitación constante 3 mL de disulfuro de carbono (CS₂). Se filtra y se seca al vacío el sólido amarillo formado (etil xantato) y se lava con éter etílico frío. ¹⁷

Este mismo procedimiento se empleo para la preparación de los demás xantatos utilizados en este proyecto.

RESULTADOS

Compuesto	Color	Peso Obtenido (gr)	Rendimiento (%)	Punto de Fusión (p.f)
Metil Xantato	naranja claro	4.531	79.785	> 300°C
Etil Xantato	amarillo claro	4.618	76.392	> 300°C
Isopropil Xantato	amarillo anaranjado	4.052	60.458	> 300°C
Terbutil Xantato	amarillo canario	4.282	61.065	> 300°C

Capítulo 3

3.1 Caracterización de los compuestos sintetizados.

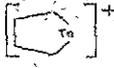
3.1.1 Análisis Espectroscópico para el 1,1-diiodo tetrahidrotelufeno.

- Espectroscopía de IR.

Se observan señales entre $2850 - 3000 \text{ cm}^{-1}$, lo cual implica la presencia de un compuesto saturado. La señal en 1430.813 cm^{-1} corresponde a $-\text{CH}_2-$ (metilenos). También se puede ver una señal amplia a 3427.5 cm^{-1} que indica que el compuesto está un poco húmedo o que el KBr siendo un compuesto higroscópico, no estuviera bien seco y éste haya absorbido un poco de agua. (Apéndice A – Espectro No.1)

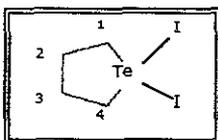
- Espectroscopía de Masas.

Nuestra materia prima tiene un peso molecular de 437.4 g/mol . En el espectro no se observa el ión molecular, pero si se puede apreciar la fragmentación que tiene nuestro compuesto (Apéndice B – Espectro No.1) :

Fragmentación de la molécula	(m / z)
$[\text{TeI}_2]^+$	382
	311
$[\text{I-I}]^+$	254
	184
$[\text{Te}]^+$	128
$[\text{I}]^+$	127

- **Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear**
(RMN ^1H y RMN ^{125}Te).

Para que el análisis sea más claro, emplearemos este pequeño esquema para identificar cada una de las posiciones del compuesto que estamos caracterizando.



- **RMN ^1H**

Se observan 2 picos claramente. El pico que aparece a más bajo campo a 3.910 ppm, corresponden a los dos H que se encuentran en las posiciones (1) y (4) que son equivalentes, ya que presentan el mismo ambiente químico y magnético.

A más alto campo, a 2.980 ppm se observa otro pico. La integración también es para 4 hidrógenos, lo que implica que corresponde a los hidrógenos que se encuentran en las posiciones (2) y (3) que son equivalentes. (Apéndice C– Espectro No. 1)

- **RMN ^{125}Te**

En el espectro se observa claramente un pico a 782.458 ppm, el cual corresponde al único átomo de Te del compuesto sintetizado. (Apéndice C– Espectro No.10)

3.1.2 Análisis Espectroscópico para los alquiltantatos (metil, etil, isopropil y terbutil xantatos).

- Espectroscopía de IR.

(Apéndice A – Espectros No. 2 – 5)

Compuesto	Fórmula	Banda	Grupo Funcional
Metil xantato	$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{K-S-C-O-CH}_3 \end{array}$	Bandas entre 2850 - 3000 cm^{-1}	compuesto saturado
		Banda en 1420,4 cm^{-1}	-CH ₃
		Banda ancha entre 1049 - 1108 cm^{-1}	grupo éter -C-O-C-
		Banda dobleteada en 1049 - 1108 o 16 cm^{-1}	CSS coordinación monodentada o anisodentada
Etil xantato	$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{K-S-C-O-CH}_2\text{-CH}_3 \end{array}$	Bandas entre 2850 - 3000 cm^{-1}	compuesto saturado
		Banda en 1462,603 cm^{-1}	-CH ₃ y/o CH ₂
		Banda en 1381,291 cm^{-1}	-CH ₂
		Banda 1051,2 cm^{-1}	grupo éter -C-O-C-
Isopropil xantato		Banda entre 2850 - 3000 cm^{-1}	compuesto saturado
		Banda en 1372,075 cm^{-1}	-CH ₃
		Banda dobleteada 1132,3 y 1184,4 cm^{-1}	grupo isopropil
		Banda ancha 1085,132 cm^{-1}	grupo éter -C-O-C-
Terbutil xantato	$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{K-S-C-O-C} \\ \quad \quad \quad \\ \quad \quad \quad \text{CH}_2 \\ \quad \quad \quad \\ \quad \quad \quad \text{CH}_2 \\ \quad \quad \quad \\ \quad \quad \quad \text{CH}_3 \end{array}$	Bandas entre 2850 - 3000 cm^{-1}	compuesto saturado
		Banda en 1448,855 cm^{-1}	-CH ₃
		Banda en 1381,291 y 1184,4 cm^{-1}	grupo terbutil
		Banda ancha entre 1070 - 1150 cm^{-1}	grupo éter -C-O-C-
		Banda dobleteada 1050,255 cm^{-1} y 1109 cm^{-1}	CSS coordinación monodentada o anisodentada

3.1.3 Análisis Espectroscópicos para el 1,1 - di (metiltantato) tetrahidrotelurofeno.

- Espectroscopía de IR.

(Apéndice A – Espectro No. 6)

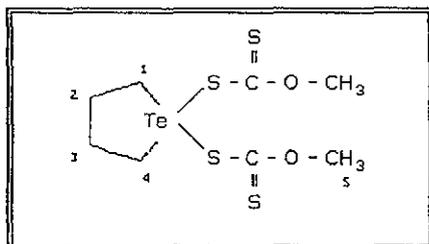
Compuesto	Fórmula	Banda	Grupo funcional
1,1- di(metiltantato)tetrahidro- telurofeno		Bandas entre 2850 - 3000 cm^{-1}	compuesto saturado
		Banda en 1430,6 cm^{-1}	-CH ₃
		Banda dobleteada en 1097,2 - 1135,6 cm^{-1}	CSS coordinación monodentada o anisodentada
		Banda en 530 - 540 cm^{-1}	Unión Te - C

- Espectroscopía de Masas.

Fragmentación de la molécula	(m/z)
	293
	186
	158
	120
	73

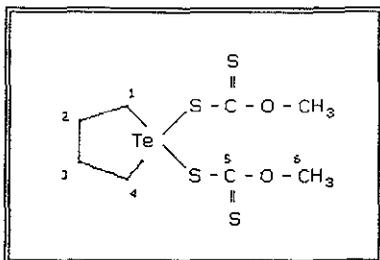
(Apéndice B – Espectro No.2)

- Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear
(RMN ¹H, RMN ¹³C, RMN ¹²⁵Te).



- RMN ¹H

Se observan 3 señales A más bajo campo, a 4.082 ppm, encontramos un pico que integra para 6 hidrógenos. Estos hidrógenos son los que pertenecen a los grupos metilo que forman parte del ligante (metil xantato). A más alto campo, encontramos 2 picos, uno a 3.192 ppm y otro a 2.702 ppm. El primer pico corresponde a los H que se encuentran en las posiciones (1) y (4) que son equivalentes y el segundo a los H que están en las posiciones (2) y (3). La integración para cada una de estas señales es de 4 hidrógenos. (Apéndice C – Espectro No 2).



- RMN ¹³C

En el espectro se pueden ver 4 señales. A campo bajo, una señal a 221.231 ppm, la cual corresponde al C(5) que tiene unido los 2 átomos de azufre. A bajo campo encontramos 3 señales. En 60.973 ppm encontramos 1 pico que corresponde al C(6) perteneciente al -CH₃ del ligante. A continuación vemos 2 picos, a 40.996 ppm y 33.599 ppm, que por analogía a la RMN ¹H, el primero pertenece a los C(1) y C(4) y el segundo a los C(2) y C(3). (Apéndice C – Espectro No. 6)

- RMN ¹²⁵Te

Se observa solo una señal a 798.914 ppm. (Apéndice C – Espectro No. 11).

3.1.4 Análisis Espectroscópicos para el 1,1 – di (etilxantato) tetrahidrotelurofeno.

- Espectroscopía de IR.

(Apéndice A – Espectro No. 7).

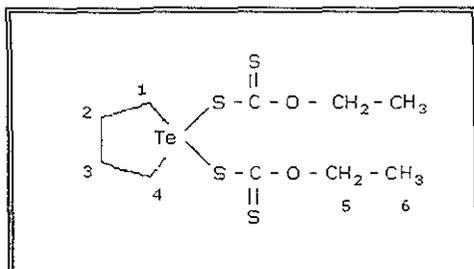
Compuesto	Forma	Rango	Grupos Funcionales
1,1-di(etilxantato) tetrahidrotelurofeno		Banda entre 2850 - 3000 cm ⁻¹	compuesto saturado
		Banda en 1438.8 cm ⁻¹	CH ₃ y/o CH ₂
		Banda ancha en 1070 - 1150 cm ⁻¹	Grupo éter -C-O-C-
		Banda dobleada en 1103.2 - 1178.5 cm ⁻¹	CSS coordinación monodentada o ambidentada
		Banda en 520 - 540 cm ⁻¹	Unión Te-C

- **Espectroscopía de Masas.**

(Apéndice B – Espectro No. 3)

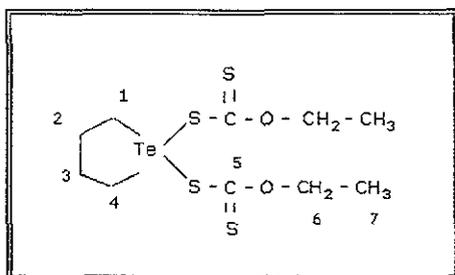
Fragmentación de la molécula	m/z
	307
	281
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	56
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	43
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	28

- **Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear**
(RMN ¹H, RMN ¹³C, RMN ¹²⁵Te).



- **RMN ¹H**

Se observan 4 grupos de señales. A más bajo campo, a 4.569 ppm, tenemos un cuadruplete simétrico. La integración de esta señal es para 4 hidrógenos. Si tenemos 4 picos implica que tenemos 3 vecinos y con la estructura que tenemos corresponden a los H(5), que pertenecen al -CH₂- que forman parte del grupo etil en el ligante. El otro grupo de señales está integrado por 3 picos, su centro está a 1 402 ppm. Esta señal integra para 6 hidrógenos, esto implica que son los H(6), que forman el -CH₃ del etil. Las otras 2 señales están a la altura de 3.213 ppm y 2 719 ppm que corresponden a los H(1) y H(4) para el primer pico y el segundo para H(2) y H(3), que pertenecen al anillo. Cada una de estas señales integran para 4 hidrógenos (Apéndice C – Espectro No. 3)



- RMN ^{13}C

Observamos 5 señales, a más bajo campo aparece la señal para el C(5), el cual está unido con los 2 átomos de azufre. Esta señal aparece a 220.476 ppm. A 70.729 ppm tenemos una señal para el C(6), en 14.134 ppm hay un pico que corresponde al C(7) Los C(1) y C(4) son equivalentes y su señal aparece en 40.851 ppm y para C(2) y C(3) en 33.660 ppm. (Apéndice C – Espectro No. 7).

- RMN ^{125}Te

Una señal en 789.051 ppm, indica la existencia de un átomo de telurio. (Apéndice C – Espectro No. 12).

3.1.5 Análisis Espectroscópicos para el 1,1–di(isopropilxantato) tetrahidrotelurofeno.

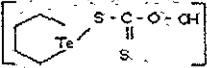
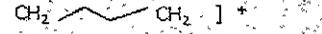
- Espectroscopía de IR.

(Apéndice A – Espectro No. 8).

Compuesto	Fórmula	Banda	Grupo funcional
1,1– di(isopropilxantato) tetrahidr. otelurofeno		Bandas entre 2850 - 3000 cm^{-1}	compuesto saturado
		Banda en 1437.863 cm^{-1}	-CH ₃ y/o -CH ₂ -
		Banda en 1372157 cm^{-1}	CH ₃
		Banda ancha en 1070 - 1150 cm^{-1}	Grupo éter -C-O-C-
		2 Bandas en 1147 112 cm^{-1} y 1179.59 cm^{-1}	Grupo isopropil
Banda dobleteada en 1019 012 - 1083 313 cm^{-1}	CSS coordinación monodentada o anisobidentada		

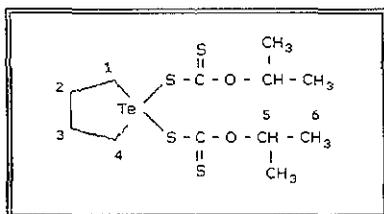
- **Espectroscopía de Masas.**

(Apéndice B – Espectro No 4).

Fragmentación de la molécula	(m/z)
	293
	186
	56

- **Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear**
(RMN ¹H, RMN ¹³C, RMN ¹²⁵Te).

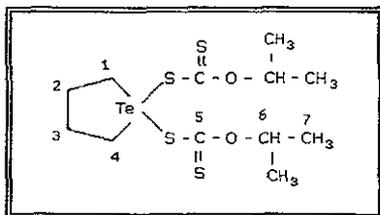
Este compuesto no se pudo recristalizar y como consecuencia su nivel de pureza no es el más adecuado. Esto se vio reflejado en todos los análisis de RMN ¹H, RMN ¹³C y RMN ¹²⁵Te , en los cuales se pueden apreciar señales que corresponden aún a la materia prima (1,1 – diiodo tetrahidrotelurofeno).



- **RMN ¹H**

Se observan 3 grupos de señales. A más bajo campo, a 3.200 ppm, encontramos un pico que integra para 4 hidrógenos. Este pico corresponde a los H(1) y H(4) que son equivalentes. En 2.6874 ppm encontramos la señal que corresponde a los H(2) y H(3) que también son equivalentes. La integración para cada una de estas señales es de 4 hidrógenos. Para el grupo de señales que aparece a la altura de 1.333 ppm, corresponde al grupo isopropil del ligante. Su integración es para 14 hidrógenos.

La señal que corresponde a CH-O debería de observarse aproximadamente a 4 ppm, pero el tiempo de análisis de la muestra no fue suficiente para que fuera detectado por el aparato (Apéndice C – Espectro No 4).



- RMN ¹³C

En este caso, no se puede observar el pico que corresponde al C (5), el cual debería de aparecer a bajo campo aproximadamente a 220 ppm, ésto se debió a que no se dejó el tiempo necesario de análisis de la muestra dentro del aparato y por ello no fue detectado. A campo bajo, observamos una señal a 78.500 ppm, la cual corresponde al C(6). A alto campo encontramos 3 grupos de señales. Los 2 picos, a 40.943 ppm y 33.622 ppm, que por analogía a la RMN ¹H, el primero pertenece a los C(1) y C(4) y el segundo a los C(2) y C(3). Estos 2 picos se observan dobleteados, ésto se debe a que en nuestra muestra aún existe materia prima que no reaccionó. A 21.554 ppm observamos un pico para los C(7) que son equivalentes en el grupo isopropil por formar parte del -CH₃. (Apéndice C – Espectro No. 8).

- RMN ¹²⁵Te

Se observa dos señales una a de 781.554 ppm y la otra a de 754.223 ppm. La primera señal sale aproximadamente a la misma altura de la materia prima (782.458 ppm), lo que nos indica que nuestro compuesto, está contaminado con un poco de ella. Y el pico a más alto campo es el que representa a nuestro compuesto sintetizado. (Apéndice C – Espectro No. 13).

3.1.6 Análisis Espectroscópicos para el 1- iodo-1-terbutil xantato tetrahidrotelurofeno.

- Espectroscopía de IR.

(Apéndice A – Espectro No. 9).

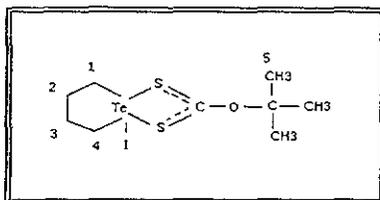
Compuesto	Fórmula	Banda	Grupo Funcional
1-iodo-1-terbutil xantato tetrahidrotelurofeno.		Bandas entre 2850 - 3000 cm ⁻¹	compuesto saturado
		Banda en 1430.08 cm ⁻¹	CH ₂ y/o CH ₃
		Banda dobleteada 1201.148 - 1261.227 cm ⁻¹	grupo terbutil
		Banda en 1047.877 cm ⁻¹	CSS coordinación isobienada
		Banda 530-540 cm ⁻¹	Unión Te-C

- **Espectroscopia de Masas.**

(Apéndice B – Espectro No. 5).

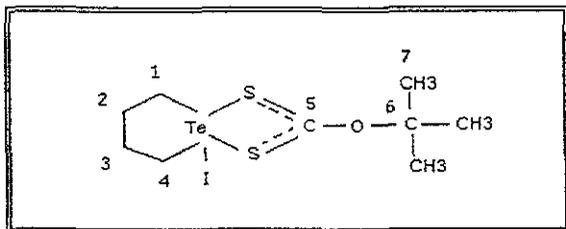
Fragmentación de la molécula	(m / z)
	293
	186
	158
	120
	73

- **Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear**
(RMN ¹H, RMN ¹³C, RMN ¹²⁵Te).



- **RMN ¹H**

Se observan 3 señales. A más bajo campo, a 4.105 ppm, encontramos un pico que integra para 9 hidrógenos. Estos hidrógenos son los que pertenecen a los grupos metilo que forman parte del ligante (terbutil xantato). A más alto campo, encontramos 2 picos, uno a 3.215 ppm y otro a 2.724 ppm. El primer pico corresponde a los H(1) y H(4) que son equivalentes y el segundo a los H(2) y H(3) que también lo son. La integración para cada una de estas señales es de 4 hidrógenos (Apéndice C – Espectro No. 5).



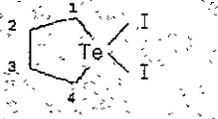
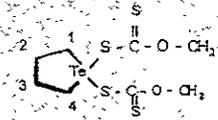
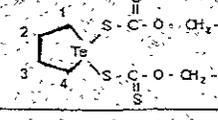
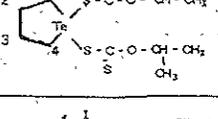
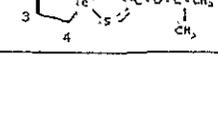
- RMN ^{13}C

En el espectro se pueden ver 5 señales. A campo bajo, una señal a 221.292 ppm, la cual corresponde al C(5) que tiene unido los 2 átomos de azufre. A alto campo, encontramos 4 señales. En 60.943 ppm encontramos 1 pico que corresponde al C(6) perteneciente al carbono cuaternario del grupo terbutil del ligante. A continuación vemos 2 picos, a 41.118 ppm y 33.569 ppm, que por analogía a la RMN ^1H , el primero pertenece a los C(1) y C(4) y el segundo a los C(2) y C(3). La última señal pertenece a los $-\text{CH}_3$ del grupo terbutil, se encuentra en 1.103 ppm. (Apéndice C – Espectro No. 9).

- RMN ^{125}Te

Se observa solo una señal a 205.745 ppm. (Apéndice C – Espectro No. 14).

3.1.7 Tabla comparativa de resultados de RMN ¹H y RMN ¹²⁵Te para los complejos sintetizados.

Complejo	Formula	Resultados de RMN ¹ H	Resultados de RMN ¹²⁵ Te
1,1-diiodo-tetrahidrotelurofeno		H(1) y H(4) 3.910 ppm H(2) y H(3) 2.980 ppm	782.458 ppm
1,1-di(metilxantato)-tetrahidrotelurofeno		H(1) y H(4) 3.192 ppm H(2) y H(3) 2.702 ppm	798.914 ppm
1,1-di(etilxantato)-tetrahidrotelurofeno		H(1) y H(4) 3.213 ppm H(2) y H(3) 2.719 ppm	789.051 ppm
1,1-di(isopropil-xantato)-tetrahidrotelurofeno		H(1) y H(4) 3.200 ppm H(2) y H(3) 2.667 ppm	754.223 ppm
1-yodo-1-terbutil-xantato tetrahidrotelurofeno		H(1) y H(4) 3.213 ppm H(2) y H(3) 2.724 ppm	205.745 ppm ?

En esta tabla podemos apreciar que para la materia prima (1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno), los desplazamientos químicos correspondientes a los hidrógenos que forman parte del anillo del tetrahidrotelurofeno los encontramos a más alto campo si lo comparamos con los complejos sintetizados.

Con respecto al desplazamiento químico del telurio, éste varía un poco, pero el intervalo en toda la serie no es muy grande.

3.1.8 Análisis de la estructura cristalina para 1,1 – diiodo tetra- hidrotelurofeno.

Se determinó por difracción de rayos X de monocristal la estructura de nuestra materia prima, el 1,1 – diiodo tetrahidrotelurofeno.

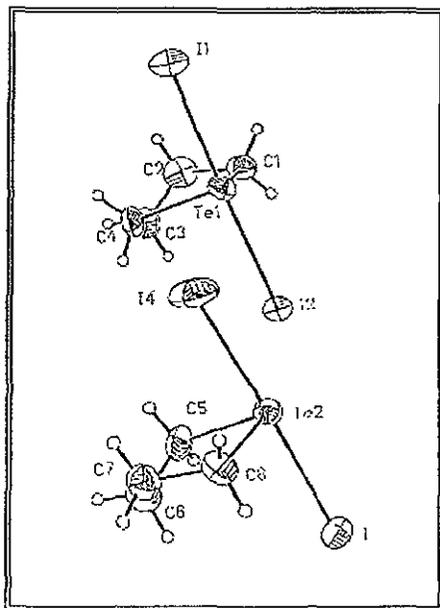


Fig. 12 Complejo 1,1 – diiodo tetrahidrotelurofeno.

✓ Características del Cristal.

Características	Datos del Cristal
Fórmula	$[C_7H_8]_2 Te I_2$
Color	Rojo brillante
Forma del cristal	Prisma
Sistema cristalino	Monoclínico
Grupo espacial	$P2_1/n$
Dimensiones de la celda unitaria	$a = 12.736 (5) \text{ \AA}$ $b = 10.426(4) \text{ \AA}$ $c = 13.948 (5) \text{ \AA}$ $\beta = 90.780 (0)^\circ$
Volumen	$1852 (2) \text{ \AA}^3$

Este compuesto presenta una geometría de coordinación de bipirámide trigonal, donde los átomos de yodo se encuentran en las posiciones axiales y los 2 átomos de carbono que forman parte del anillo en las ecuatoriales, con las siguientes distancias:

Átomos	Distancias de Enlace
I (1) – Te (1)	2.891 Å
I (2) – Te (1)	2.993 Å
Te (1) – C (1)	2.167 Å
Te (1) – C (4)	2.181 Å

Y el ángulo de enlace entre I(1) – Te(1) – I(2) es de 176.5(1)° y para C(1) – Te(1) – C(4) es de 84.0 (5)°.

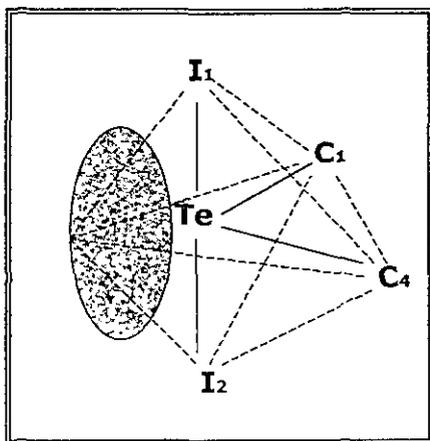


Fig. 13 Geometría de coordinación para el 1,1– diiodo tetrahidrotelurofeno.

El par electrónico estereoquímicamente activo que tiene este complejo puede ocupar la quinta posición de coordinación del poliedro. La zona de color gris que se localiza en la Fig 13, nos indica la zona posible en la que podemos encontrar al par de electrones libres del telurio.

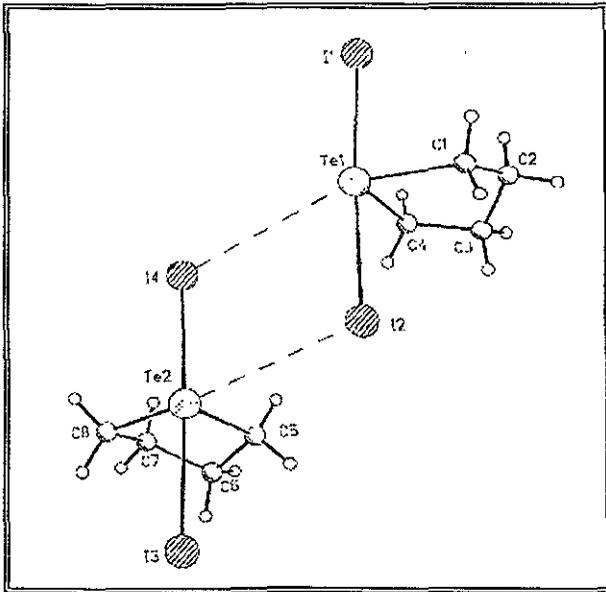


Fig. 14 Interacciones débiles intermoleculares entre el Te-I.

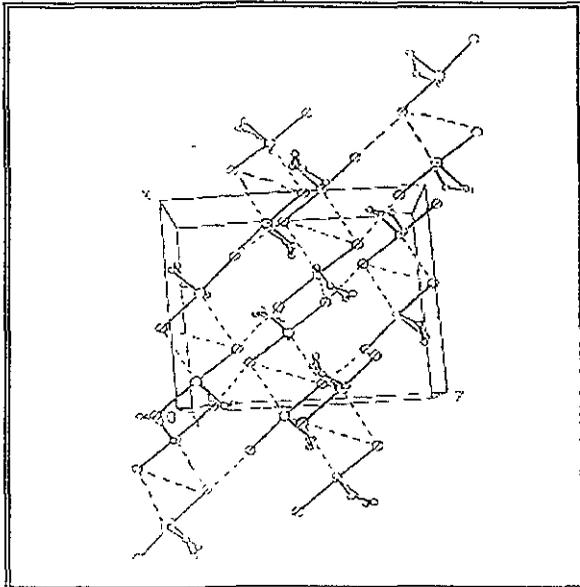


Fig. 15 Red cristalina del complejo 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno.

En la red cristalina se pueden observar interacciones débiles intermoleculares con distancias de enlace Te – I (3.72 Å).

Las distancias de enlace para este complejo son:

Átomos	Distancia de enlace (Å)
I(1) - Te(1)	2.891 (2)
I(3) - Te(2)	2.966 (2)
Te(1) - C(1)	2.167 (12)
Te(2) - C(5)	2.167 (12)
C(1) - C(2)	1.529 (20)
C(3) - C(4)	1.53 (20)
C(6) - C(7)	1.509 (22)
I(2) - Te(1)	2.993 (2)
I(4) - Te(2)	2.914 (2)
Te(1) - C(4)	2.181 (12)
Te(2) - C(8)	2.175 (13)
C(2) - C(3)	1.469 (20)
C(5) - C(6)	1.494 (20)
C(7) - C(8)	1.515 (20)

Los ángulos de enlace para el 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno son:

Átomos	Ángulo de enlace (°)
I(1) - Te(1) - I(2)	176.5 (1)
I(2) - Te(1) - C(1)	88.1 (3)
I(2) - Te(1) - C(4)	88 (4)
I(3) - Te(2) - I(4)	177.6 (1)
I(4) - Te(2) - C(5)	91.1 (4)
I(4) - Te(2) - C(8)	88.3 (3)
Te(1) - C(1) - C(2)	105.1 (9)
C(2) - C(3) - C(4)	111.3 (12)
Te(2) - C(5) - C(6)	105.6 (9)
C(6) - C(7) - C(8)	111.5 (12)
I(1) - Te(1) - C(1)	88.4 (3)
I(1) - Te(1) - C(4)	92.1 (4)
C(1) - Te(1) - C(4)	84 (5)
I(3) - Te(2) - C(5)	88.3 (4)
I(3) - Te(2) - C(8)	89.3 (3)
C(5) - Te(2) - C(8)	84.6 (5)
C(1) - C(2) - C(3)	111.4 (12)
Te(1) - C(4) - C(3)	104.9 (8)
C(5) - C(6) - C(7)	112.3 (13)
Te(2) - C(8) - C(7)	105.1 (9)

3.1.9 Análisis de la estructura cristalina para 1,1 - di (metilxantato) tetrahidrotelurofeno.

Se determinó por difracción de rayos X de monocristal, la estructura de uno de los complejos obtenidos, éste fue el 1,1 - di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno.

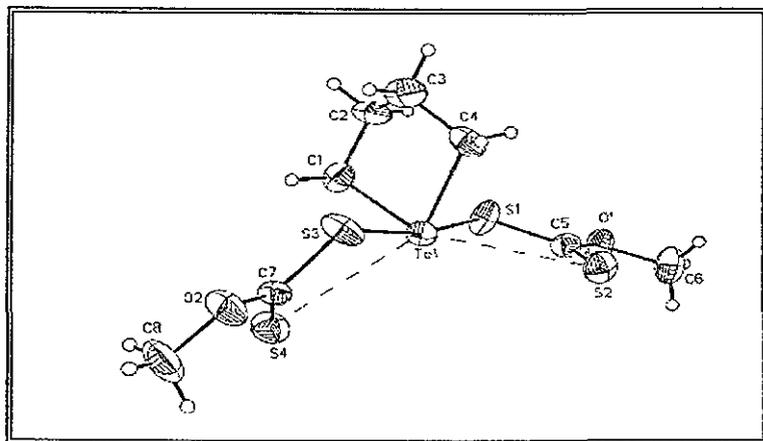


Fig. 16 Complejo el 1,1 - di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno.

✓ Características del Cristal.

Características	Datos del Cristal
Fórmula	$C_8H_{14}O_2S_4Te$
Color	Amarillo
Forma del cristal	Prisma
Sistema cristalino	Monoclinico
Grupo espacial	C_2/c
Dimensiones de la celda unitaria	$a = 17.067 (2) \text{ \AA}$ $b = 13.577(2) \text{ \AA}$ $c = 13.589 (2) \text{ \AA}$ $\beta = 113.250 (0)^\circ$
Volumen	$2893.1 (8) \text{ \AA}^3$

Para este complejo se puede ver una geometría de coordinación bipirámide trigonal, donde los átomos de azufre se encuentran en la posición axial, sustituyendo los yodos que ocupaban esa posición en la materia prima y los 2 átomos de carbono que pertenecen al anillo se encuentran ecuatorialmente al telurio. Las distancias son las siguientes:

Átomos	Distancias de Enlace
Te (1) – S(1)	2.629 Å
Te (1) – S(3)	2.628 Å
Te (1) – C(1)	2.135 Å
Te (1) – C(4)	2.144 Å

Y el ángulo de enlace entre S(3) – Te(1) – S(1) es de 170.5(1)° y para C(1) – Te(1) – C(4) es de 85.0 (3)°.

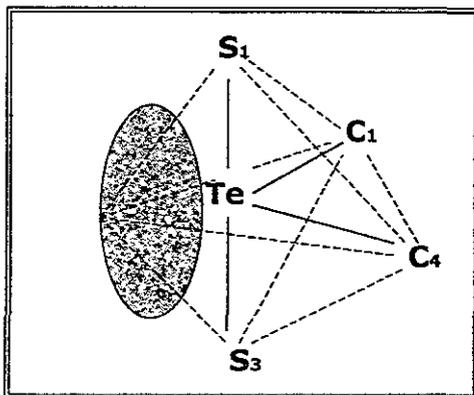


Fig. 17 Geometría de coordinación para el 1,1 - di(metilantato) tetrahidrotelurofeno.

El par electrónico estereoquímicamente activo que tiene el complejo ocupa la quinta posición de coordinación del poliedro.

El par libre se sitúa en una posición ecuatorial. Al encontrarse en esa posición tiende a repeler los pares de enlace y hace que se desplacen de la posición que ocupaban en una bipirámide trigonal no distorsionada.

Además se presentan interacciones intramoleculares entre T(1) y S(2) de 3.370 Å y Te(1) y S(4) de 3.361 Å, cuyo valor está entre la suma de radios de Van der Waals para el Te – S y la suma de radios covalentes del mismo. Estas interacciones intramoleculares se pueden ver en la estructura molecular.

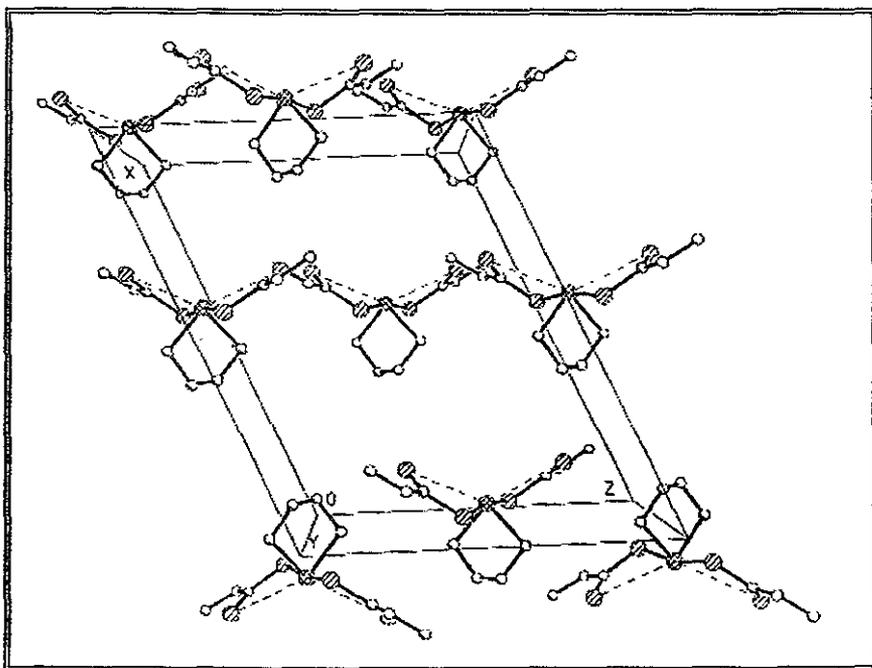


Fig. 18 Red cristalina del Complejo 1,1 - di (metilxantato) tetrahidrotelurofeno.

En el análisis de difracción de rayos X de monocristal, se observa una interacción de enlace entre $\text{Te}(1) - \text{S}(1)$ y con $\text{S}(3)$ [2.629 (2) Å].

En la red cristalina podemos observar que no existen interacciones intermoleculares.

El ligante presenta un modo de coordinación anisobidentada al interactuar con el telurio. El Te presenta un $\text{NC} = 4$ sin contar las interacciones $\text{Te} - \text{S}(4)$ y $\text{Te} - \text{S}(2)$ y si las tomamos en cuenta, éste presenta un número de coordinación igual a 6.

Las distancias de enlace para este complejo son:

Átomos	Distancia de enlace (Å)
Te(1) - S(1)	2.629 (2)
Te(1) - C(1)	2.135 (10)
S(1) - C(5)	1.724 (10)
S(3) - C(7)	1.74 (7)
O(1) - C(5)	1.341 (10)
O(2) - C(7)	1.338 (10)
C(1) - C(2)	1.522 (10)
C(3) - C(4)	1.522 (15)
Te(1) - S(3)	2.628 (2)
Te(1) - C(4)	2.144 (7)
S(2) - C(5)	1.643 (8)
S(4) - C(7)	1.629 (8)
O(1) - C(6)	1.446 (17)
O(2) - C(8)	1.438 (10)
C(2) - C(3)	1.359 (16)

Los ángulos de enlace para el 1,1 - di (metilxantato) tetrahidrotelurofeno son:

Átomos	Ángulo de enlace (°)
S(1) - Te(1) - S(3)	170.5 (1)
S(3) - Te(1) - C(1)	89.3 (2)
S(3) - Te(1) - C(4)	83.4 (2)
Te(1) - S(1) - C(5)	98.8 (3)
C(5) - O(1) - C(6)	119.0 (8)
Te(1) - C(1) - C(2)	99.9 (6)
C(2) - C(3) - C(4)	107.5 (8)
S(1) - C(5) - S(2)	126.8 (5)
S(2) - C(5) - O(1)	124.5 (7)
S(3) - C(7) - O(2)	107.9 (5)
S(1) - Te(1) - C(1)	83.7 (2)
S(1) - Te(1) - C(4)	89.6 (2)
C(1) - Te(1) - C(4)	85.0 (3)
Te(1) - S(3) - C(7)	98.6 (3)
C(7) - O(2) - C(8)	118.3 (7)
C(1) - C(2) - C(3)	120.3 (9)
Te(1) - C(4) - C(3)	106.2 (6)
S(1) - C(5) - O(1)	108.7 (6)
S(3) - C(7) - S(4)	126.3 (5)
S(4) - C(7) - O(2)	125.8 (5)

3.2 Discusión de Resultados.

Los compuestos sintetizados a partir del 1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno con ligantes alquilxantatos, presentan para el telurio un número de coordinación de 4 sin contar las interacciones entre el $\text{Te} - \text{S}(4)$ y $\text{Te} - \text{S}(2)$ y si las tomamos en cuenta, éste presenta un número de coordinación igual a 6.

De acuerdo a los estudios de IR realizados, se sugiere que para esta serie de compuestos tenemos 2 tipos de coordinación con los ligantes empleados. Para los complejos 1,1 - di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno, 1,1 - di(etilxantato) tetrahidrotelurofeno e 1,1 - di(isopropilxantato) tetrahidrotelurofeno observamos una coordinación monodentada o anisobidentada (una banda dobleteada) y solo para el 1-iodo - 1- terbutilxantato tetrahidrotelurofeno se aprecia una coordinación isobidentada (una sola banda).

En este proyecto solo obtuvimos monocristales para el complejo de 1,1- di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno. Con ellos se realizó el análisis de difracción de rayos X y pudimos aclarar la duda que surgió en el análisis de IR, de que si el ligante tenía una coordinación anisobidentada o monodentada por el hecho de observarse una banda dobleteada. Ahora uniendo los resultados de los análisis de IR y difracción de rayos X de monocristal podemos sugerir que para el 1,1-di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno , el ligante presenta una coordinación anisobidentada.

La TRPECV (Teoría de Repulsión de los Pares Electrónicos de la Capa de Valencia) , nos indica que cada par electrónico debe de tener el mayor espacio posible. Con base en esta teoría, la geometría propuesta para nuestros compuestos [1,1-diiodo tetrahidrotelurofeno, el 1,1 - di(alquilxantato) tetrahidrotelurofeno] es la de una bipirámide trigonal, lo que se vio comprobado por los estudios de difracción de rayos X de la materia prima y del metil derivado.

En estos compuestos podríamos tener 2 opciones para localizar este par libre, ya sea en una posición axial o en la ecuatorial. Con los estudios realizados, sabemos que el par libre se encuentra preferentemente en la posición ecuatorial, tendiendo a repeler los enlaces axiales, además de que es esa posición sólo tiene la interacción de 2 pares de enlace aproximadamente a 90° , en cambio en la suposición de que se encontraran en la posición axial esta interacción sería de 3 pares de enlace.

Capítulo 4

4.1 Conclusiones.

Los objetivos propuestos al iniciar este trabajo se cumplieron, ya que básicamente se trataban de la síntesis y caracterización de algunos derivados del tetrahidrotelurofeno.

Se logró la preparación de todas las materias primas (del 1,1- diiodo tetrahidrotelurofeno y de los alquilxantatos) siguiendo los métodos reportados, así como la síntesis de los complejos 1,1- di (alquilxantatos) tetrahidrotelurofenos.

Se emplearon todas las técnicas espectroscópicas mencionadas en nuestros objetivos IR, Masas (FAB ⁺), RMN ¹H, RMN ¹³C y RMN ¹²⁵Te para la caracterización de cada uno de los compuestos.

Para el análisis de difracción de rayos "X" se necesitaba obtener monocristales de los diferentes complejos sintetizados. Por un periodo largo de tiempo, solo nos dedicamos al crecimiento de cristales, pero desafortunada y a la vez afortunadamente solo obtuvimos cristales para el 1,1- di(metilxantato) tetrahidrotelurofeno, el cual ayudo a sugerir que el ligante se encuentra coordinado al centro metálico de manera anisobidentada.

En estudios realizados anteriormente, se ha observado que compuestos similares a éstos con telurio pueden ser empleados en procesos catalíticos o como inhibidores de enzimas. No descartariamos la posibilidad de que los compuestos sintetizados en este proyecto llegarán a funcionar en alguna de estas áreas en un futuro.

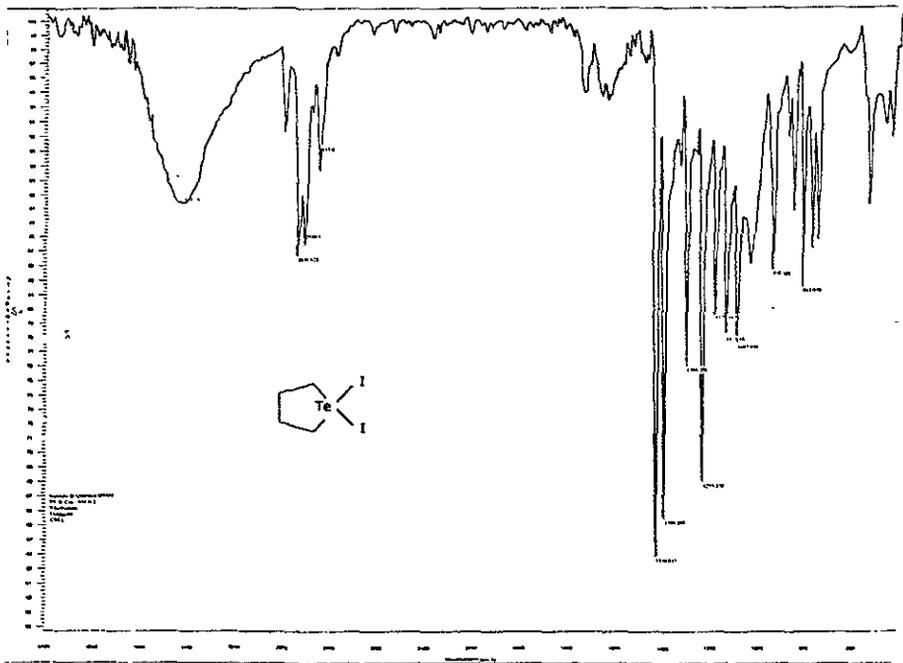
Referencias.

1. COTTON; WILKINSON; "Química Inorgánica Avanzada" Ed. LIMUSA – WILEY 1969. Pág. 547 – 549.
2. Morgan, G.T.; Drew, H.D.K.; *J.Chem. Soc.*, 117 (1920), 1456.
3. Morgan, G.T.; Burges, H.; *J. Chem. Soc.*, 133 (1928), 321.
4. Drew, H.D.K.; *J.Chem. Soc.*, 19 (1926), 223.
5. Morgan, G.T.; Burstall, F.H.; *J.Chem.Soc.*, (1931), 180.
6. Lerstrup, K.; Talham, D.; Bloch, A.; *J.Chem. Soc. Comun.*, (1982), 336.
7. Mc. Cullough, R.D.; Kok, G.V.; *J. Amer. Chem. Soc.*, 109, (1987), 4115.
8. Bailey, A.B.; Mc. Cullough, R.D.; *Synth. Met.*, 27 (1988), B425.
9. Detty, M.R.; Mc. Kelvey, J.M.; *Organometallics*, 7, (1988), 1131 - 1147.
10. Dakternieks, D.; Di Giacomo, R.; Gable, R.; *J.Am. Chem. Soc.*, (1988), 110, 6753 - 6761.
11. Haiduc, I.; *Rew. Inorg. Chem.*, 3, (1981), 357.
12. Haiduc, Y.; *Rew. Inorg. Chem.*, 3, (1980), 353.
13. Bonatti, F.; Ugo, R.; *J. Organometallics Chem.*, 10, (1967), 257.
14. Brow, D.A.; Williams, K.; *Spectrochimica Acta*, 32 A, (1976), 137.
15. Haiduc, I.; King, R.B.; Newton, M.G.; *Chem. Rev.*, (1994), 94, 301 – 326.
16. Al-Rubaie, Z.; Alshirayda, H.A.; *J. Organometallics Chem.* 287, (1985), 321 - 327.
17. VOGEL, A.; "Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry". Ed. LONDON - LONGMAN. 1978. Pág. 499.
18. Jones, P.; *Chemistry in Britian*, (1981), 222 – 225.
19. DETTY, M.; REGAN, M.; "Tellurium – Containing Heterocycles", Vol. 53. Heterocyclic Compounds. Ed. INTERSCIENCE, 1994.
20. Sadekov, I.D.; Minkin, V.I.; *Russian Chemical Review*, 64, (6), 491 – 522, (1995).
21. Al-Rubaie, Z.; Alshirayda, H.A.; *J. Organometallics Chem.* 294, (1985), 315 - 319.
22. HUHEEY, J.E.; "Química Inorgánica. Principios de estructura y reactividad". Segunda Edición. Ed. HARLA. 1981.

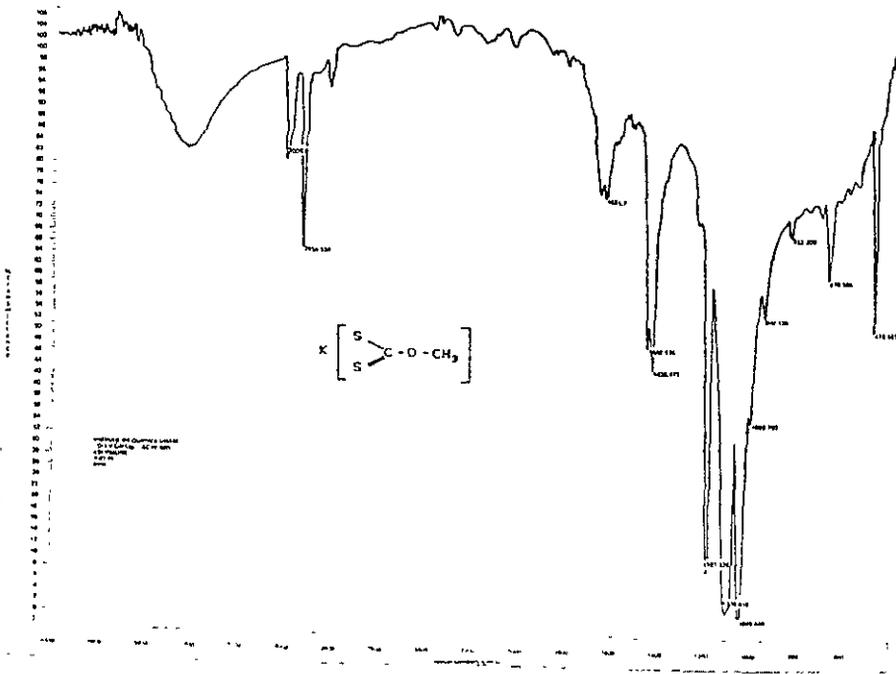
Apéndice

A

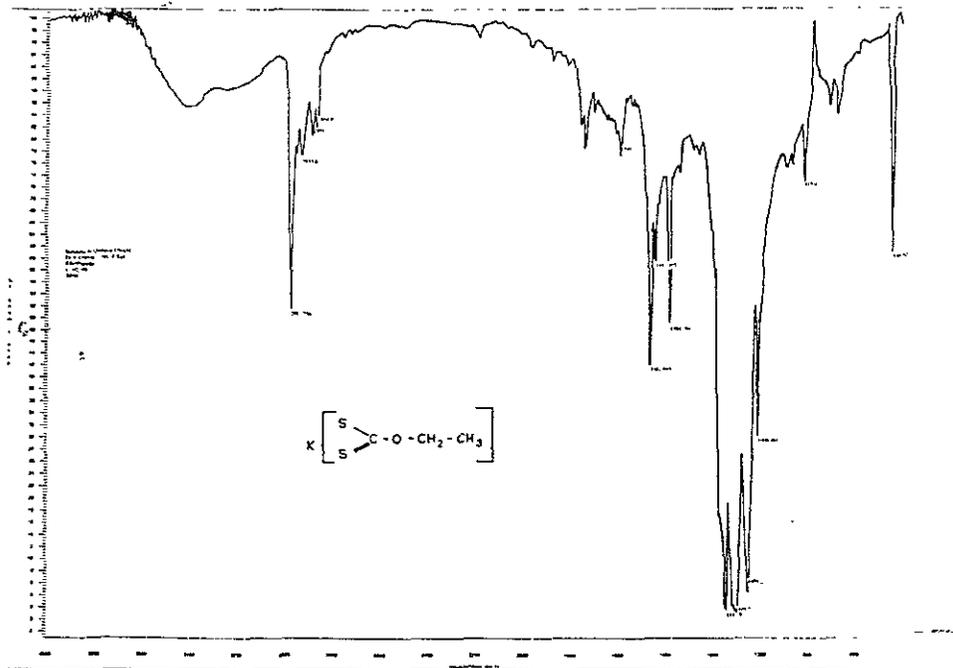
Espectroscopía
de IR



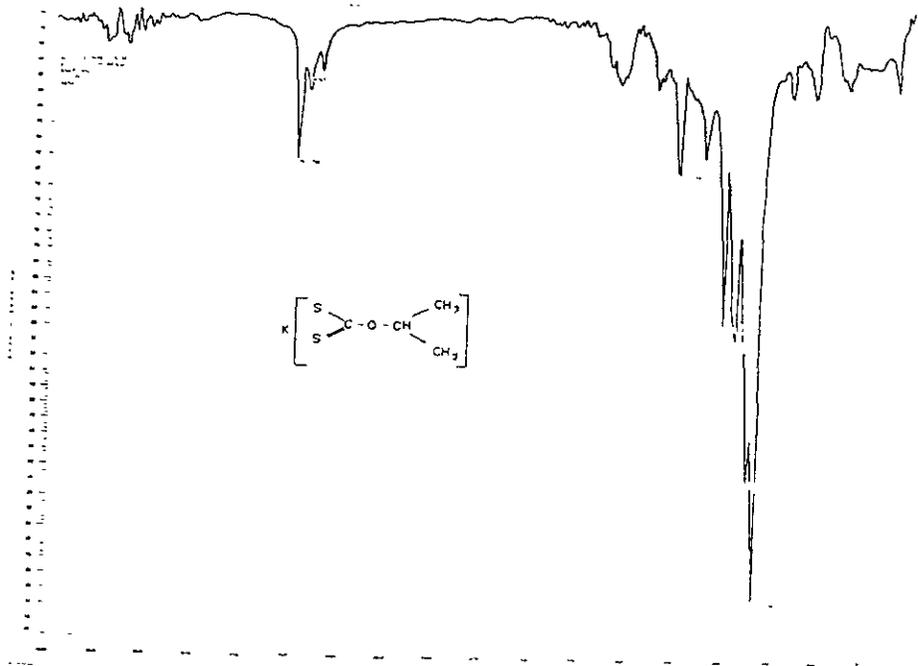
2

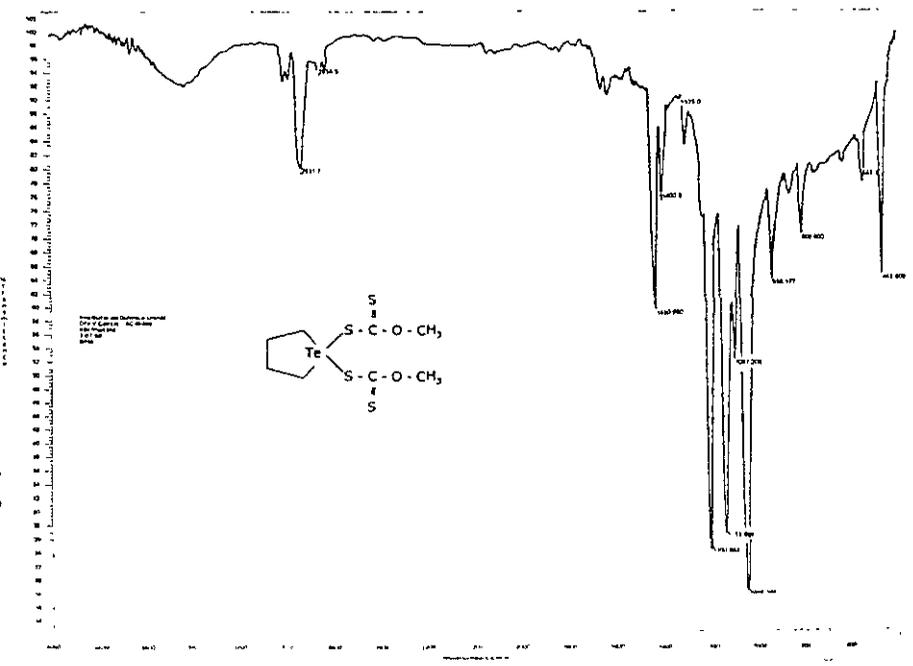
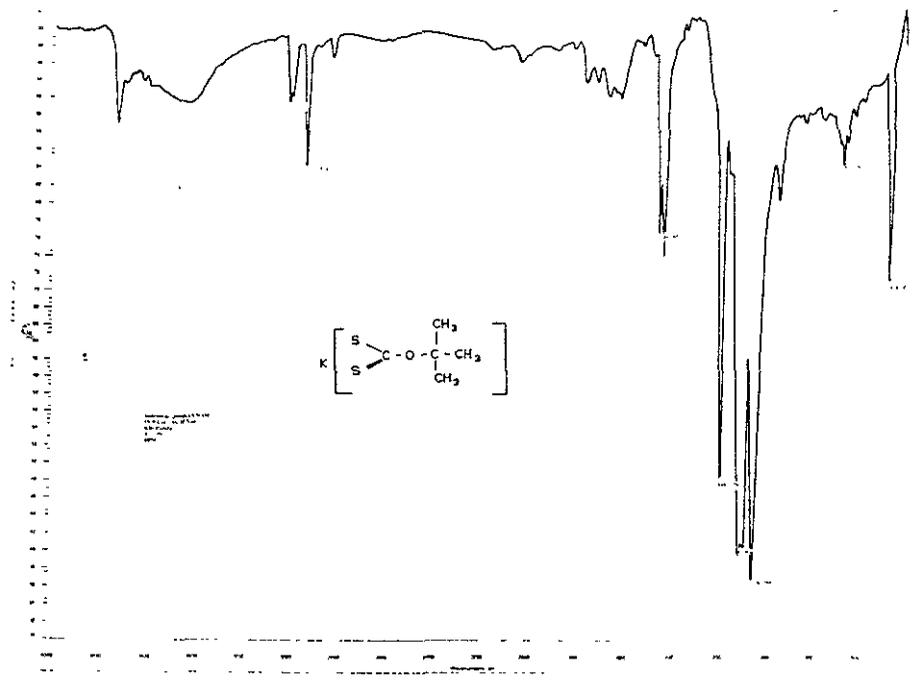


3

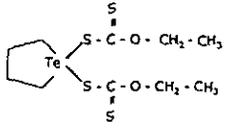
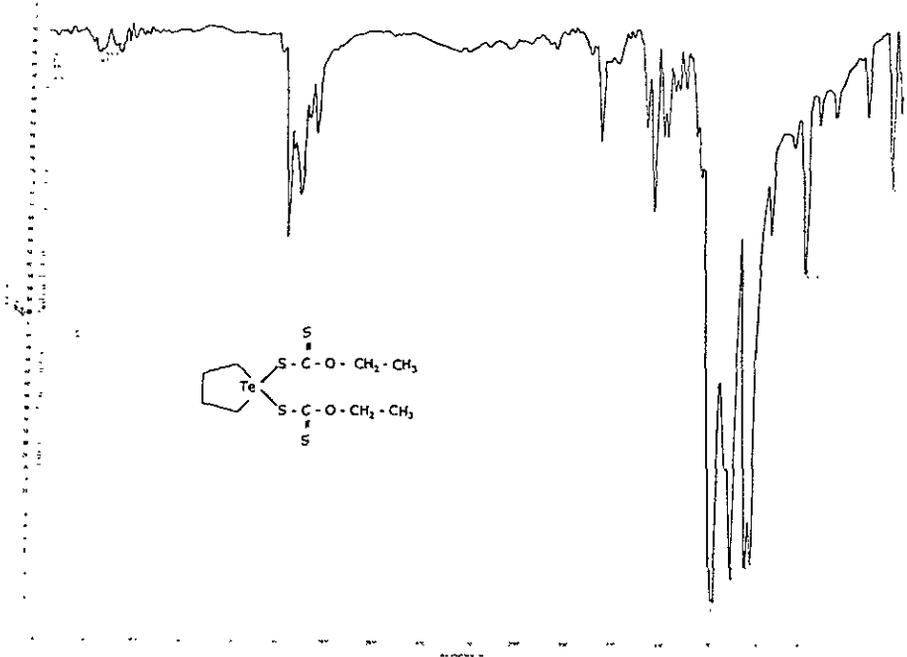


4

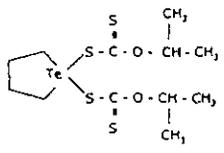
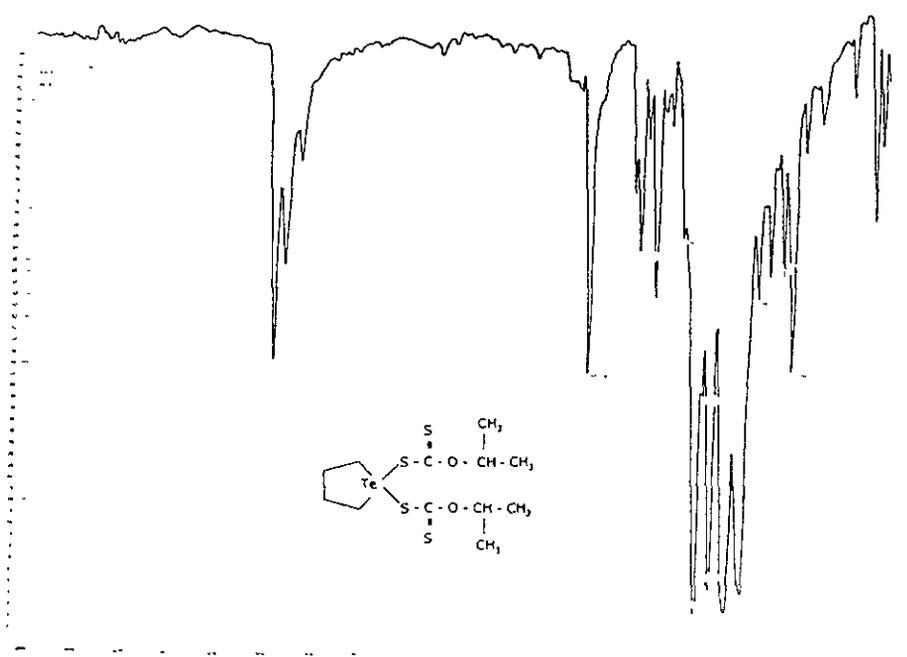


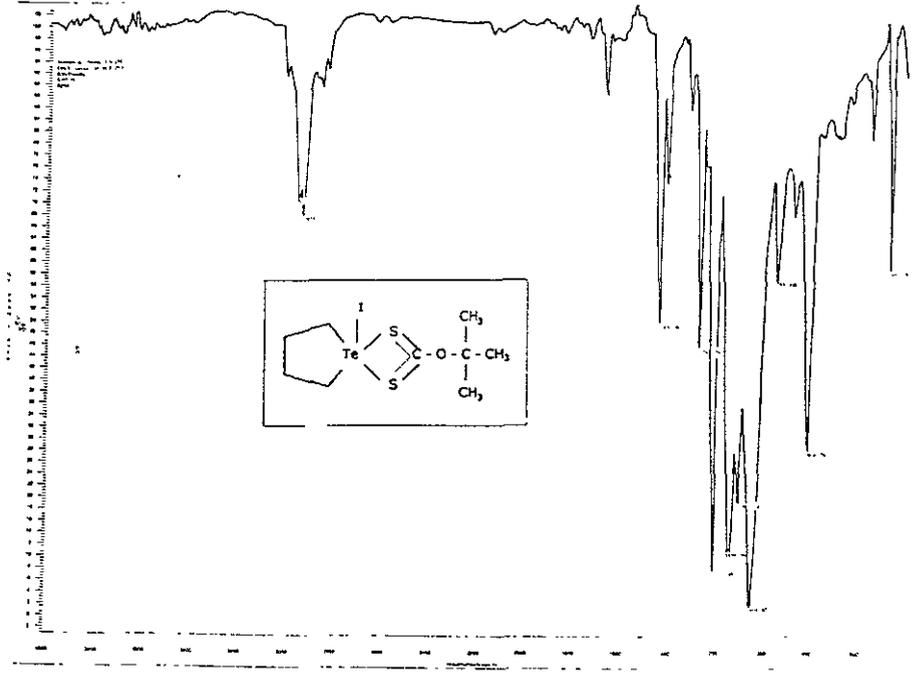


7



8





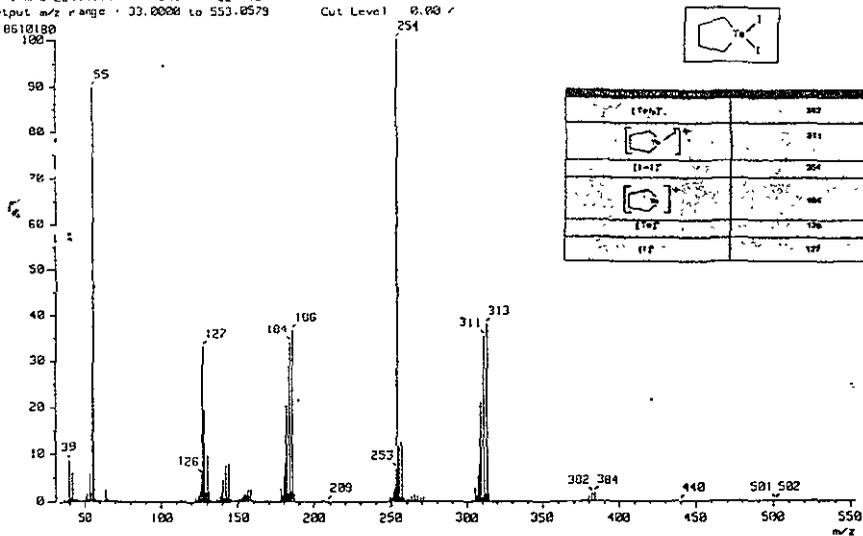
Apéndice

B

Espectroscopía
de
Masas

1

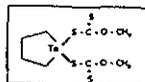
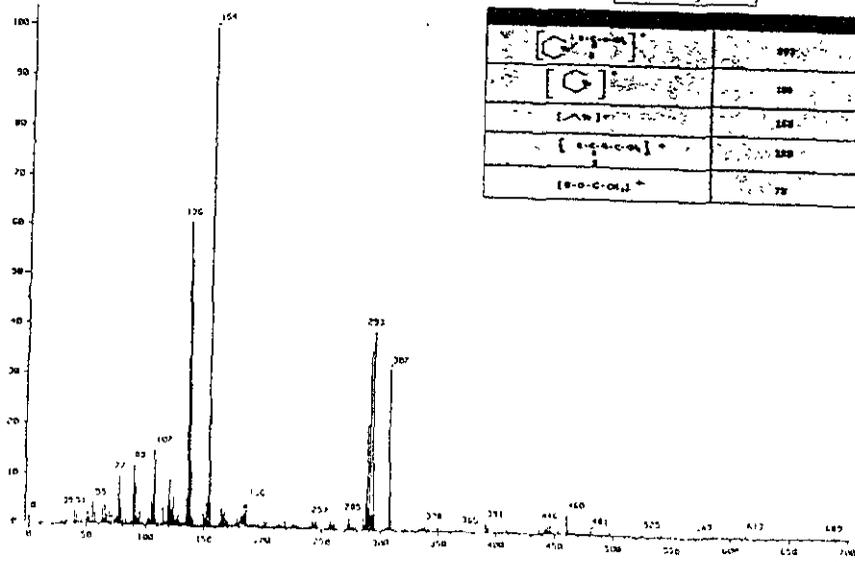
[Mass Spectrum]
 Date : 12-Mar-98 06:35
 Sample : PP-1-1a
 Note : -
 Inlet : Direct Ion Mode : EI+
 Spectrum Type : Normal Ion [MF-Linear]
 RT : 1.06 min Scan# : (15,73)
 BP : m/z 254.0000 Int : 821.13
 Output m/z range : 33.0000 to 553.0579
 Cut Level : 0.00 %
 Temp : 99.2 deg C



[Structure]	382
[Structure]	381
[Structure]	384
[Structure]	440
[Structure]	501
[Structure]	502

2

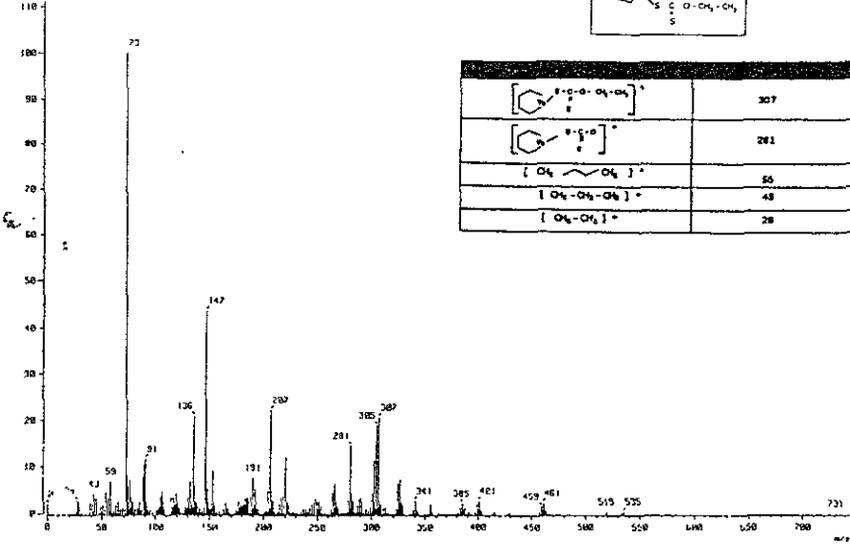
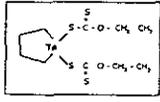
[Mass Spectrum]
 Date : 02-Mar-98 19:49
 Sample : AC-111-10a
 Note : Alloys
 Inlet : Direct Ion Mode : FID+
 Spectrum Type : Normal Ion [MF-Linear]
 RT : 1.09 min Scan# : (2,9)
 BP : m/z 154.0000 Int : 193.61
 Output m/z range : 0.0000 to 761.7004
 Cut Level : 0.00 %
 Temp : 147.1 deg C



[Structure]	382
[Structure]	380
[Structure]	383
[Structure]	388
[Structure]	378

3

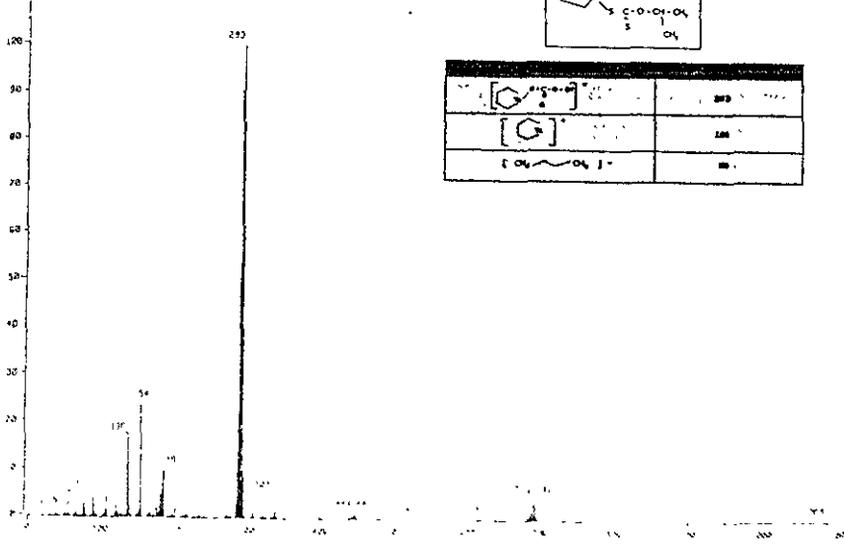
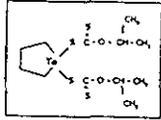
[Mass Spectrum]
 Date: 17-Sep-98 13:21
 Sample: Ac-111-0611-2
 Note: Rficia
 Inlet: Direct Ion Mode: FID+
 Spectrum Type: Normal Ion (FID-Linear)
 RT: 0.82 min Scan: (1.7)
 SP: m/z 73 0000 Int: 04.16 Temp: 153.2 deg C
 Output m/z range: 0 0000 to 744.2100 Cut Level: 0.007
 748586



	307
	281
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	55
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	43
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	29

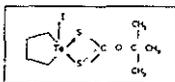
4

[Mass Spectrum]
 Date: 27-Nov-98 0:47
 Sample: AC-111-0611-2
 Note: Rficia
 Inlet: Direct Ion Mode: FID+
 Spectrum Type: Normal Ion (FID-Linear)
 RT: 0.82 min Scan: (1.7)
 SP: m/z 259 0000 Int: 04.16 Temp: 147.2 deg C
 Output m/z range: 2 2000 to 1120.2642 Cut Level: 0.007
 2597428

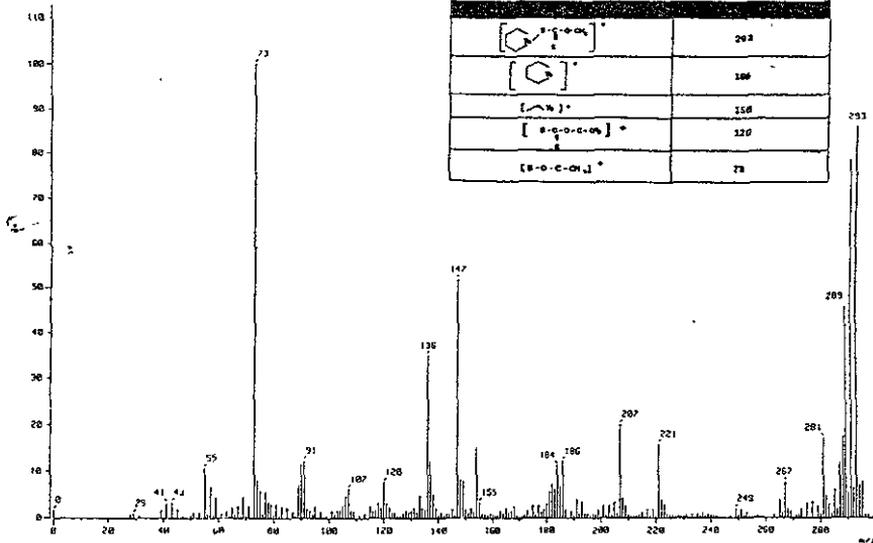


	307
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	55
$[\text{CH}_2 - \text{CH}_2]^+$	29

(Mass Spectrum)
 Data: Diacromatica CarciatSA Date: 17 Sep-98 23:30
 Sample: PC-III-ferb-1
 Note: Alireia
 Inlet: Direct Ion Mode: FID+
 Spectrum Type: Normal Ion (FID-linear)
 RT: 1.03 min Scan#: (2/3) Temp: 153.2 deg C
 BP: 473.8830 Int.: 142.98
 Output m/z range: 0 0000 to 299 8526 Cut Level: 0.185 >
 1739821



	293
	106
	156
	120
	78

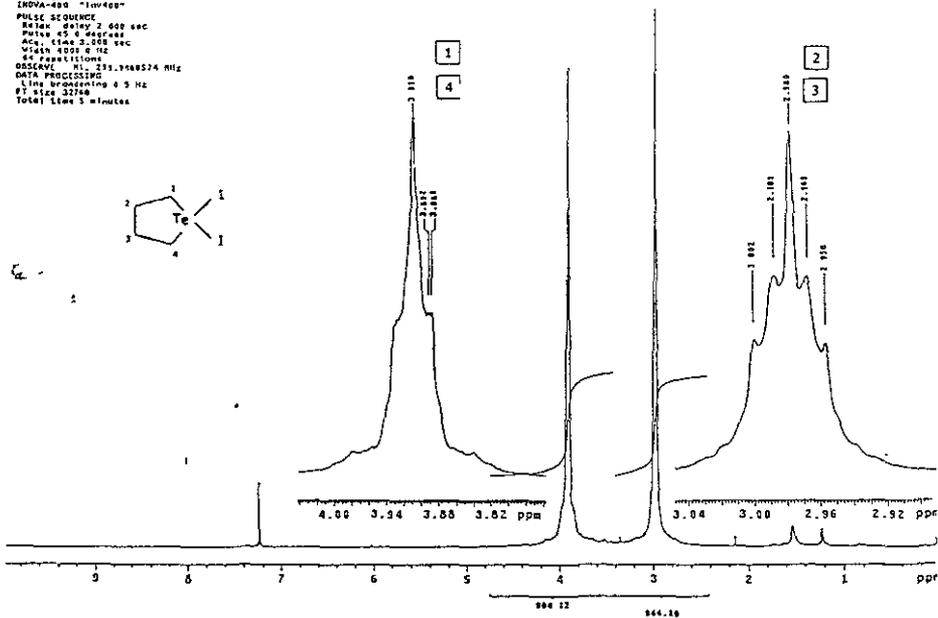
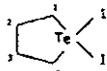


Apéndice

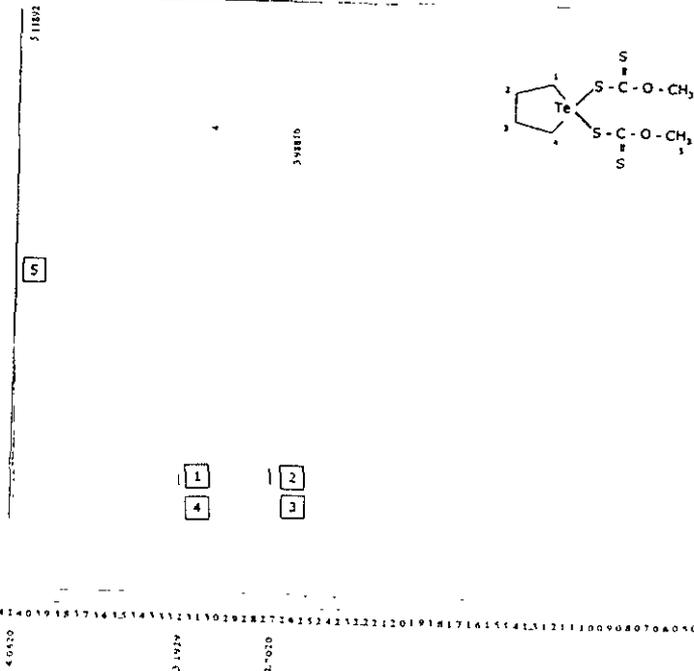
C

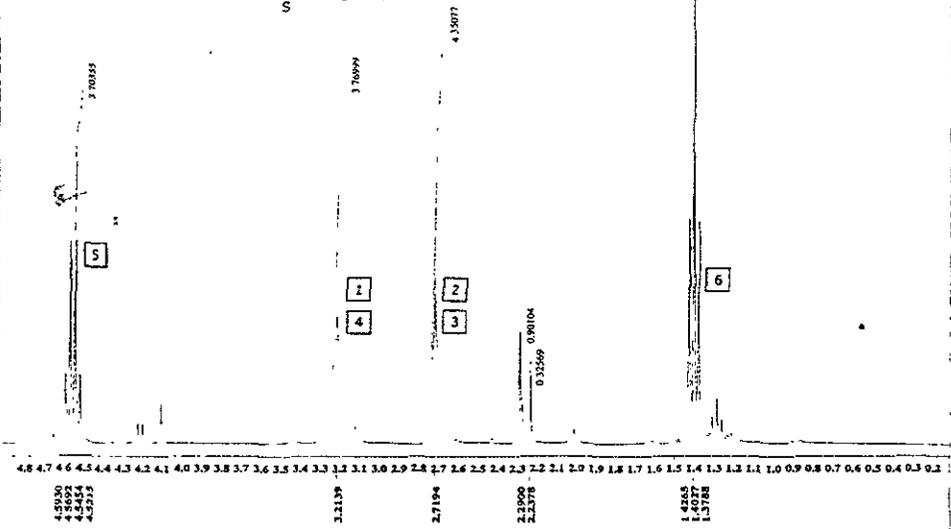
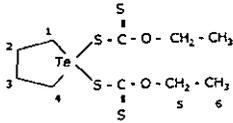
Espectroscopía
de RMN ^1H

1
 T4120486 Drm V Garcia XO
 Solvant: ccd13
 Temp: 15.8 C / 280.1 K
 File: a1a
 INOVA-400 1nu400
 PULSE SEQUENCE
 Rflew delay 2.400 sec
 Pulse: 45.0 usec
 Acq. time 3.000 sec
 Width: 4000.0 Hz
 #4 Partition: 1
 OSGENIC: H1, 133.748524 MHz
 DATA PROCESSING
 Line broadening: 4.0 Hz
 FT size: 32768
 Total time: 3 minutes

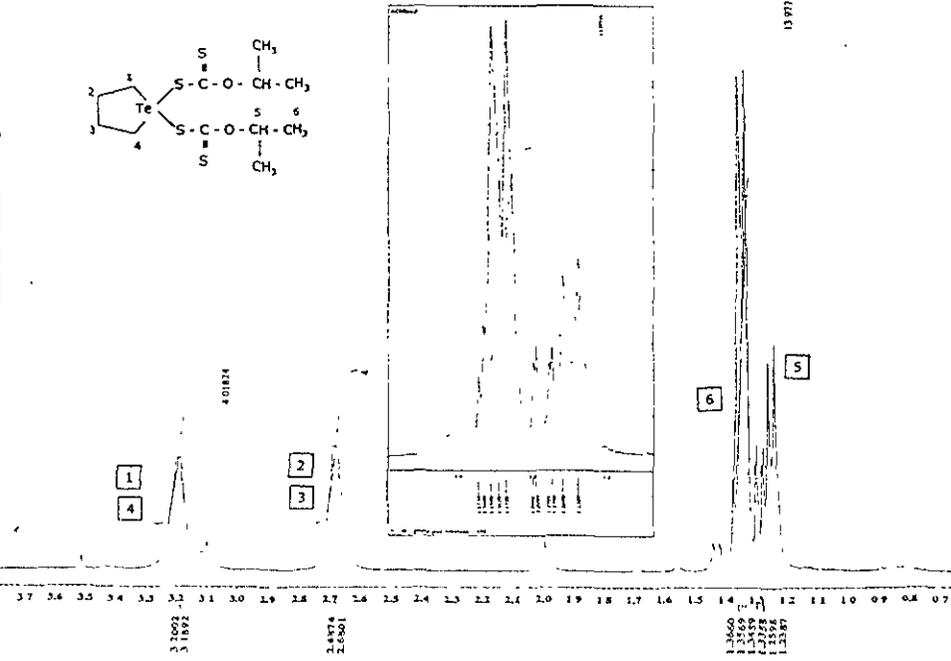
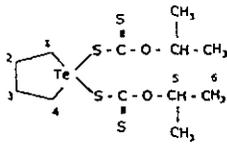


T41613

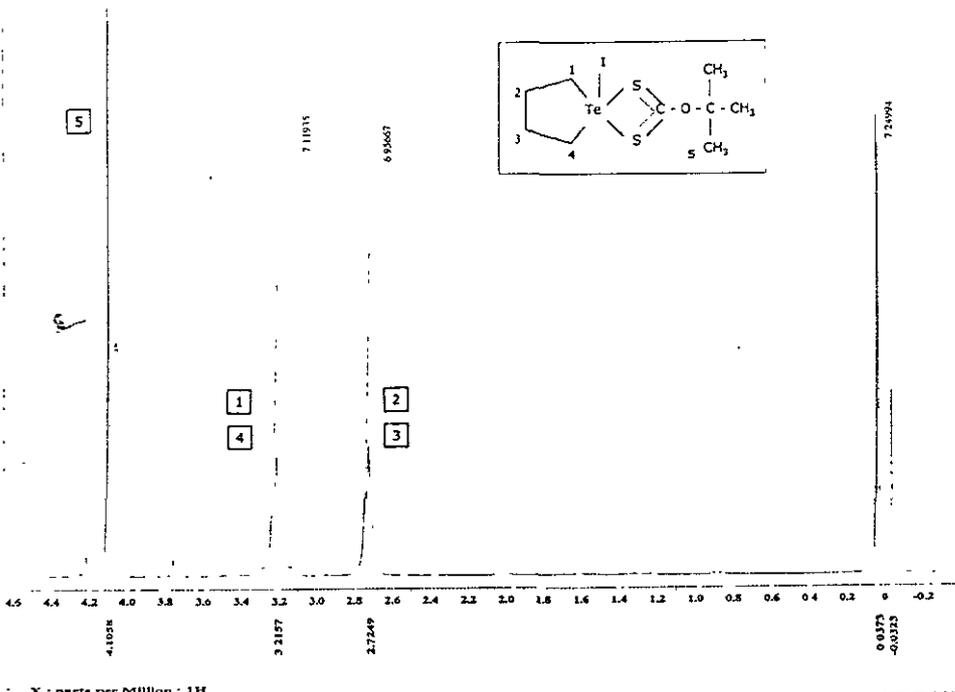




X: parts per Million : MHz

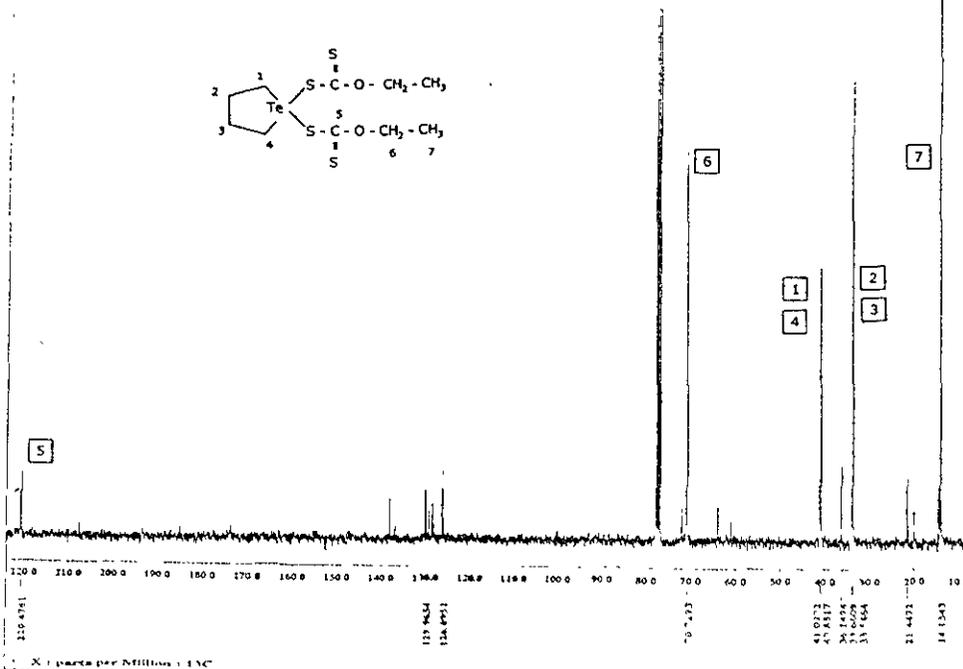
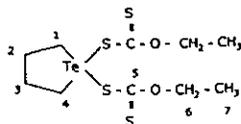
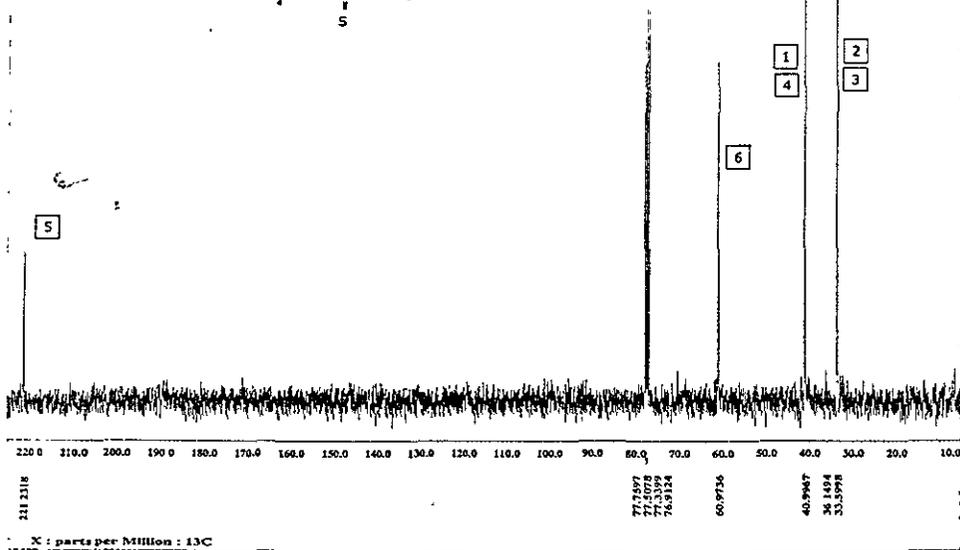
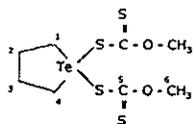


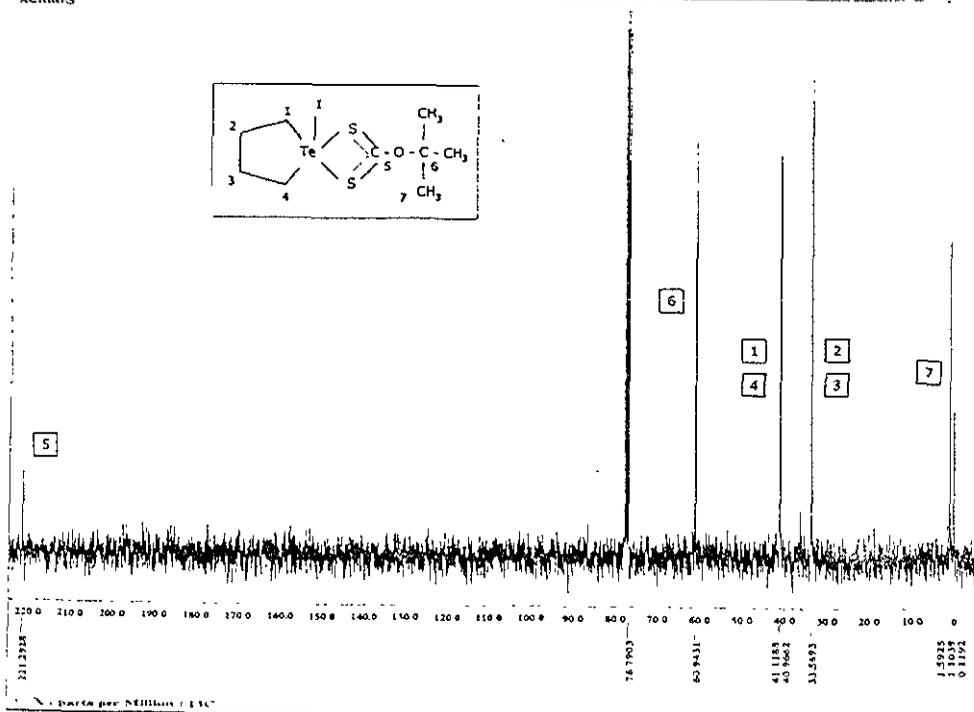
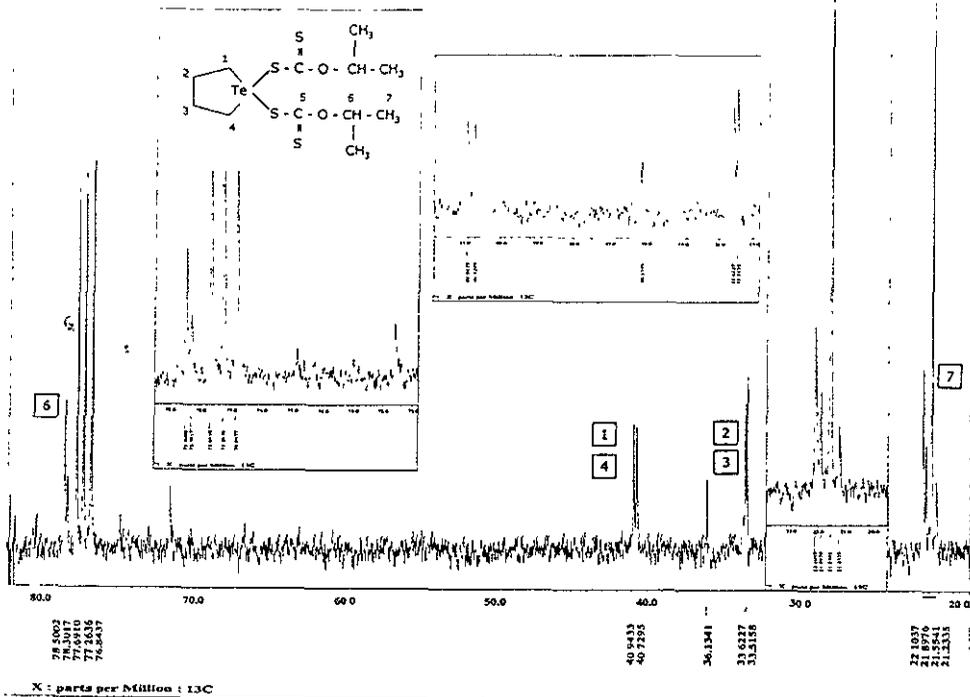
X: parts per Million : MHz



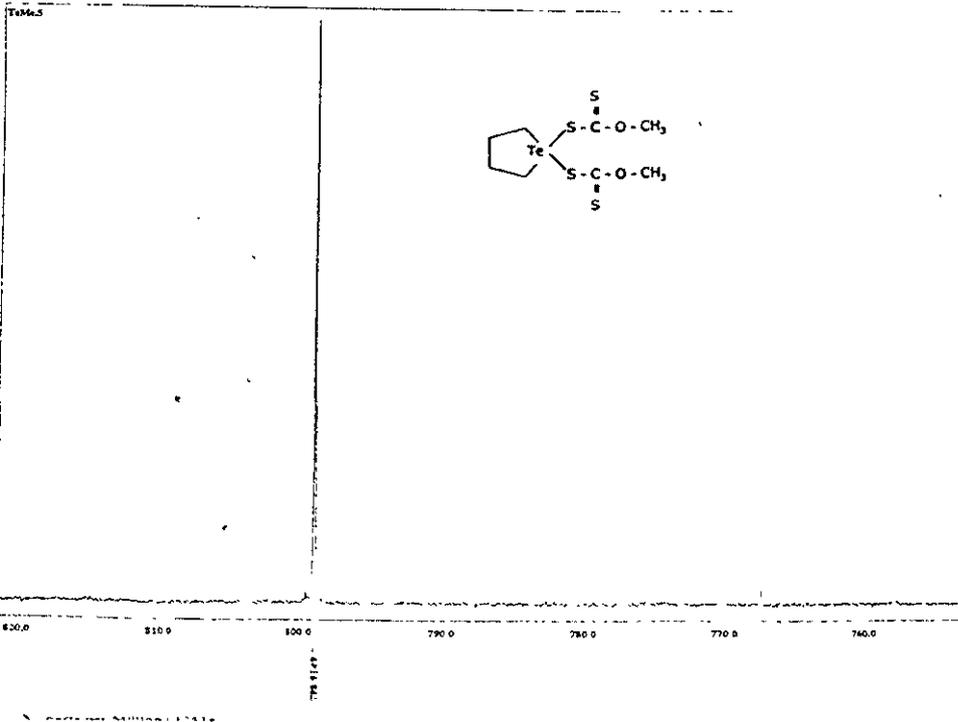
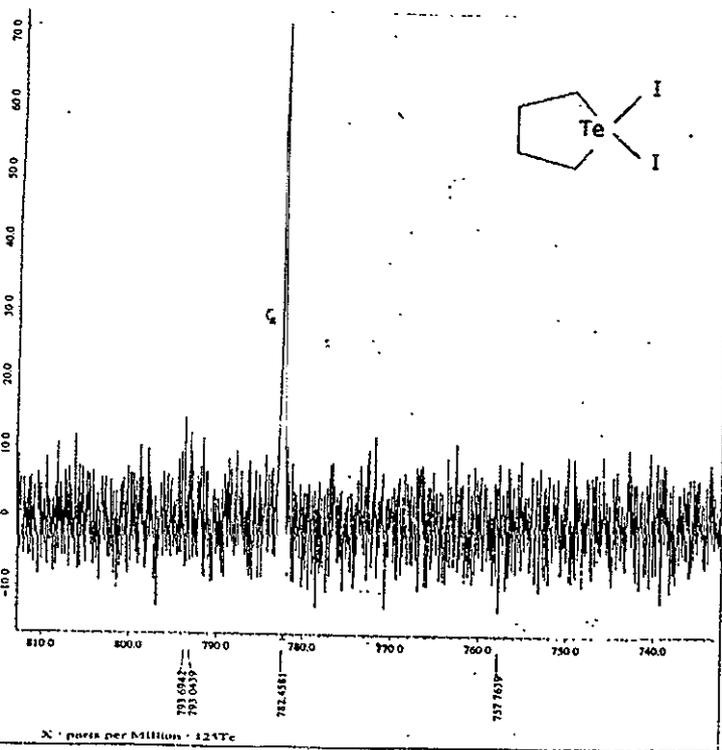
X : parts per Million : 1H

Espectroscopía de RMN ^{13}C

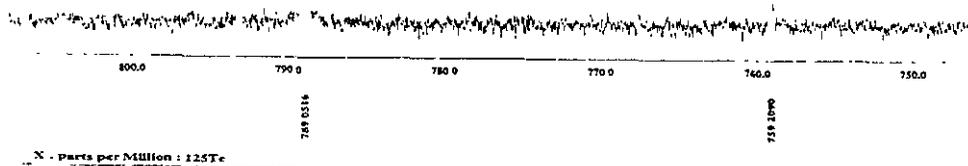
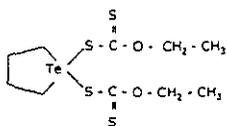




Espectroscopía
de
RMN ^{125}Te

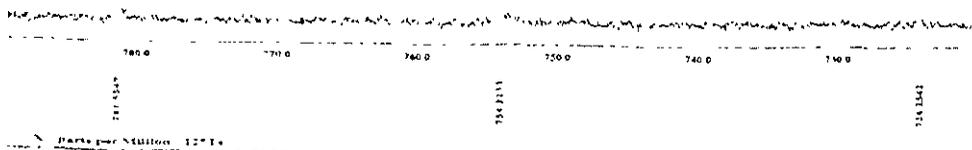
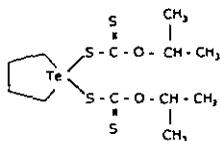


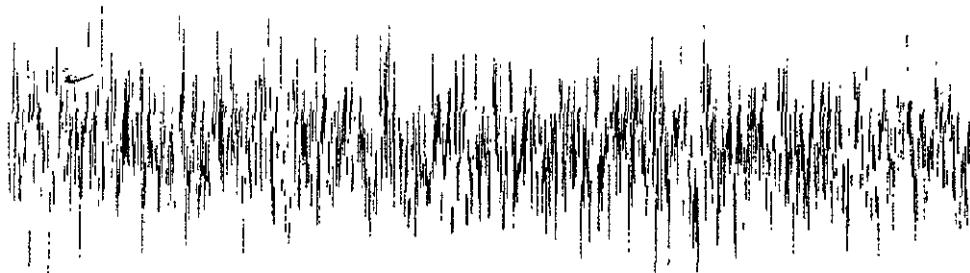
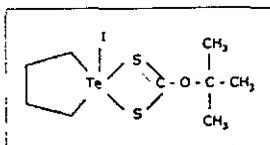
AC 11111.1



3

AC 11111.2





224.0 222.0 220.0 218.0 216.0 214.0 212.0 210.0 208.0 206.0 204.0 202.0 200.0 198.0 196.0 194.0 192.0 190.0 188.0 186.0 184.0 182.0 180.0

203.7455

X - Parts per Million - 125Te