



17 201  
FACULTAD DE QUIMICA  
MEXICO, D.F.  
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"COMPUESTOS DE COORDINACION DERIVADOS  
DEL HETEROCICLO 1,3-DITIA-3-ARSA Y ESTIBA  
CICLOPENTANO, CON EL LIGANTE  
DIMETILDITIOARSINATO Y DITIOCARBAMATOS  
HETEROCICLICOS".

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

Q U I M I C O

P R E S E N T A :

AIDA HERNANDEZ LIRA

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

MEXICO, D. F.

1990



## **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 está 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.

## I N D I C E.

INTRODUCCION. . . . .	I.
CAPITULO I. ( Antecedentes ). . . . .	7.
CAPITULO II. ( Parte Experimental ). . . . .	12.
CAPITULO III.( Resultados ). . . . .	18.
CAPITULO IV. ( Conclusiones ). . . . .	62.
CAPITULO V. ( Bibliografía ). . . . .	63.

## INTRODUCCION.

El objetivo del presente trabajo es probar por primera vez la capacidad coordinante de los heterociclos--derivados del grupo 15, (que de acuerdo con la tabla periódica larga de Werner corresponde a la familia Vb, V, P, As, Sb, Bi.) del tipo  $Cl-MR_2CH_2$ , hacia la generación de metales heterociclos con la sal de sodio del ácido ditiocarbónico y a la obtención de ditiocarbamatos heterocíclicos. La utilización de los heterociclos de 3 miembros es importante desde el punto de vista de la posible formación de sistemas--espirocíclicos, en donde la estructura posiblemente se encuentre distorsionada y posibilita interesantes estudios por resonancia magnética nuclear protónica de los metil--enos, que darán lugar a patrones diferentes dependiendo de la equivalencia o no de los protones; por otra parte con este sistema heterocíclico se favorece la presencia de vacantes  $MS_4$ , que son poco comunes con los elementos del grupo 15.

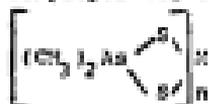
La elección de dos sistemas diferentes, los ditiocarbaminatos y los ditiocarbamatos, es con el objeto de --comparar la situación posiblemente mono, bidentada o anisó bidentada de los compuestos sintetizados y así tener la posibilidad de obtener compuestos en donde se tengan centros del tipo  $MS_4$  que presentan esterequímica interesantes.

Los compuestos a sintetizar serán caracterizados por sus análisis elementales y por sus datos espectroscópicos.

## I.- ANECCOSINOS.

### \* Ditiocarsinatos:

Dimetilditiocarsinato de sodio también conocido como ditiococodilato de sodio.- Este compuesto es un agente complejante que se obtiene dihidratado. En la mezcla agua/etanol este compuesto reacciona con numerosos iones metálicos para dar complejos del tipo:



M: Cr(III), Ni(II), Co(II), Zn(II), Cd(II).

Los complejos resultantes son insolubles en agua y algunos de ellos son intensamente coloridos. Förster y cols. [ *Angew.Chem.internat.edit.*, **3**, (10), 811, (1970) ], explican la insolubilidad de los complejos tetraédricos, que también ha sido detectada en complejos análogos como son los ditiocofosfinatos.

Saiduc, I. y Silaghi-Dumitrescu, I. [ *J.Organometal.Chem.*, **225**, 225-232, (1982) ], reportan que la caracterización espectroscópica de algunos compuestos ( I.R., R.M.N. ) sugiere que el anión dimetilditiocarsinato puede actuar como ligante monodentado, ambidentado, o bidentado y en algunos casos como el  $(\text{S}_2\text{As}(\text{CH}_3)_2)_2$  actúa como ligante -

monodentado y bidentado al mismo tiempo, dándose al complejo de coordinación una estructura de coordinación 6.



Monodentado.



Anisobidentado.



Bidentado.

M= metal de transición. E= P,As,C.

El espectro de I.R. muestra que los complejos ditiocarsínicos presentan para el enlace As-S señales en el rango de frecuencia de 500-300  $\text{cm}^{-1}$  y para el enlace As-C aparecen señales en el rango de frecuencia de 650-500  $\text{cm}^{-1}$ . La banda a 488  $\text{cm}^{-1}$  que se presenta en el espectro de  $(\text{M As}(\text{S})\text{SMe})_2$  ha sido asignada al doble enlace As=S, mientras que a bajas frecuencias, 392  $\text{cm}^{-1}$  y 365  $\text{cm}^{-1}$  se han asignado estas bandas al enlace sencillo As-S; todas estas señales corresponden a la estructura monodentada del ligante dimetilditiocarsinato. En complejos de metales de transición el ligante ditiocarsinato actúa como bidentado presentando bandas en 460-411  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden a  $\nu(\text{As-S})$  (aquí cabe mencionar que se tiene que distinguir entre los dos tipos de coordinación posible, anisobidentada o bidentada). Además el anión dimetilditiocarsinato presenta por sí mismo dos señales, una en 449  $\text{cm}^{-1}$  y otra en 424  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden al enlace As-S y que coincide con la región en que este ligante actúa como bidentado, esto se debe a la distribución deslocalizada de

los electrones sobre el fragmento S-As-S. Para el enlace As-C el anión dimetilditioarsinato presenta señales en --- 610  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{\text{As}}$ ) y 600  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{\text{C}}$ ) que de acuerdo con valores calculados de 613  $\text{cm}^{-1}$  se considera estructura bidentada, y a 605  $\text{cm}^{-1}$  estructura monodentada. Por otra parte la presencia de dos señales en el espectro de R.M.N. es indicativa de que el anión dimetilditioarsinato se encuentra actuando al mismo tiempo en forma mono y bidentada. La resonancia de los grupos metilo se presenta en un intervalo de 1.98 a 2.05 ppm.

Silaghi-Dimitrescu, L. y cols. [Rev.Roum.Chim., 11, (3), 335-340, (1966)] informan que de acuerdo con datos espectroscópicos, se observa que grupos ditiocarsánicos anisobidentados están presentes en derivados del grupo 15. El grupo ditio recibe una influencia importante del átomo metálico ( elemento del grupo 15 ), mientras que el radical X no afecta el ambiente de coordinación. La química de los elementos del grupo 15 cuando se encuentran en el estado de oxidación III ( As(III), Sb(III), Bi(III) ) es un buen campo para verificar la actividad o inactividad del par libre (es decir, el par electrónico no compartido que tienen estos elementos en este estado de oxidación). Los ligantes ditiocarsánico contienen azufre como átomo donador pueden ser considerados como ligantes blandos (el átomo de azufre tiene orbitales en los cuales el par aislado posiblemente se localiza) (aprovechando el par aislado y exis-

tiendo repulsión del par). Por otra parte la posibilidad de formar pequeños anillos (quelato) activa al par aislado (es decir, lo hace estereoquímicamente activo). La competencia de estos dos efectos está influenciada por el metal del que se trate, pues diferentes estructuras se han encontrado para el mismo grupo de metales con los mismos ligandos. Por lo tanto la actividad del par libre decrece de -- los derivados de As(III) a los derivados de Bi(III), y probablemente las geometrías pasen de un antiprisma trigonal a través de una bipirámide pentagonal hasta un octaedro -- distorsionado.

#### \* Ditiocarbamatos:

La reacción del disulfuro de carbono con aminas primarias o secundarias, ambas alifáticas y/o aromáticas, dan lugar a las sales de ditiocarbamatos de fórmula general:  $(R_2NH_2^+)(R_2NCS_2^-)$ .

La sal del metal alcalino correspondiente se obtiene usando un hidróxido alcalino como aceptor del protón de acuerdo a la reacción:



M= metales alcalinos.

Los ditiocarbamatos derivados de aminas primarias son inestables, y en la presencia de una base son --

convertidos a los isotiocianatos correspondientes según --  
la reacción siguiente:



Los ditiocarbamatos disustituídos son mas esta--  
bles, aunque también se descomponen bajo condiciones áci--  
das, de acuerdo a la ecuación:

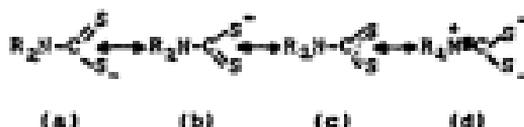


Srivastava, T.N. y Kumar, V. ( *J. Organometal. Chem.*  
107, 55-61, (1974) ), informan que los ditiocarbamatos pue--  
den actuar como ligantes monodentados o bidentados. El es--  
pectro de I.R. de ditiocarbamatos estéricos muestra que --  
el grupo  $R_2NCS_2^+$  actúa como bidentado cuando se observan se--  
ñales sencillas para los enlaces  $\nu(C-N)$  y  $\nu(C-S)$ , mientras  
que para el comportamiento monodentado de este ligante ---  
 $R_2NC(S)S^+$  aparecen dobletes para estos modos de vibración.--  
Estos dobletes aparecen alrededor de  $1600\text{ cm}^{-1}$  para el enla--  
ce  $\nu(C-N)$  y alrededor de  $1000\text{ cm}^{-1}$  para el enlace  $\nu(C-S)$ .

Fabretti, A.C. y cols. ( *Aust. J. Chem.*, 32, 605-612, --  
(1984) ), informan que en el espectro de I.R. de los ditio--  
carbamatos, las bandas que aparecen en el intervalo de fre--  
cuencia de  $1000-950\text{ cm}^{-1}$  corresponden al enlace  $\nu(C-S)$  y pa--  
ra distinguir si el ligante se está comportando como mono--  
dentado o bidentado, se ha observado lo siguiente: si apa--

rece una banda fuerte en la región de  $1000-953 \text{ cm}^{-1}$  si el ligando está actuando como bidentado, mientras que si se observan dos señales en el intervalo de frecuencia de  $1000 \pm 70 \text{ cm}^{-1}$  el ligando está actuando como monodentado. Además también se encuentra presente el enlace  $\nu(\text{C-N})$ , cuya banda no tiene un valor fijo, pues este depende del complejo que se está estudiando y se haya formado, así en el caso de la coordinación monodentada la señal para el  $\nu(\text{C-N})$  aparece en el mismo valor de  $\nu(\text{C-N})$  de la sal de sodio del ditiocarbamato que se está usando. Los modos de vibración en el intervalo de frecuencia de  $562-513 \text{ cm}^{-1}$  se atribuyen a la mezcla de  $\nu(\text{CS}) + \xi(\text{SCS})$  y a deformaciones del anillo. Además estos mismos investigadores [Fabretti, A.C. y cols. Polyhedron, 5, (3), 871-875, (1986)], indican que la influencia del grupo metilo sobre el anillo de la piperidina (en el correspondiente ditiocarbamato), dependiendo de la posición en la que se encuentre este grupo, provoca un aumento para la posición de la vibración del enlace  $\nu(\text{C-N})$  en el siguiente orden: 3-metilpiperidina < 1-metilpiperidina < < < 4-metilpiperidina. También se observa una banda en  $950-933 \text{ cm}^{-1}$  que se ha asignado al enlace C-S indicando que el ligando ditio está actuando como bidentado; de hecho una banda de fuerza media en forma de doblete se espera en la región de  $1000 \pm 70 \text{ cm}^{-1}$  para el caso de la coordinación monodentada. En el caso de los ditiocarbamatos de piperidina (metil sustituida) el enlace C-N, presenta su banda en el-

I.R. recorrida hacia frecuencias de vibración mas altas; esto se explica por la presencia del grupo metilo en el anillo que provoca un efecto inductivo causando el aumento en la frecuencia de vibración del enlace C-N. La estructura de los ligantes ditio se pueden representar como:



en donde el anión ditiocarbamato puede actuar como ligante monodentado en sus formas resonantes (a) y (b); o como ligante bidentado siendo donador de átomos S,S' en su forma (c) y (d), dando complejos en los cuales los átomos de azufre donan electrones al ion metálico formando anillos quelato de 4 miembros. De los datos de I.R. mencionados con anterioridad se puede concluir que la estructura (d) es la que mas aparece en el caso de derivados del ditiocarbamato de piperidina metil sustituida.

Por su parte Preti, C. y cols. [J. Mol. Struct., 5], 35-44, (1979)], informan que el ambiente de enlace de los grupos ditiocarbamato se puede explicar, porque estos ligantes tienen dos átomos de azufre con orbitales 3d desocupados y orbitales moleculares  $\pi^*$ . La posible existencia de la conjugación  $\pi$  provoca que estos ligantes ditio actúan como aceptoras  $\pi$ . Las reacciones que ocurren entre

los complejos de ditiocarbamato y los halógenos son reac--  
ciones de oxidación que dan como resultado ditiocarbamatos  
halogenados con un átomo central que muestra un estado de  
oxidación alto que es poco frecuente, el cual es estable -  
en la presencia del ligante diazufado.

Fabretti, A.C. y cols. (Inst. J. Chem., 14, 605, (1986))  
mencionan que los ditiocarbamatos metálicos tienen diver--  
sas aplicaciones: A) aceleradores en la vulcanización; ---  
B) lubricantes de alta presión; C) fungicidas y bacterici--  
das en los campos bioquímico y biológico. Estudios recientes  
han mostrado que entre los complejos quelato de azu--  
fre, los ditiocarbamatos de Ni(III) y Cu(III), son los desag--  
tivadores mas poderosos de ozono, interactuando 6.5 moles--  
de ozono por mol de ligante.

### 2-Hetero-1,3-Ditiociclopentanos:

Durante la guerra mundial se produjeron agentes  
químicos como la lewisita y la adamsita, cuya materia pri--  
ma para su obtención, fue el tricloruro de arsénico. Al -  
terminar la guerra existían cantidades muy grandes de es--  
tos tres compuestos, por lo que surgió el interés de con--  
vertirlos en sustancias menos tóxicas.

Algunas de estas sustancias contienen la cadena  
As-S por lo que se les considera derivados del ácido tio-

arsenioso. Entre esas sustancias se encuentra el  $\text{Cl-As}(\text{Si}_2(\text{CH}_3)_2)_2$  el cual fue sintetizado por primera vez por Ruedgerberg y cols. (JACS, 62, 1860, (1940)).

Ames, D.W. y Vikens, O. (Acta.Chem.Scand., 21, (4), 1337-1344, (1973)), han realizado numerosos estudios de R.M.N. para heterociclos de 5 miembros; sin embargo la aplicación de la espectroscopía de R.M.N. para la determinación de la conformación y configuración de anillos de 5 miembros presenta dificultades. Generalmente se cree que los anillos de 5 miembros existen con una conformación de alta flexibilidad. Con la deformación cerca del anillo, se presenta un movimiento libre, por lo que se dice que existe pseudo rotación. Además existen constantes de acoplamiento cis y trans, y se ha observado que estas últimas (trans), se aprecian más que las cis. En cuanto a la conformación se ha observado que presentan las siguientes estructuras:



Las estructuras presentan un ángulo de torsión que está abajo de  $60^\circ$ , para estos anillos se ha calculado y se ha obtenido de aproximadamente  $55^\circ$ ; por lo tanto con estos datos de R.M.N. se confirma que son pseudorrotámeros.

Foster, R. y Pyfe, C.A. (Spectrochim.Acta, 21, 1765-1793, (1965)), efectuaron estudios de R.M.N. para los con-

puestos de fórmula:



[ X= elemento del grupo 15; Y= algún grupo sustituyente; -  
E= algún grupo o átomo bifuncional.]

indican que si los grupos cercanos al elemento del grupo  
15 son trigonales o planos entonces los 4 protones de los  
grupos metileno del anillo son equivalentes y muestran una  
sola señal de absorción en el espectro de R.M.N., sin em-  
bargo hay un desdoblamiento debido al espín nuclear de ---  
cualquiera de los átomos del grupo 15. La presencia del As  
o del Sb en el compuesto hace que se enmascare el efecto -  
del grupo Y sobre los grupos metileno.

Davidson, G. y Eber, K.F. (Spectrochim. Acta, 39A, --  
(5), 419-428, (1983)), reportan que en las vibraciones del -  
anillo del compuesto Cl-As(S)<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> se presentan bandas -  
de estiramiento para C-C y C-S cuyos valores están muy cer-  
canso a los encontrados cuando existe P; ( C-C= 992 cm y -  
C-S= 645 cm ); las vibraciones de estiramiento para As-S -  
aparecen alrededor de 391 cm<sup>-1</sup> y 358 cm<sup>-1</sup>. Para el enlace As-  
Cl aparece una banda de estiramiento muy fuerte en 312 cm<sup>-1</sup>  
con deformaciones para este mismo enlace en 143 cm<sup>-1</sup> y 107 -  
cm<sup>-1</sup>; por supuesto que también existen deformaciones para -

el anillo.]

Clark, E. [J. Chem. Soc., 1826, (1932)], informa que - el compuesto  $\text{Cl-Sb(Si}_2\text{(CH}_3\text{))}_2$  tratado con peróxido de hidrógeno da origen a un precipitado amorfo hidratado. Por su parte Bush y cols. [J. Chem. Soc. (A), 221, (1967)], realizaron un estudio por difracción de rayos X, en el que observaron la estructura cristalina del  $\text{Cl-Sb(Si}_2\text{(CH}_3\text{))}_2$ , demostrando que el anillo heterocíclico no es plano.

## II.- PARTE EXPERIMENTAL.

### \* Síntesis de los Licantes:

A) Dimetilditiocarbamato de Sodio también conocido como Ditiocarbodilato de Sodio:



En un matraz redondo con entrada para gases, se colocaron 10g. (0.051 mol) de  $(\text{CH}_3)_2\text{NCSNa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  los cuales se disolvieron en 50 ml. de etanol, posteriormente se hizo pasar  $\text{H}_2\text{S}$  durante dos horas; el sólido obtenido se filtró y secó al vacío. Se recrystalizó de etanol. Se obtuvieron 8g. (rendimiento 80% ).

B) 1-metilpiperidinditiocarbamato de Sodio:



En un matraz bola de 100 ml. se colocaron --- 11.83 ml. (10g.; 0.1 mol.) de 1-metilpiperidina con 20 ml. de éter etílico seco, 4 ml. (7.6g.; 0.1 mol.) de  $\text{CS}_2$  y --- 4g. (0.1 mol.) de  $\text{NaOH}$  en gránulos. Se puso en agitación mecánica por aproximadamente 5 hrs.; el sólido obtenido se filtró y secó al vacío. Se recrystalizó de alcohol isopropílico; se obtuvieron 8.5g. (rendimiento 85% ).

C) Pirrolidinditioocarbonato de Sodio:



En un matraz bola de 50 ml. se colocaron 20 ml. de éter etílico, al cual se le añadieron 11.73 ml. (16g.) = 0.14 mol) de pirrolidina, 8.4 ml. (10.68g.; 0.14 mol) de  $\text{CS}_2$  y 5.6g. (0.14 mol) de NaOH en gránulos. Se agitó mecánicamente por aproximadamente 5 hrs. El producto se filtró y se secó al vacío. Se recrystalizó de alcohol isopropílico; se obtuvieron 8.3g. (rendimiento 85%).

Síntesis de los Compuestos:

A) 2-cloro-1,1-ditio-2-arsa ciclopenteno:



De acuerdo al procedimiento informado por ----  
Roeggsberg, W.H.C. y cols. [ J. Am. Chem. Soc., 62, 1868, (1940) ],  
se colocaron 6.9g. (0.038 mol.) de tricloruro de arsénico--  
en 8.6 ml. (1.13g.; 0.6 mmol.) de tetracloruro de carbono y  
se agregó gota a gota 3.2 ml. (3.2 mmol.; 0.3g.) de etanoditiol,  
la mezcla se mantuvo en agitación. La liberación del  
cloruro de hidrógeno fue casi instantánea, y fue acompañada  
por enfriamiento de la mezcla de reacción. Después de -  
una hora la mezcla se enfrió en baño de hielo. El producto

crystalino se filtró y secó al vacío. Se obtuvieron 0.95g. (rendimiento 95%).

B) 2-cloro-1,3-ditiaz-2-estiba ciclopentano:



Este compuesto se obtuvo de acuerdo a la técnica informada por Clark, R.E.D. (J.Chem.Soc., 1926, (1932)) por lo que a 1g. (4.4 mmol.) de tricloruro de antimonio se le disolvió en la mínima cantidad de HCl conc. y frío, se añadió gota a gota 0.413g. (4.4 ml.; 4.3 mmol.) de 1:2 di-mercaptotetano. La reacción se realizó a temperatura ambiente y con agitación mecánica; posteriormente se calentó la mezcla en baño maría por 15-20 min. El producto se filtró y secó al vacío; se lavó con agua. Se recrystalizó de etanol caliente. Se obtuvieron 0.65g. (rendimiento 65%).

Las sales líquidas así como los compuestos 2-cloro-1,3-ditiaz-2-arsa y estiba ciclopentano, se caracterizaron por sus espectros de I.R. y por sus puntos de fusión.

Síntesis de los Compuestos de Coordinación:

Síntesis de:  $(C_2H_5)_2As(S)_2As(S)_2(CH_2)_2$ .

En un matraz redondo con entrada para gases y bajo atmósfera de nitrógeno, se colocaron 0.64g. (3 mmol.; 3ml) de dimetilditioarsinato de sodio que se disolvieron en la mínima cantidad de etanol anhidro, posteriormente se agregó el compuesto  $\text{Cl-Sb(S)}_2(\text{CH}_3)_2$ , (0.62g.; 3 mmol.; 3 ml.), y la mezcla se agitó por 3 hrs., se filtró el precipitado blanco, se lavó con agua y luego con etanol frío; se secó al vacío. ( p.f. = 108-110°C; rendimiento 70% ).

Síntesis de:  $(\text{CH}_3)_2\text{As(S)}_2\text{Sb(S)}_2(\text{CH}_3)_2$ .

Bajo atmósfera de nitrógeno y en un matraz bola de 50 ml., se colocaron 0.27g. (1.1 mmol.; 1.18 ml.) de dimetilditioarsinato de sodio, que se disolvieron en la mínima cantidad de etanol; posteriormente se añadieron 0.3g. (1.2 mmol.; 1.20 ml.) de  $\text{Cl-Sb(S)}_2(\text{CH}_3)_2$  y la mezcla de reacción se agitó por 3 hrs. Al cabo de 40 min. la mezcla de reacción se tornó turbia, después de 3 hrs., se filtró el precipitado de color amarillo pálido, se lavó con agua y etanol frío; se secó al vacío. Se obtuvieron 0.3g. ( p.f. = se descompone a 115°C; rendimiento 65% ).

Síntesis de:  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{NC(S)}_2\text{As(S)}_2(\text{CH}_3)_2$ .

En un matraz bola de 100 ml. se colocaron 0.23g. ( 0.95 mmol.; 1.0 ml.) de 3-metilpiperidinditioarbanato de sodio que se disolvieron en 60 ml. de etanol, en seguida

Se agregaron 0.3g. ( 0.98 mmol.; 1.0 ml.) de  $\text{Cl-As(S)}_2(\text{CH}_2)_2$  y la mezcla de reacción se puso en agitación mecánica por 3 hrs. A los 30 min. de iniciada la reacción la solución se tornó turbia; el precipitado obtenido se filtró y secó al vacío. Se recristalizó de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Se obtuvieron 0.16g. ( p.f. = 85-90°C; rendimiento 47% ).

Síntesis de:  $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{NC(S)}_2\text{Sb(S)}_2(\text{CH}_2)_2$ .

En un matraz bola de 100 ml. se colocaron 0.19g. (0.76 mmol.; 0.8 ml.) de 3-metilpiperidinditiocarbamato de sodio que se disolvieron en 40 ml. de etanol, posteriormente se añadieron 0.3g. (0.8 mmol.; 0.8 ml.) de  $\text{Cl-Sb(S)}_2(\text{CH}_2)_2$ , la mezcla se puso en agitación mecánica por 3 hrs. Aproximadamente a los 40 min. de iniciada la reacción, la solución se tornó turbia, y se distinguió un precipitado amarillo, el cual después de 3 hrs. se filtró y secó al vacío. Se recristalizó de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Se obtuvieron 0.17g. ( p.f. = 105-110°C; rendimiento 55% ).

Síntesis de:  $\text{C}_4\text{H}_8\text{NC(S)}_2\text{As(S)}_2(\text{CH}_2)_2$ .

En un matraz bola de 100 ml. se pusieron 0.21g. (0.98 mmol.; 1.0 ml.) de pirrolidinditiocarbamato de sodio que se disolvieron en 60 ml. de etanol, en seguida se agregaron 0.3g. (0.98 mmol.; 1.0 ml.) del compuesto  $\text{Cl-As(S)}_2(\text{CH}_2)_2$ . La mezcla de reacción se puso en agitación mecánica

por 3 hrs. La solución se tornó turbia al cabo de 30 min.-- después de 3 hrs. el precipitado blanco se filtró y secó al vacío. Se recristalizó de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Se obtuvieron 0.30g. ( p.f. = 140-143°C; rendimiento 75.24% ).

• Síntesis del  $\text{C}_4\text{H}_8\text{SbClS}_2\text{Sb(Si(CH}_3)_2)_2$ .

En un matraz bola de 100 ml. se colocaron 0.17g. (0.8 mmol.; 1.0 ml.) de pirrolidinditiocarbamato de sodio - que se disolvieron en 60 ml. de etanol, posteriormente se añadieron 0.2g. (0.8 mmol.; 1.0 ml.) del compuesto  $\text{Cl-Sb(S)}_2(\text{CH}_3)_2$ . La mezcla se puso en agitación mecánica por 3 hrs. al cabo de 40 min. la solución se tornó turbia y el precipitado amarillo después de 3 hrs. se filtró y secó al vacío. Se recristalizó de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Se obtuvieron 0.15g. ( p.f. = se descompone alrededor de 140°C; rendimiento 50.24% ).

Todos los compuestos sintetizados se sometieron a pruebas de solubilidad, punto de fusión y fueron caracterizados por análisis elemental, espectroscopía de I.R., ---- R.M.N. así como espectrometría de masas.

### III.- RESULTADOS.

Los resultados de solubilidad y punto de fusión, aquí reportados son los que se obtuvieron en el laboratorio y no son fuente de ningún libro. Además los análisis elementales de todos los compuestos aquí mencionados y reportados se mandaron hacer a: Galbraith Laboratories Inc.- 3323 Sycamore Drive, Knoxville, Tennessee 37921-1750, U.S.A.

#### \* Ligantes:

A) Dimetilditioarsinato de sodio también conocido como Ditiocacodilato de sodio:



Soluble en los disolventes orgánicos más comunes  
Sólido cristalino, incoloro con formas de agujas. Funde --  
entre 170-180°C.

El espectro de I.R. (espectro I) es similar al --  
reportado en la literatura. [ Silaqui-Dumitrescu, J. y cols.  
Rev. Roum. Chim., 22, (8), 911-916 (1982)];

\* Nota: ver la tabla en la siguiente página.

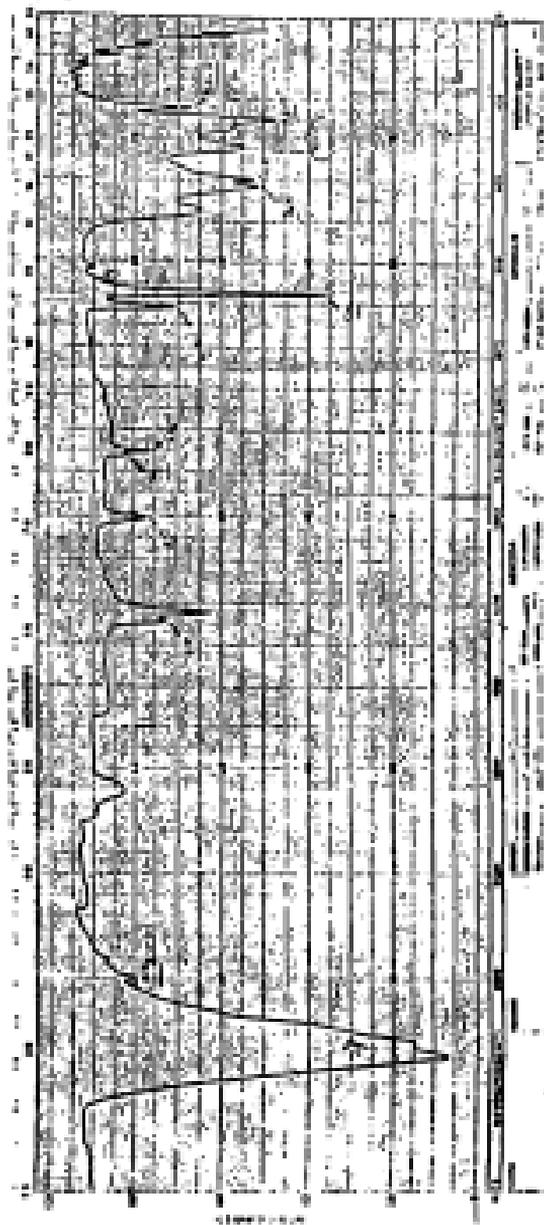
Frecuencia (  $\text{cm}^{-1}$  ) :                      Grupos o enlaces:

Téorico:	Experimental:	
424 m	420 m	$\nu_s(\text{AsS})$
449 m	450 m	$\nu_{as}(\text{AsS})$
600 m	595 m	$\nu_s(\text{AsCl})$
618 m	610 m	$\nu_{as}(\text{AsCl})$
870 f	880 f	$\rho(\text{CH}_3)$
910 f	910 d	$\rho(\text{CH}_3)$
1249 fm	1250 d	$\delta_s(\text{CH}_3)$
1261 d	1260 d	$\delta_s(\text{CH}_3)$
1410 m	1400 d	$\delta_{as}(\text{CH}_3)$
1650 h	1640 h	$\xi(\text{OH})$
2995 m	2995 d	$\nu_s(\text{CH}_3)$

Ade más existen señales en  $3300 \text{ cm}^{-1}$  y en  $3330 \text{ cm}^{-1}$  correspondientes al agua.

El significado de las letras junto al valor de la frecuencia es: m señal de fuerza media; f= fuerte; de- débil; h= hombro. Por otra parte las letras griegas que acompañan a los grupos identificados significan lo siguiente:

- $\nu_s$  = banda de estiramiento simétrica.
- $\nu_{as}$  = banda de estiramiento asimétrica.
- $\delta_s$  = banda de flexión simétrica.
- $\delta_{as}$  = banda de flexión asimétrica.
- $\rho$  = banda de flexión.



Espectro I. Mganta  $(CH_3)_2As(S)Na + 2 H_2O$ .

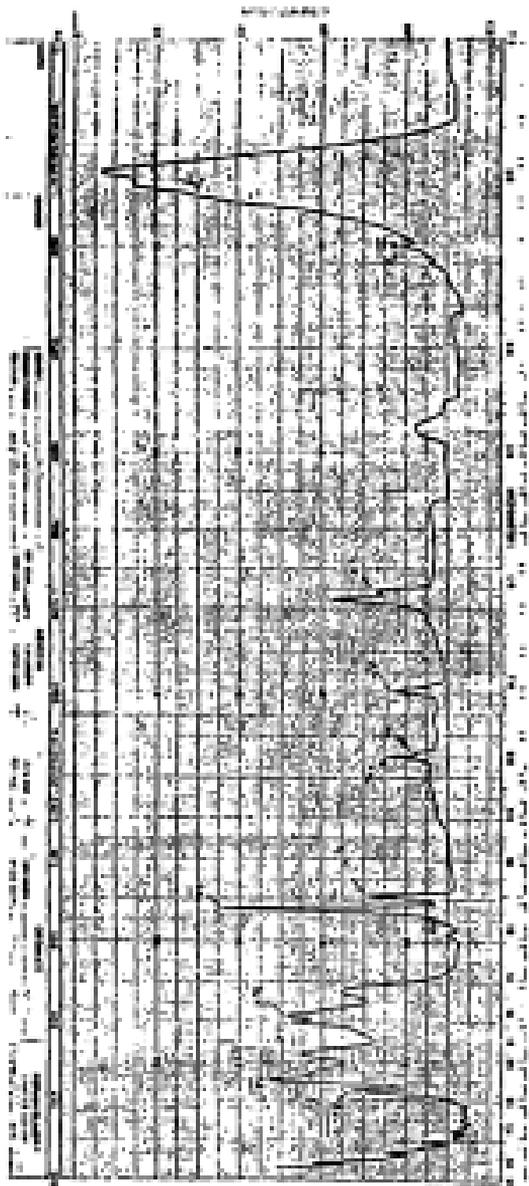


Fig. 1.  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  (1)  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  (2)  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  (3)  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  (4)

B) 1-metilpiperidinditiocarbonato de sodio:



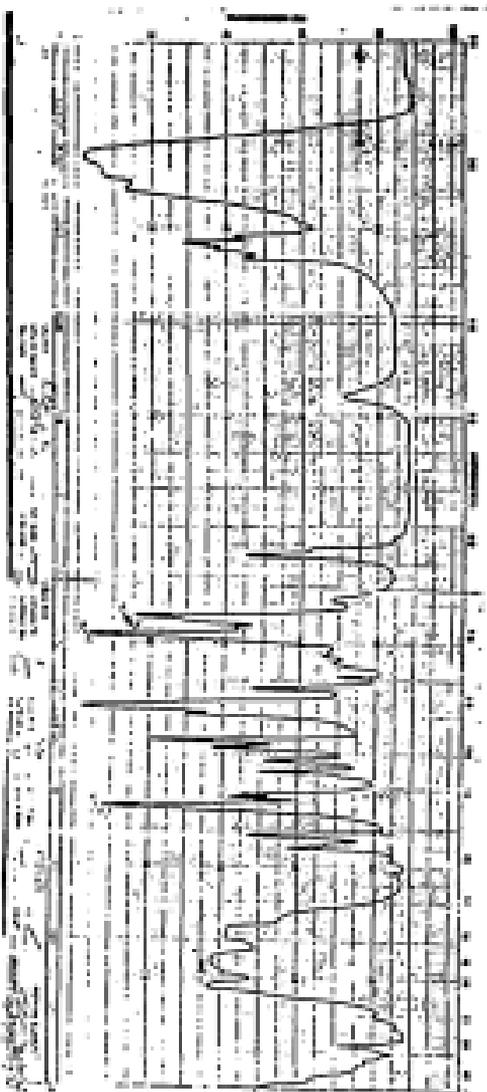
La reacción que se efectúa para obtener esta sal ligante, es exotérmica; debe mantenerse en agitación constante, pues de no hacerlo, la mezcla se convierte en una masa amorfa y dura. Precipita en forma de sólido color beige. Ligeramente soluble en hexano, insoluble en acetona soluble en agua, etanol, metanol, y éter. Funde alrededor de 200°C.

El espectro de I.R. (espectro II) es semejante al reportado en la literatura. [Fabretti, A.C. y cols. Aust. J. Chem., 32, 605-612, (1986)].

\* Nota: aquí se reportan las bandas mas importantes del espectro.

Frecuencia (cm <sup>-1</sup> ):		Grupos o enlaces:
Teóricos:	Experimental:	
1463 mf	1470 mf	ν(C-N)
1418 mf	1420 mf	ν(C-H)
951 f	950 mf	ν(C-S)
530 m	560-510 f	ν(CS) + δ(SCS) + δ(NCS).

mf= señal muy fuerte; f= señal fuerte; m= señal de fuerza media. ν= bandas de estiramiento; δ= bandas de flexión.



Espectro II. Estructura 3-thiopyridinylideneisocarbamate de sodio.

Además en el espectro experimental se observa - en la zona de 3000-2800  $\text{cm}^{-1}$  la presencia del grupo  $\text{CH}_2$  y  $\text{CH}_3$ ; arriba de 3000  $\text{cm}^{-1}$  se observan bandas que nos indican la presencia del grupo amino.

C) Pirrolidinditiocarbamato de Sodio:

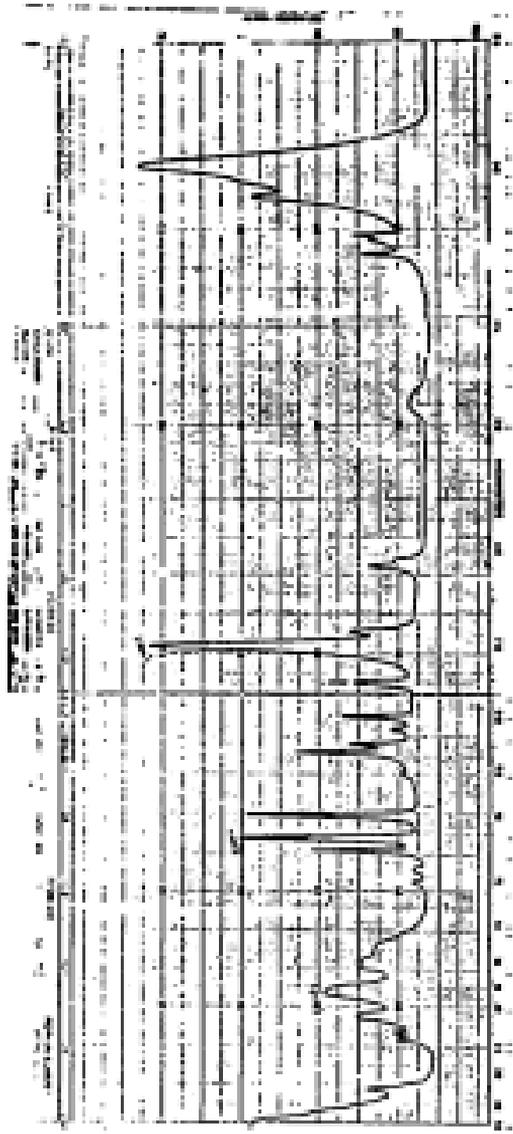


Al sintetizar esta sal ligante se observa que -- la reacción es exotérmica; debe mantenerse en agitación -- constante para evitar que se forme una masa amorfa. Precipita en forma de polvo blanco muy fino. Soluble en agua, -- etanol, metanol, y éter; insoluble en hexano y acetona. Se descompone arriba de 200°C.

El espectro de I.R. muestra las bandas principales en: ( espectro III ).

Frecuencia ( $\text{cm}^{-1}$ ):		Grupos o enlaces:
Téorico:	Experimental:	
1463 $\text{cm}^{-1}$ , 1418 $\text{cm}^{-1}$ ; 1460 $\text{d}$ , 1420 $\text{cm}^{-1}$ .		$\nu(\text{C-N})$
951 $\text{f}$	940 $\text{f}$	$\nu(\text{C-S})$
530 $\text{m}$	545 $\text{fm}$	$\nu(\text{CS}) + \delta(\text{SCS}) + \delta(\text{NCS})$ .

En la zona comprendida entre 3000-2800  $\text{cm}^{-1}$  aparecen bandas correspondientes al grupo  $\text{CH}_2$ ; arriba de 3000- $\text{cm}^{-1}$  aparecen dos bandas que indican la presencia del grupo-amino.



Espectro III. Ligando pirrolidimidocarbonato de sodio.

Compuestos 1-hetero-1,3-ditio ciclopentano:

A) 2-cloro-1,3-ditio-2-arsa ciclopentano:



Sólido blanco muy fino. Ligeramente soluble en etanol; soluble en DMSO. Funde a 36°C.

El espectro de I.R. (espectro IV) nos indica claramente las bandas de los grupos esperados para este compuesto, por ejemplo: alrededor de 1410  $\text{cm}^{-1}$  se distingue la presencia del  $\text{CH}_2$  así como en 1240  $\text{cm}^{-1}$ ; la banda correspondiente a la unión C-C se observa en 990  $\text{cm}^{-1}$ ; en la zona de 300-400  $\text{cm}^{-1}$  se distinguen las bandas de As-S y As-Cl. Los valores experimentales coinciden con los informados en la literatura. [ Davidson, G. y Beer, K.F., Spectrochim. Acta, **4**, 13A, (5), 419-420, (1948)].

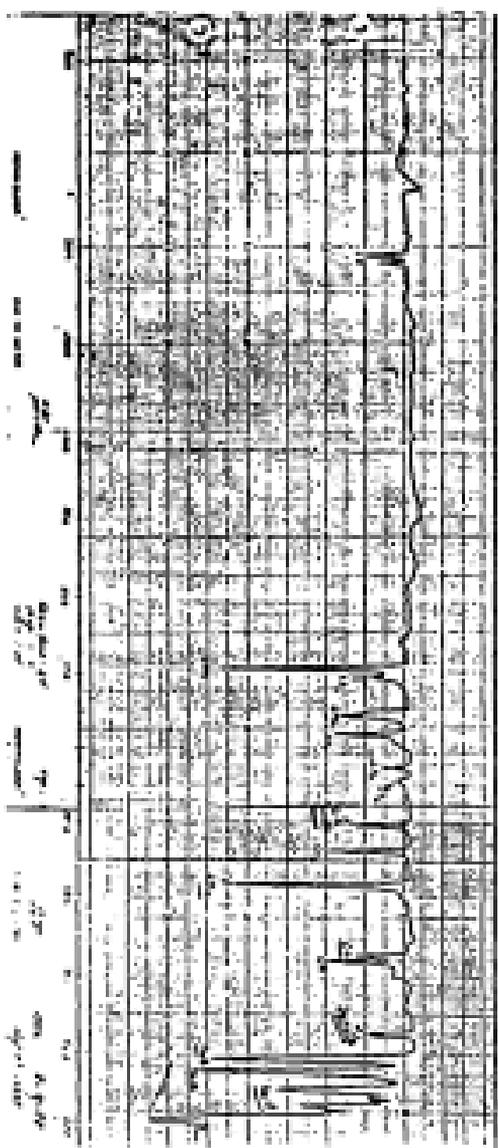
B) 2-cloro-1,3-ditio-2-antiba ciclopentano:



Sólido amarillo muy pálido; ligeramente soluble en etanol y muy soluble en DMSO. Funde alrededor de 37°C.

El espectro de I.R. (espectro V) presenta las siguientes bandas o señales:

Espectro IV, compuesto (Cl)<sub>2</sub>(SI)<sub>2</sub>As-Cl.



Frecuencia ( $\text{cm}^{-1}$ ):		Grupos o enlaces:
Teórico:	Experimental:	
	1410 f	$\text{CH}_2$ tijera.
	1270 m	$\text{CH}_2$
	1230 m	$\text{CH}_2$
	1150 d, 1100 d.	$\text{CH}_2$
	920 m	$\text{CH}_2$
	830 s	$\text{CH}_2$
	650 d, 630 d.	enlace C-S.
	430 m	def. del anillo.
	355 f	enlace Sb-S.
	315 f	enlace Sb-Cl.

COMPUESTOS DE COORDINACION:

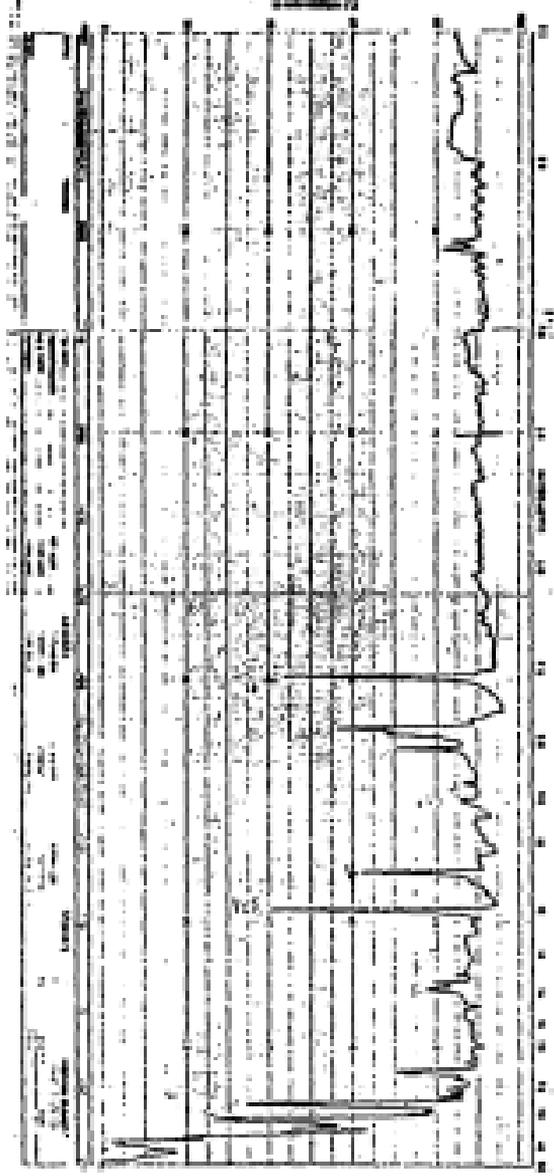
III  $(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{S})_2\text{As}(\text{S})_2(\text{CH}_3)_2$ .

Sólido blanco, ligeramente soluble en  $\text{CCl}_4$ , poco soluble en  $\text{CHCl}_3$ , e insoluble en  $\text{H}_2\text{O}$ .

En el análisis espectroscópico se observa que:

El Espectro de I.R. (espectro VI), la señal para el grupo  $\text{CH}_2$  aparece en 2980  $\text{cm}^{-1}$  así como en 910  $\text{cm}^{-1}$  y 890  $\text{cm}^{-1}$ ; la presencia del  $\text{CH}_2$  se distingue en 1410  $\text{cm}^{-1}$ , 1240  $\text{cm}^{-1}$  y 830  $\text{cm}^{-1}$ ; en la zona de 600-700  $\text{cm}^{-1}$  se observan las bandas correspondientes a las uniones C-S y As-C; en 430  $\text{cm}^{-1}$ , 450  $\text{cm}^{-1}$ , ---

Espectro V, compuesto (Cl)<sub>2</sub>C(Si)<sub>2</sub>Br-Cl.



330  $\text{cm}^{-1}$ , y 350  $\text{cm}^{-1}$  se observan bandas correspondientes a la unión As-S; la banda de As-Cl aparece en 320  $\text{cm}^{-1}$ .

El espectro de R.M.N. (espectro VII), la presencia del  $\text{CH}_3$  se observa en 1.85 ppm mientras que los  $\text{CH}_2$  se distinguen en 3.5 ppm.

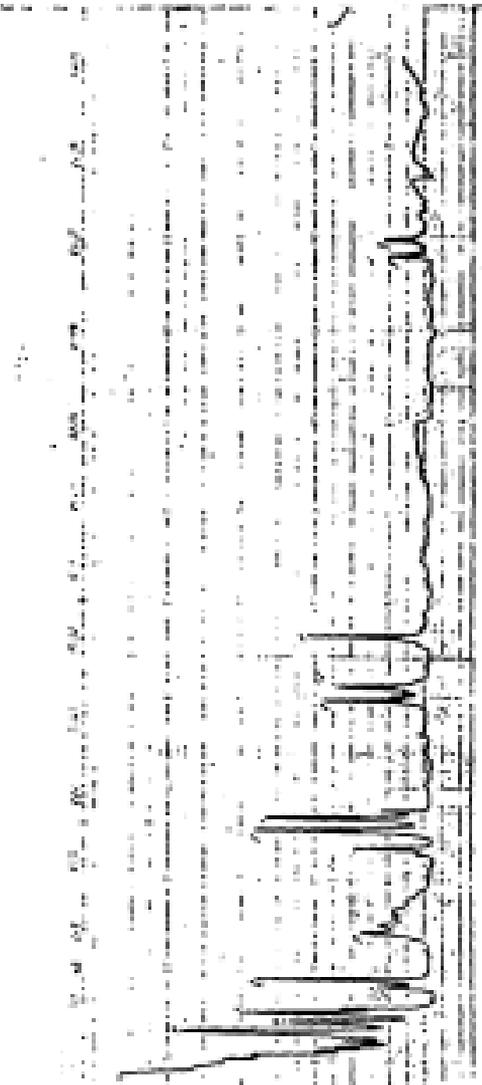
El espectro de Masas (espectro VIII) indica:

m/z:	Porcentaje(%):	Asignación:
336	4	$\text{H}^+$
304	18	$(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{Si})_2\text{As}(\text{Si})_2(\text{CH}_2)_2$ .
289	6	$(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{Si})_2\text{As}(\text{Si})\text{CH}_3$ .
169	12	$(\text{CH}_2)_2\text{As}(\text{Si})_2$ .
167	98	$\text{As}(\text{Si})_2(\text{CH}_2)_2$ .
139	10	$\text{As}(\text{Si})_2$ .
107	100	$\text{As-S}$ .
105	28	$(\text{CH}_3)_2\text{As}$ .
90	6	$\text{As-CH}_3$ .

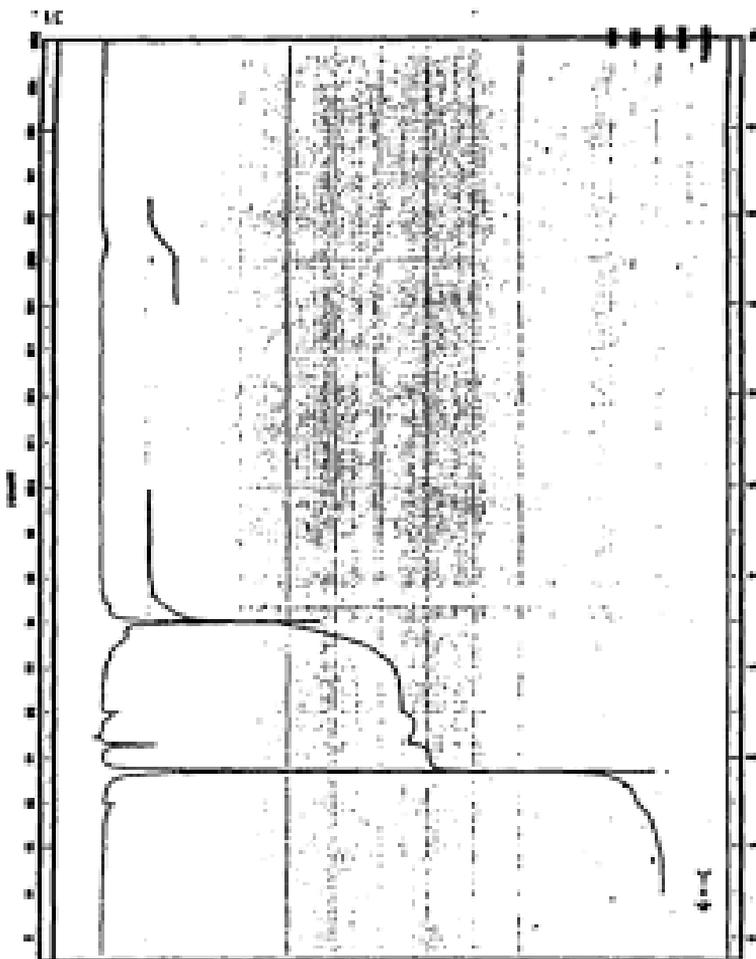
El análisis elemental corresponde a:

Calculado:	Experimental:
C= 14.39%.	C= 13.74%.
H= 2.98%.	H= 2.82%.
As= 44.62%.	As= 43.24%.
Si= 38.11%.	Si= 40.89%.

Figura VI. Componentes ( $\text{cm}^{-1}$ )  $(\gamma_{\text{anti}}/\gamma_{\text{anti}})_{\text{I}}$  ( $\text{cm}^{-1}$ )<sup>2</sup>.



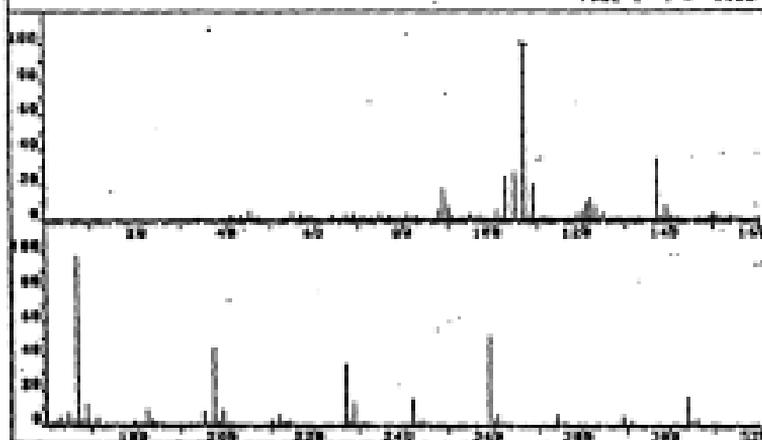
REPORT NO. 1111  
 PROJECT NO. 1111  
 TITLE: [Illegible]



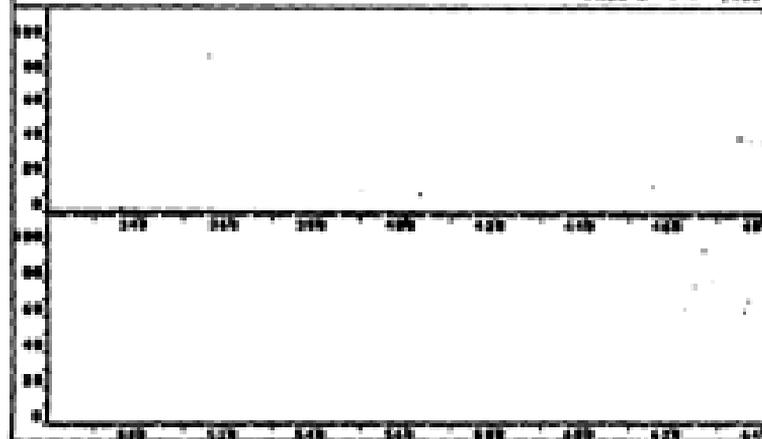
DATE: 11/11/11  
 DRAWN BY: [Illegible]  
 CHECKED BY: [Illegible]  
 SCALE: 1/4" = 1'-0"

1. [Illegible]  
 2. [Illegible]  
 3. [Illegible]  
 4. [Illegible]  
 5. [Illegible]  
 6. [Illegible]  
 7. [Illegible]  
 8. [Illegible]  
 9. [Illegible]  
 10. [Illegible]  
 11. [Illegible]  
 12. [Illegible]  
 13. [Illegible]  
 14. [Illegible]  
 15. [Illegible]  
 16. [Illegible]  
 17. [Illegible]  
 18. [Illegible]  
 19. [Illegible]  
 20. [Illegible]  
 21. [Illegible]  
 22. [Illegible]  
 23. [Illegible]  
 24. [Illegible]  
 25. [Illegible]  
 26. [Illegible]  
 27. [Illegible]  
 28. [Illegible]  
 29. [Illegible]  
 30. [Illegible]  
 31. [Illegible]  
 32. [Illegible]  
 33. [Illegible]  
 34. [Illegible]  
 35. [Illegible]  
 36. [Illegible]  
 37. [Illegible]  
 38. [Illegible]  
 39. [Illegible]  
 40. [Illegible]  
 41. [Illegible]  
 42. [Illegible]  
 43. [Illegible]  
 44. [Illegible]  
 45. [Illegible]  
 46. [Illegible]  
 47. [Illegible]  
 48. [Illegible]  
 49. [Illegible]  
 50. [Illegible]

PMU 0282	SPECTRUM 10		REVISION TIME 1-1	
LAST 4:	187.0-197.0	188.0-97.0	200.0-81.0	197.0-42.0
	188.0-1.4	189.0-.8	200.0-.8	197.0-.8
				PAGE 2 7 = 1.00



PMU 0282	SPECTRUM 10		REVISION TIME 1-1	
LAST 4:	187.0-197.0	188.0-97.0	200.0-81.0	197.0-42.0
	188.0-1.4	189.0-.8	200.0-.8	197.0-.8
				PAGE 2 7 = 1.00



Spettro VIII. composto  $(C_2)_2(Si)_2As(S)_2(CR_2)_2$



Sólido amarillo pálido muy fino. Ligeramente soluble en  $\text{CCl}_4$ , poco soluble en  $\text{CHCl}_3$ , e insoluble en  $\text{H}_2\text{O}$ .

El análisis espectroscópico muestra:

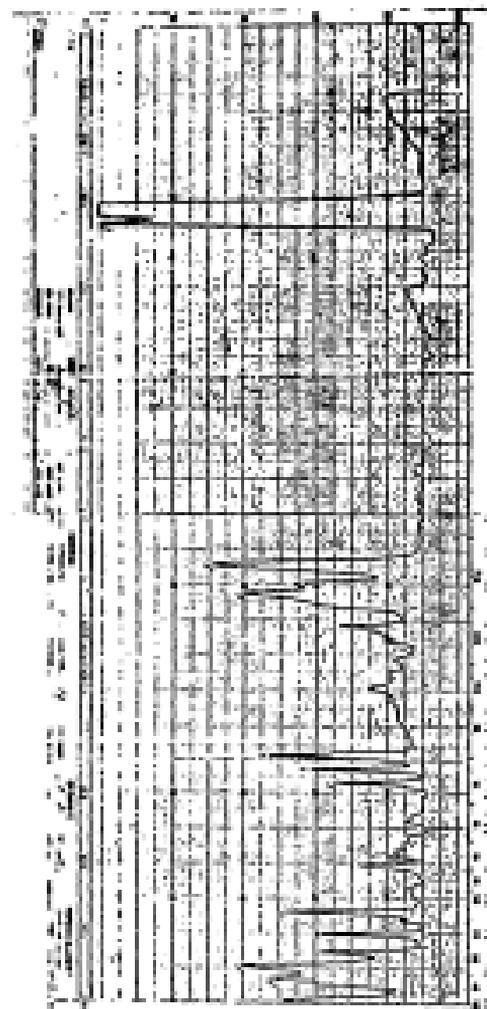
• Espectro de I.R. (espectro IX): para el grupo  $\text{CH}_3$  aparecen señales en  $2860 \text{ cm}^{-1}$ ,  $910 \text{ cm}^{-1}$  y  $870 \text{ cm}^{-1}$ ; la presencia del  $\text{CH}_2$  se observa en  $1460 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1380 \text{ cm}^{-1}$  y  $830 \text{ cm}^{-1}$ ; en  $590 \text{ cm}^{-1}$  aparece una banda que corresponde a la unión As-C; para el enlace As-S aparecen bandas en  $460 \text{ cm}^{-1}$  y  $400 \text{ cm}^{-1}$ ; en  $350 \text{ cm}^{-1}$  está la banda de Sb-S y en  $310 \text{ cm}^{-1}$  está la señal para Sb-Cl; es posible que exista una vibración de flexión para C-As-C en  $270 \text{ cm}^{-1}$ .

• Espectro de R.M.N. (espectro X): en 3.0 ppm aparece la señal para el grupo  $\text{CH}_3$ , y en 1.35 ppm aparece la señal para el  $\text{CH}_2$ .

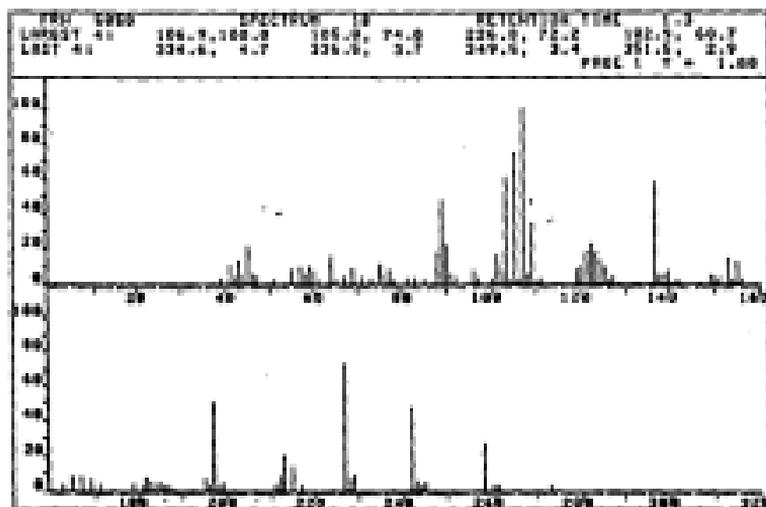
• Espectro de Masas: (espectro XI):

m/e:	Porcentaje (%):	Asignación:
349	5	$(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{S})_2\text{Sb}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ .
334	3	$(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{S})_2\text{Sb}(\text{S})\text{CH}$ .
213	22	$\text{Sb}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ .
169	6	$(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{S})_2$ .
153	12	Sb-S.

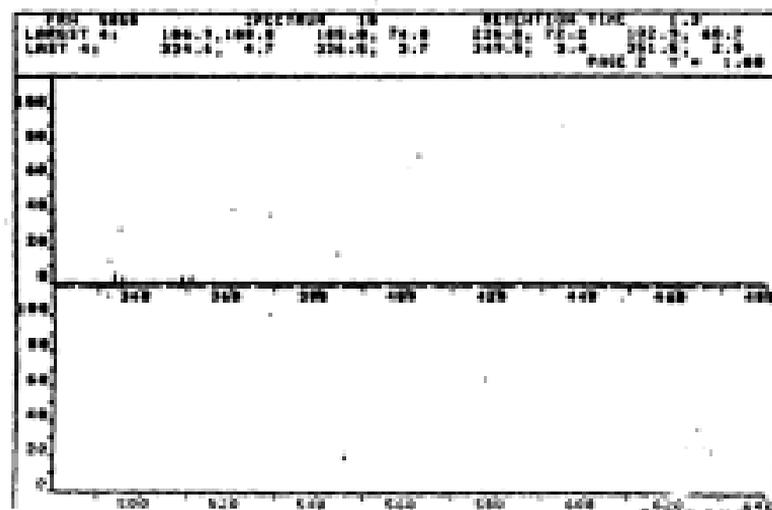
Figure 1. Comparison of the measured and predicted values of the peak and trough concentrations of theophylline in patients with normal renal function.







Espectro XL. compuesto  $(C_{10}H_{12}N_2O_2)_2(C_2H_5)_2$



m/e:	Porcentaje (%):	Asignación:
139	6	As(S) <sub>2</sub> .
107	100	As-S.

El análisis elemental corresponde a:

Calculado:	Experimental:
C= 12.54%.	Ca 11.40%.
H= 2.61%.	H= 1.86%.
As= 19.56%.	As= 26.6%.
Sb= 31.02%.	Sb= - - - .
S= 33.45%.	S= 35.92%.

#### DITIOCARBAMATOS HETEROCICLICOS:



Sólido blanco muy fino, insoluble en agua y éter, poco soluble en hexano y ligeramente soluble en etanol y metanol; soluble en acetona y muy soluble en CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>.

#### Análisis Espectroscópico:

El espectro de I.R. (espectro XIII), se observan bandas de flexión del C-N en 1480 cm<sup>-1</sup> y 1430 cm<sup>-1</sup>; en 960 cm<sup>-1</sup> --- aparece una banda de estiramiento para el C-S, la zona --- comprendida entre 500-450 cm<sup>-1</sup> nos revela la presencia de una

mezcla de vibraciones de flexión del S-C-S y S-C-S con vibraciones de estiramiento de C-S; en la zona de 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  se observa la presencia de los grupos  $\text{CH}_3$  y  $\text{CH}_2$ , así mismo en 1430  $\text{cm}^{-1}$  y 810  $\text{cm}^{-1}$  se comprueba la presencia del  $\text{CH}_2$ ; también se observan dos bandas, una en 330  $\text{cm}^{-1}$  y otra en 165  $\text{cm}^{-1}$  que se cree pertenecen a la vibración As-S.

4 Espectro de R.H.N. (espectro XIII): comparando lo obtenido experimentalmente con el espectro de R.H.N. de la 3-metilpiperidina (Satler), encontramos que:



Para el caso de los hidrógenos (a) la 3-metilpiperidina presenta un singlete en 0.83 ppm., mientras que en nuestro compuesto aparece un singlete en 1.0 ppm.; los hidrógenos (b) dan señales múltiples en la zona de 1.0-2.0 ppm., en nuestro compuesto aparecen en 1.10-2.0 ppm.; por su parte los hidrógenos (c) dan señales múltiples en la zona de 1.95-2.75 ppm. y en el caso de nuestro compuesto obtuvimos señales semejantes en la zona de 2.65-3.25 ppm. Además existe un singlete muy marcado en 3.60 ppm que corresponde a los hidrógenos del grupo  $\text{CH}_2$  del heterociclo:  $\text{As}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ .

#### Δ Espectro de Masas: (espectro XIV)

m/z:	Porcentaje (%):	Asignación:
341	25	M <sup>+</sup>
249	16	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N-C(8) <sub>2</sub> As.
174	100	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N-C(8) <sub>2</sub> .
167	55	As(S) <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> .
139	10	As(S) <sub>2</sub> .
107	55	As-S.
98	50	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N.
55	35	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> N-C.
42	10	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> N.

#### Δ Análisis Elemental:

Calculado:	Experimental:
C= 31.67%.	C= 31.74%.
H= 4.63%.	H= 4.69%.
N= 4.10%.	N= 4.08%.
S= 37.53%.	S= - - - .
As= 22.0%.	As= 21.91%.



Sólido muy fino de color amarillo pálido. Insoluble en éter; poco soluble en agua y hexano; ligeramente soluble en metanol; soluble en etanol, acetona y DMSO; muy soluble en CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>.

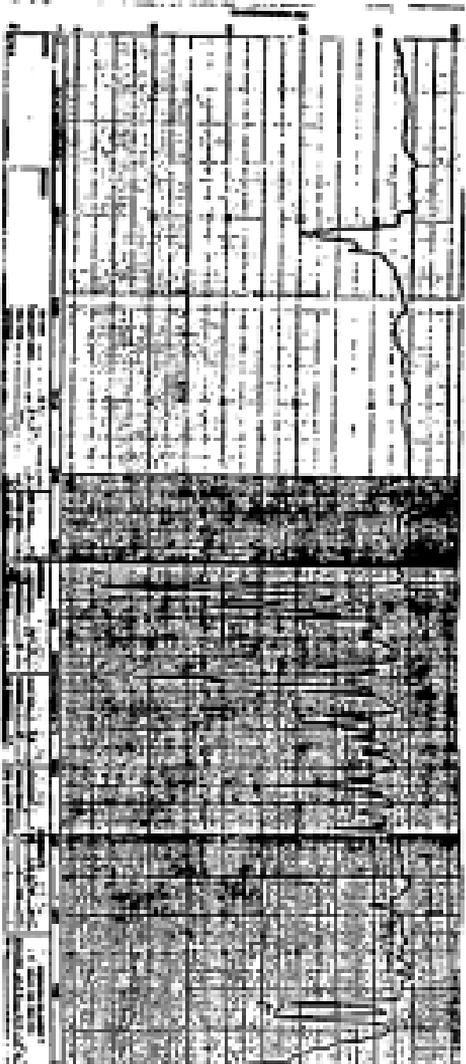
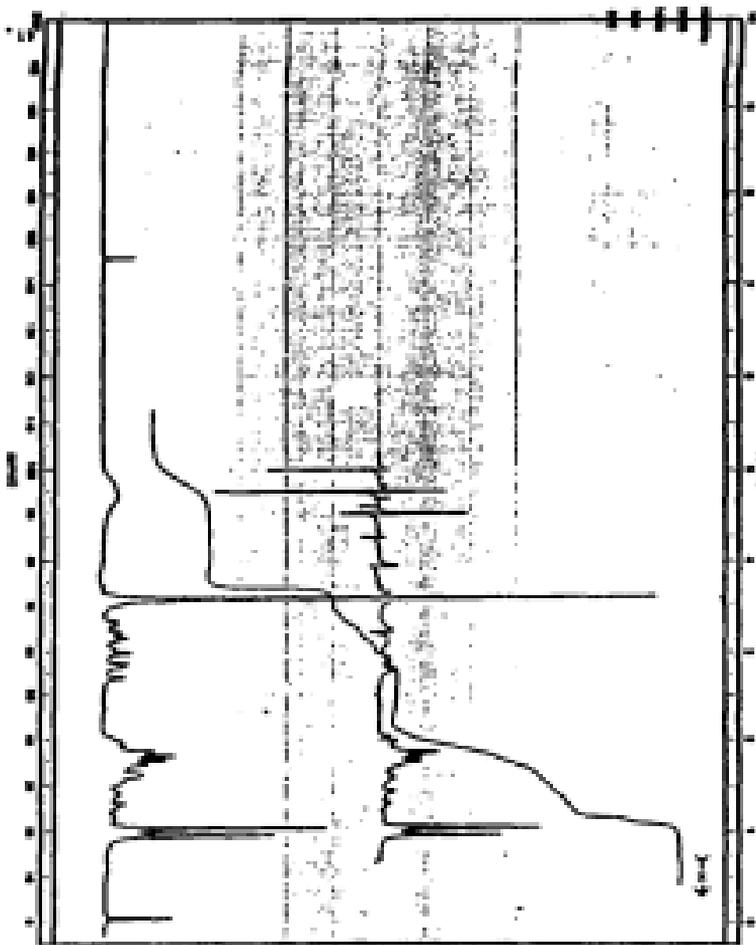


Diagrama III, compuesto C.H. (c) (d) A (e) (f) (g) (h) (i) (j) (k) (l) (m) (n) (o) (p) (q) (r) (s) (t) (u) (v) (w) (x) (y) (z) (aa) (ab) (ac) (ad) (ae) (af) (ag) (ah) (ai) (aj) (ak) (al) (am) (an) (ao) (ap) (aq) (ar) (as) (at) (au) (av) (aw) (ax) (ay) (az) (ba) (bb) (bc) (bd) (be) (bf) (bg) (bh) (bi) (bj) (bk) (bl) (bm) (bn) (bo) (bp) (bq) (br) (bs) (bt) (bu) (bv) (bw) (bx) (by) (bz) (ca) (cb) (cc) (cd) (ce) (cf) (cg) (ch) (ci) (cj) (ck) (cl) (cm) (cn) (co) (cp) (cq) (cr) (cs) (ct) (cu) (cv) (cw) (cx) (cy) (cz) (da) (db) (dc) (dd) (de) (df) (dg) (dh) (di) (dj) (dk) (dl) (dm) (dn) (do) (dp) (dq) (dr) (ds) (dt) (du) (dv) (dw) (dx) (dy) (dz) (ea) (eb) (ec) (ed) (ee) (ef) (eg) (eh) (ei) (ej) (ek) (el) (em) (en) (eo) (ep) (eq) (er) (es) (et) (eu) (ev) (ew) (ex) (ey) (ez) (fa) (fb) (fc) (fd) (fe) (ff) (fg) (fh) (fi) (fj) (fk) (fl) (fm) (fn) (fo) (fp) (fq) (fr) (fs) (ft) (fu) (fv) (fw) (fx) (fy) (fz) (ga) (gb) (gc) (gd) (ge) (gf) (gg) (gh) (gi) (gj) (gk) (gl) (gm) (gn) (go) (gp) (gq) (gr) (gs) (gt) (gu) (gv) (gw) (gx) (gy) (gz) (ha) (hb) (hc) (hd) (he) (hf) (hg) (hh) (hi) (hj) (hk) (hl) (hm) (hn) (ho) (hp) (hq) (hr) (hs) (ht) (hu) (hv) (hw) (hx) (hy) (hz) (ia) (ib) (ic) (id) (ie) (if) (ig) (ih) (ii) (ij) (ik) (il) (im) (in) (io) (ip) (iq) (ir) (is) (it) (iu) (iv) (iw) (ix) (iy) (iz) (ja) (jb) (jc) (jd) (je) (jf) (jg) (jh) (ji) (jj) (jk) (jl) (jm) (jn) (jo) (jp) (jq) (jr) (js) (jt) (ju) (jv) (jw) (jx) (jy) (jz) (ka) (kb) (kc) (kd) (ke) (kf) (kg) (kh) (ki) (kj) (kk) (kl) (km) (kn) (ko) (kp) (kq) (kr) (ks) (kt) (ku) (kv) (kw) (kx) (ky) (kz) (la) (lb) (lc) (ld) (le) (lf) (lg) (lh) (li) (lj) (lk) (ll) (lm) (ln) (lo) (lp) (lq) (lr) (ls) (lt) (lu) (lv) (lw) (lx) (ly) (lz) (ma) (mb) (mc) (md) (me) (mf) (mg) (mh) (mi) (mj) (mk) (ml) (mm) (mn) (mo) (mp) (mq) (mr) (ms) (mt) (mu) (mv) (mw) (mx) (my) (mz) (na) (nb) (nc) (nd) (ne) (nf) (ng) (nh) (ni) (nj) (nk) (nl) (nm) (nn) (no) (np) (nq) (nr) (ns) (nt) (nu) (nv) (nw) (nx) (ny) (nz) (oa) (ob) (oc) (od) (oe) (of) (og) (oh) (oi) (oj) (ok) (ol) (om) (on) (oo) (op) (oq) (or) (os) (ot) (ou) (ov) (ow) (ox) (oy) (oz) (pa) (pb) (pc) (pd) (pe) (pf) (pg) (ph) (pi) (pj) (pk) (pl) (pm) (pn) (po) (pp) (pq) (pr) (ps) (pt) (pu) (pv) (pw) (px) (py) (pz) (qa) (qb) (qc) (qd) (qe) (qf) (qg) (qh) (qi) (qj) (qk) (ql) (qm) (qn) (qo) (qp) (qq) (qr) (qs) (qt) (qu) (qv) (qw) (qx) (qy) (qz) (ra) (rb) (rc) (rd) (re) (rf) (rg) (rh) (ri) (rj) (rk) (rl) (rm) (rn) (ro) (rp) (rq) (rr) (rs) (rt) (ru) (rv) (rw) (rx) (ry) (rz) (sa) (sb) (sc) (sd) (se) (sf) (sg) (sh) (si) (sj) (sk) (sl) (sm) (sn) (so) (sp) (sq) (sr) (ss) (st) (su) (sv) (sw) (sx) (sy) (sz) (ta) (tb) (tc) (td) (te) (tf) (tg) (th) (ti) (tj) (tk) (tl) (tm) (tn) (to) (tp) (tq) (tr) (ts) (tt) (tu) (tv) (tw) (tx) (ty) (tz) (ua) (ub) (uc) (ud) (ue) (uf) (ug) (uh) (ui) (uj) (uk) (ul) (um) (un) (uo) (up) (uq) (ur) (us) (ut) (uu) (uv) (uw) (ux) (uy) (uz) (va) (vb) (vc) (vd) (ve) (vf) (vg) (vh) (vi) (vj) (vk) (vl) (vm) (vn) (vo) (vp) (vq) (vr) (vs) (vt) (vu) (vv) (vw) (vx) (vy) (vz) (wa) (wb) (wc) (wd) (we) (wf) (wg) (wh) (wi) (wj) (wk) (wl) (wm) (wn) (wo) (wp) (wq) (wr) (ws) (wt) (wu) (wv) (ww) (wx) (wy) (wz) (xa) (xb) (xc) (xd) (xe) (xf) (xg) (xh) (xi) (xj) (xk) (xl) (xm) (xn) (xo) (xp) (xq) (xr) (xs) (xt) (xu) (xv) (xw) (xx) (xy) (xz) (ya) (yb) (yc) (yd) (ye) (yf) (yg) (yh) (yi) (yj) (yk) (yl) (ym) (yn) (yo) (yp) (yq) (yr) (ys) (yt) (yu) (yv) (yw) (yx) (yy) (yz) (za) (zb) (zc) (zd) (ze) (zf) (zg) (zh) (zi) (zj) (zk) (zl) (zm) (zn) (zo) (zp) (zq) (zr) (zs) (zt) (zu) (zv) (zw) (zx) (zy) (zz)

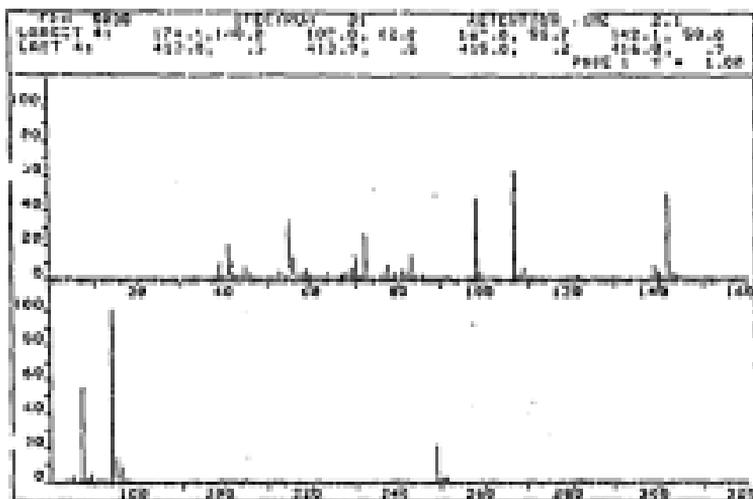
Report No. 111, composite  $C_{10}H_{16}$  (Methylcyclohexane),  $C_{10}H_{16}$  (Methylcyclohexane)



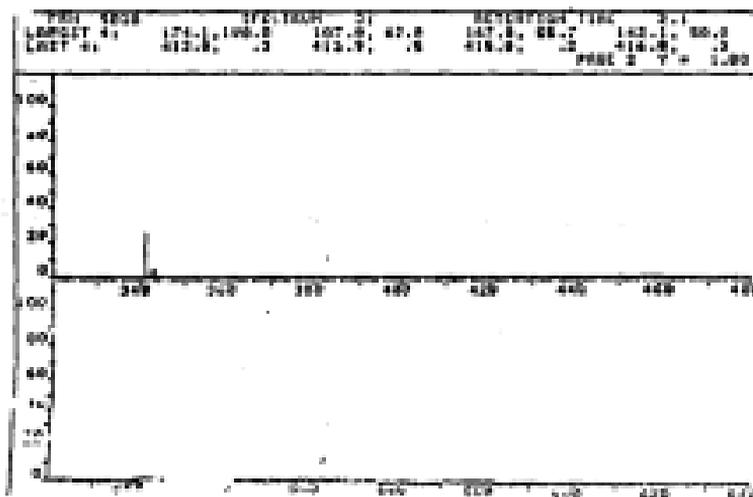
DATE: \_\_\_\_\_  
 ANALYST: \_\_\_\_\_  
 SAMPLE: \_\_\_\_\_  
 INSTRUMENT: \_\_\_\_\_

1. Name of compound: \_\_\_\_\_  
 2. Molecular weight: \_\_\_\_\_  
 3. Empirical formula: \_\_\_\_\_  
 4. Structure: \_\_\_\_\_  
 5. Name of analyst: \_\_\_\_\_  
 6. Date: \_\_\_\_\_  
 7. Instrument used: \_\_\_\_\_  
 8. Solvent used: \_\_\_\_\_  
 9. Concentration: \_\_\_\_\_  
 10. Integration curve: \_\_\_\_\_  
 11. Integration values: \_\_\_\_\_  
 12. Integration errors: \_\_\_\_\_  
 13. Integration constants: \_\_\_\_\_  
 14. Integration scale: \_\_\_\_\_  
 15. Integration factor: \_\_\_\_\_  
 16. Integration constant: \_\_\_\_\_  
 17. Integration error: \_\_\_\_\_  
 18. Integration constant: \_\_\_\_\_  
 19. Integration error: \_\_\_\_\_  
 20. Integration constant: \_\_\_\_\_





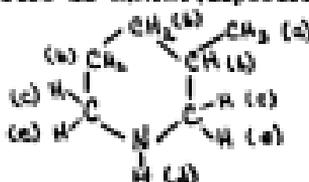
Espectro XIF, compuesto  $C_{10}H_{12}NC(S)_2As(S)_2(CH_3)_2-$



## Análisis Espectroscópico:

• Espectro de I.R. (espectro XV), en  $2920\text{ cm}^{-1}$  aparece una banda característica para el CH; en  $1480\text{ cm}^{-1}$  y  $1430\text{ cm}^{-1}$  se presentan bandas de estiramiento para C-H; la banda de estiramiento para C-S aparece en  $980\text{ cm}^{-1}$ ; la zona que va de  $310-460\text{ cm}^{-1}$  muestra las bandas de flexión de N-C-S y S-C-S así como la banda de estiramiento de C-S; la presencia del grupo  $\text{CH}_2$  se observa en  $1430\text{ cm}^{-1}$ ,  $1140\text{ cm}^{-1}$ ,  $1110\text{ cm}^{-1}$  y  $830\text{ cm}^{-1}$  así mismo en la región comprendida entre  $3000-2800\text{ cm}^{-1}$ ; la presencia del  $\text{CH}_3$  también se observa en ésta última región mencionada así como en  $910\text{ cm}^{-1}$ .

### • Espectro de R.M.N. (espectro XVI):



Los hidrógenos (a) dan una señal en  $0.83\text{ ppm.}$ ,-- en nuestro compuesto esta misma señal aparece en  $1.10\text{ ppm.}$ ; los hidrógenos (b) muestran señales múltiples en la zona de  $1.0-2.0\text{ ppm.}$ , en el caso del compuesto que obtuvimos estas mismas señales aparecen en la zona de  $1.70-2.15\text{ ppm.}$ ; por su parte los hidrógenos (c) muestran señales en la zona de  $1.95-2.75\text{ ppm.}$ , y en nuestro complejo aparecen estas mismas señales en la zona de  $2.90-3.10\text{ ppm.}$  Además aparece un singulete muy marcado en  $3.70\text{ ppm.}$ , que corresponde a los hidrógenos metilénicos del heterociclo  $8b(S)_2(CS_2)_2$ .

4 Espectro de Masas: (espectro XVIII):

m/e:	Porcentaje (%)	Asignación:
387	5	$H^+$
248	85	$(S)_2 Sb(S)_2$
213	62	$Sb(S)_2 (Cl)_2$
185	15	$Sb(S)_2$
153	100	$Sb-S$
121	25	$Sb$
110	8	$C_6H_{12}H-C$
98	10	$C_6H_{12}H$
84	12	$C_6H_{12}$
69	24	$C_3H_6$
58	22	$H-C-S$
42	8	$C_3H_6$

4 El análisis elemental corresponde a:

Calculado :	Experimental:
C= 28.0%	C= 26.10%
H= 4.13%	H= 3.96%
Cl= 3.61%	Cl= 3.14%
S= 13.07%	S= - - -
Sb= 31.20%	Sb= 32.54%

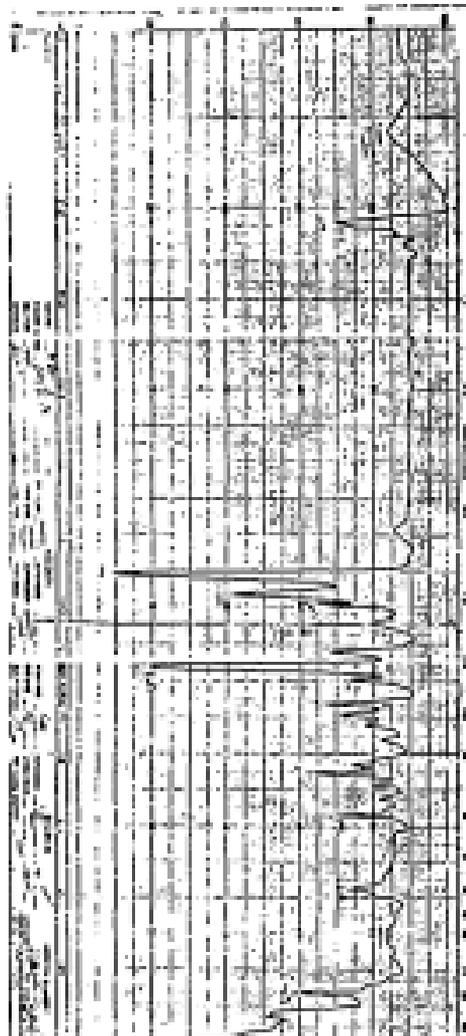
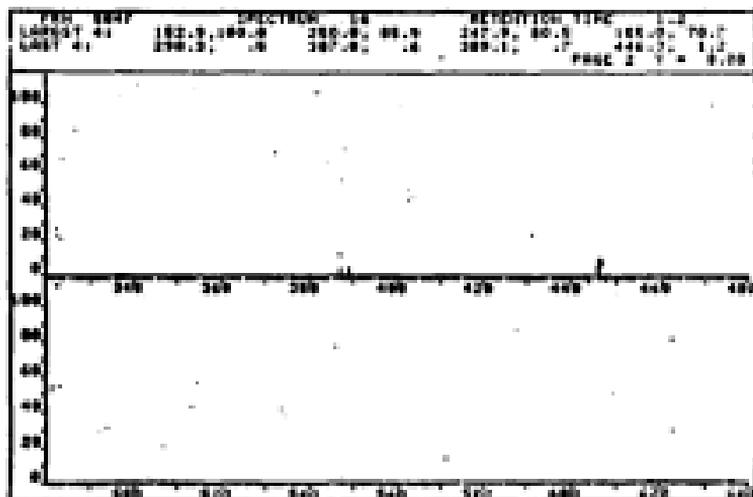
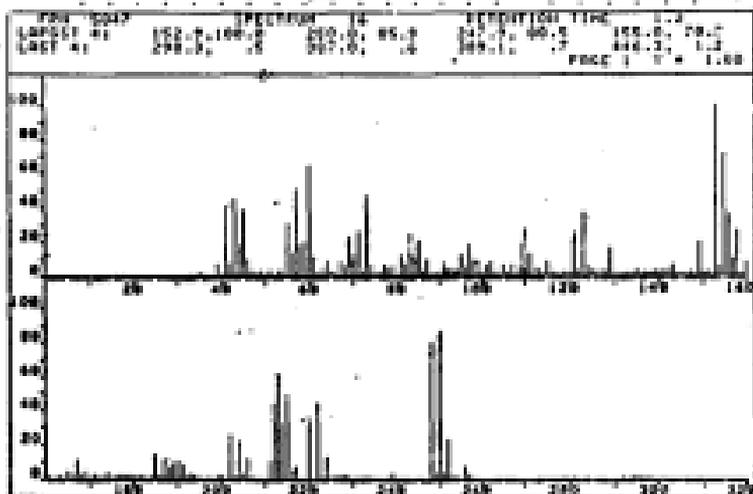


Figura 10. - Computo  $C_{11}(p, \theta, s)$ ,  $C_{22}(p, \theta, s)$ ,  $C_{33}(p, \theta, s)$





1  
Spectro XVII. composto  $C_6H_{12}(ClCH_2)_2SbCl_2(C_2H_5)_2$ .

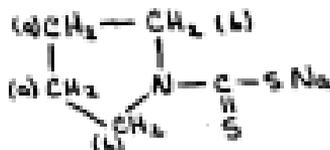


Sólido muy fino de color blanco. Insoluble en --- agua, éter y hexano; ligeramente soluble en metanol y etanol; soluble en acetona y muy soluble en  $CH_2Cl_2$ .

El estudio espectroscópico muestra lo siguiente:

• Espectro de I.R. (espectro XVIII), en  $1465\text{ cm}^{-1}$  se aprecia la presencia de la banda de estiramiento de C-N; -- la banda de estiramiento de C-S se observa en  $950\text{ cm}^{-1}$  y en la zona que va de  $700-600\text{ cm}^{-1}$  se identifican las bandas correspondientes a la mezcla de bandas de estiramiento del -- C-S y bandas de flexión del S-C-S; en  $360\text{ cm}^{-1}$  y en  $340\text{ cm}^{-1}$  está la señal del enlace As-S; el grupo  $CH_2$  y  $CH_3$  se distinguen en la región de  $3000-2800\text{ cm}^{-1}$ ,  $1470\text{ cm}^{-1}$ ,  $910\text{ cm}^{-1}$ , y ---  $830\text{ cm}^{-1}$ .

• Espectro de R.M.N. (espectro XIX), comparando lo encontrado en la literatura (Satler), para la sal de sodio del ácido pirrolidinditiocico, con el complejo obtenido tenemos:



Los hidrógenos (a) dan una señal en 2.0 ppm., y -- en el caso de nuestro complejo también da esta señal en --- 2.0 ppm.; por su parte los hidrógenos (b) muestran una se--

Real en 3.79 ppm., mientras que en nuestro compuesto aparece la misma señal en 3.70 ppm.; además un singuete muy -- marcado aparece en 3.60 ppm., que corresponde a los hidrógenos del grupo  $\text{CH}_2$  del heterociclo  $\text{As}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ .

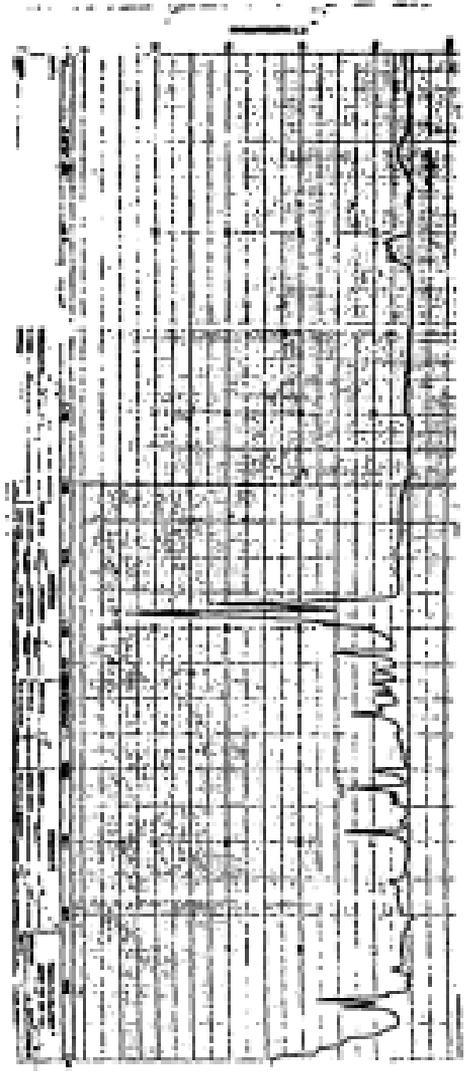
3 Espectro de Masas (espectro XX):

m/e:	Porcentaje (%):	Asignación:
313	36	$\text{H}^+$
285	6	$\text{C}_4\text{H}_8\text{N-C}(\text{S})_2\text{As}(\text{S})_2$ .
231	26	$\text{C}_4\text{H}_8\text{N-C}(\text{S})_2\text{As}$ .
167	64	$\text{As}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ .
146	60	$\text{C}_4\text{H}_8\text{N-C}(\text{S})_2$ .
139	10	$\text{As}(\text{S})_2$ .
114	100	$\text{C}_4\text{H}_8\text{N-C-S}$ .
107	94	$\text{As-S}$ .
70	62	$\text{C}_4\text{H}_8$ .
56	16	$\text{N-C-S}$ .

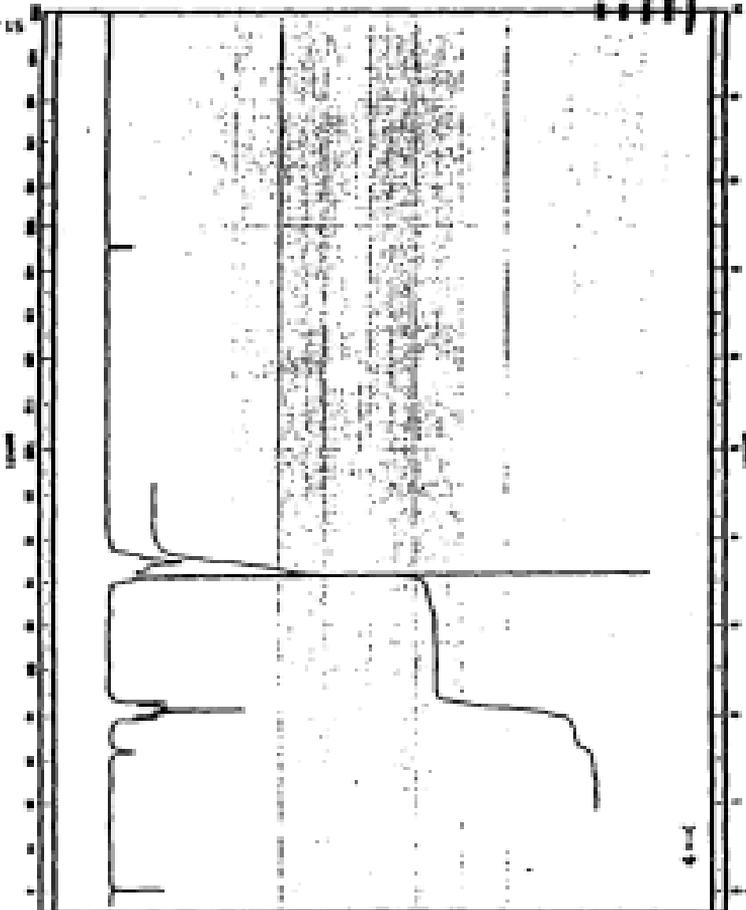
4 El análisis elemental corresponde a:

Calculado:	Experimental:
C= 26.83%.	C= 26.68%.
H= 3.83%.	H= 3.74%.
N= 4.47%.	N= 4.29%.
S= 40.89%.	S= - - - .
As= 24.04%.	As= 24.17%.

Espectro XVIIII, compuesto C II (CII),  $\lambda_{vac}$  1011.2,  $\lambda_{air}$  1011.2.

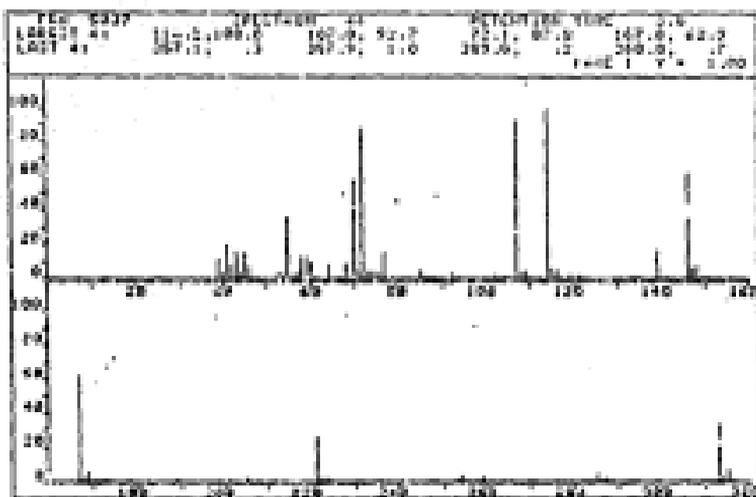


Espectro RMN, compuesto  $C_{12}H_{16}O_2$ ,  $\gamma$ -butirrolactona,  $CDCl_3$ ,  $30^\circ C$ .

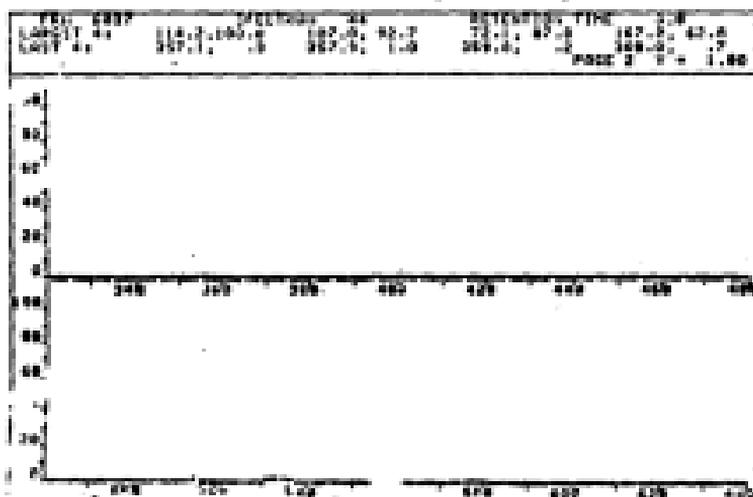


Let's see  
 1.8 ppm (4H)  
 2.3 ppm (2H)  
 4.1 ppm (2H)  
 5.6 ppm (1H)

1.8 ppm (4H)  
 2.3 ppm (2H)  
 4.1 ppm (2H)  
 5.6 ppm (1H)



Spettro XI. composto  $C_4H_8ClSi_2As(Si_2(CH_3)_2)_2$ .



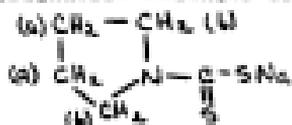


Sólido amarillo pálido muy fino, insoluble en hexano y éter; ligeramente soluble en metanol, etanol y acetona; poco soluble en agua y muy soluble en  $CH_2Cl_2$ .

El estudio espectroscópico señala:

• Espectro de I.R. (espectro XXI), la banda de estiramiento para el C-N aparece en  $1440\text{ cm}^{-1}$ ; para C-S aparece la banda de estiramiento en  $940\text{ cm}^{-1}$ ; la zona de  $300-400\text{ cm}^{-1}$  señala la banda de flexión de M-C-S; en  $330\text{ cm}^{-1}$  aparece la banda de Sb-S; la presencia del  $CH_2$  se observa en la zona de  $3000-2800\text{ cm}^{-1}$ , así mismo en  $1460\text{ cm}^{-1}$ ,  $1240\text{ cm}^{-1}$ , y en  $830\text{ cm}^{-1}$ .

• Espectro de R.M.N. (espectro XXII), haciendo una comparación entre lo reportado en la literatura (Setler) para la sal de sodio del ácido pirrolidinaditicoico con nuestro complejo de coordinación obtenido tenemos:



Los hidrógenos (a) dan una señal en 2.0 ppm., y en el caso de nuestro complejo también aparece esta misma señal en 2.0 ppm.; por su parte los hidrógenos (b) dan una señal en 3.79 ppm., mientras que en el complejo obtenido aparece esta misma señal en 3.70 ppm.; además aparece un -

simplete muy marcado en 3.60 ppm., que corresponde a los hidrógenos del grupo  $\text{CH}_2$  del heterociclo  $\text{Sb}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ .

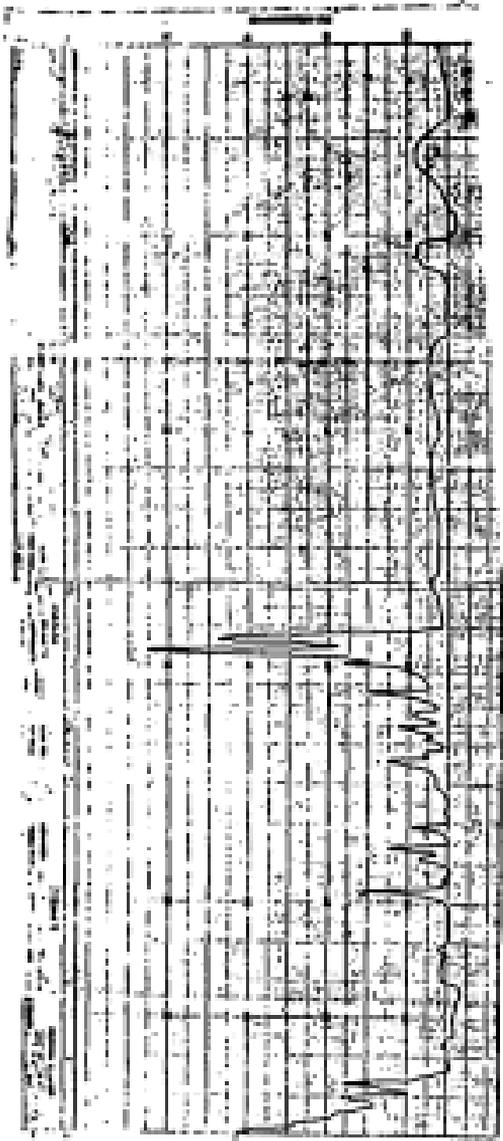
4 Espectro de Masas: (espectro XXIII):

m/z:	Porcentaje (%):	Asignación:
339	14	$\text{H}^+$
267	36	$\text{C}_4\text{H}_8\text{S}-\text{C}(\text{S})_2\text{Sb.}$
213	16	$\text{Sb}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2^+$
153	38	$\text{Sb-S.}$
146	20	$\text{C}_4\text{H}_8\text{H}-\text{C}(\text{S})_2.$
114	100	$\text{C}_4\text{H}_8\text{H}-\text{C-S.}$
72	83	$\text{C}_4\text{H}_8\text{H.}$

4 El análisis elemental reporta:

Calculado:	Experimental:
C= 23.395.	C= 23.82%.
H= 3.34%.	H= 3.58%.
S= 3.89%.	S= 3.77%.
Sb= 35.65%.	Sb= - - - .
Sb= 33.79%.	Sb= 31.82%.

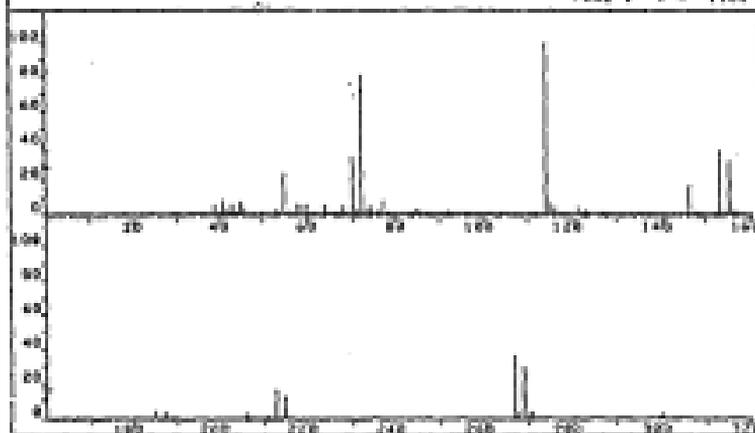
Espectro XII. compuesto  $C_9H_{10}ClSi_2BrS_2I_2J_2K_2L_2$





PKT	TIME	SPECTRUM	NO	RETENTION TIME	Y
LIBRIT 41	114.2, 108.8	72.8	90.8	181.8, 18.8	247.8, 28.3
LIBRIT 41	348.8, 14.1	348.8	1.8	348.8, 2.8	348.8, 1.2

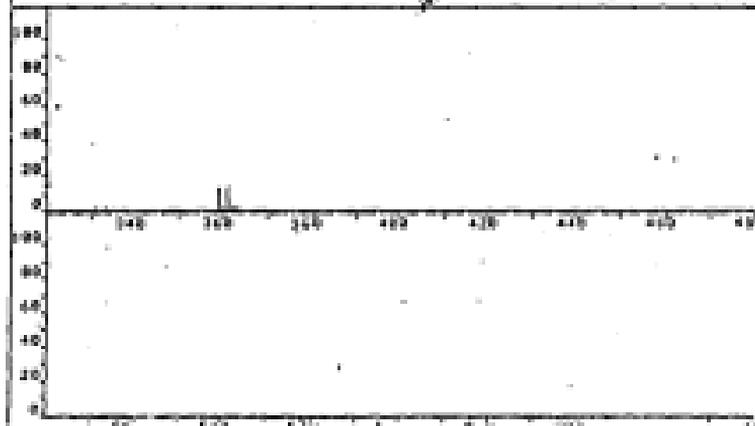
PAGE 1 OF 1.00



Spettro X1000, composto  $C_4H_8OCl_2$ ,  $2b(2b)$ ,  $(CH_2)_2$ .

PKT	TIME	SPECTRUM	NO	RETENTION TIME	Y
LIBRIT 41	114.2, 108.8	72.8	90.8	348.8, 34.8	247.8, 28.3
LIBRIT 41	348.8, 14.1	348.8	1.8	348.8, 2.8	348.8, 1.2

PAGE 2 OF 1.00



ST.

## DISCUSIÓN DE RESULTADOS:

1) Al analizar el espectro de I.R. del dimetilditioarsinato de sodio, se observa que aparecen dos bandas para el enlace As-S, una en  $450\text{ cm}^{-1}$  y otra en  $430\text{ cm}^{-1}$ , que de acuerdo con lo reportado por Haiduc, I. y cols. [J. Organometal. Chem., 225, 225-232, (1982)], estas bandas indican que la estructura para este anión es:



En el compuesto de coordinación:  $(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{S})_2\text{As}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ , aparecen dos bandas en la región vibracional As-S, una en  $470\text{ cm}^{-1}$  y otra en  $450\text{ cm}^{-1}$ , observándose que las bandas se recorrieron del valor informado en la literatura para el ligante dimetilditioarsinato, lo que nos indica -- que este compuesto está presentando coordinación, y en este caso en particular de una coordinación posiblemente -- anisobidentada.

Para el compuesto  $(\text{CH}_3)_2\text{As}(\text{S})_2\text{Sb}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ , -- existen dos bandas, una en  $430\text{ cm}^{-1}$  y la otra aparece en --  $460\text{ cm}^{-1}$ , que pertenecen al enlace Sb-S, y estos valores -- nos indican que existe coordinación anisobidentada. Estas -- conclusiones se obtuvieron comparando lo reportado por Silaghi-Dumitrescu, L. y cols. [Rev. Roum. Chim., 31, (3), 135--

340, (1986)] con lo obtenido experimentalmente.

2) En cuanto a los ditiocarbamatos heterocíclicos, Fabretti, A.C. y cols. [Polyhedron, 5, (3), 871-875, (1986)]. -- reportan que en el caso de la 3-metilpiperidinditiocarbamato de sodio, la banda observada en 950-933  $\text{cm}^{-1}$  ha sido -- asociada a la vibración del enlace C-S e indica que los -- ditioligandos actúan como bidentados, mientras que sólo -- una banda fuerte o medio fuerte se presenta junto con un -- doblete en la región de  $1000 \pm 70 \text{ cm}^{-1}$  en el caso de la coo- -- dinación monodentada. Además el enlace C-H aparece en va- -- lores cercanos o alrededor de 1400  $\text{cm}^{-1}$ , observándose que en -- el caso de que exista el grupo metilo, el valor se recorre -- a frecuencias menores.

En el compuesto de coordinación  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N-C}(\text{S})_2\text{As}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ , existe una banda en 950  $\text{cm}^{-1}$  correspondiente -- al enlace C-S, y en 1410  $\text{cm}^{-1}$  aparece la banda del enlace -- C-H, con estos datos concluimos que este compuesto presen- -- ta posiblemente coordinación bidentada.

Para el compuesto  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}(\text{S})_2\text{Sb}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ , --- también se observa la banda en 950  $\text{cm}^{-1}$  con lo que se consi- -- dera la coordinación bidentada; además se observa una bän- -- da para el enlace C-H en 1410  $\text{cm}^{-1}$ .

El compuesto  $\text{C}_4\text{H}_8\text{N-C}(\text{S})_2\text{As}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ , muestra -- en su espectro de I.R. una banda en 950  $\text{cm}^{-1}$  correspondien-

to al enlace C-S; por su parte el enlace C-N presenta una señal en 1440  $\text{cm}^{-1}$  con estos datos se concluye que este compuesto presenta una coordinación posiblemente bidentada; además se observa que la señal para el enlace C-S se recorre del valor antes obtenido para los compuestos cuya sal ligante fue la 3-metilpiperidinditiocarbamato de sodio con respecto a los obtenidos con la pirrolidinditiocarbamato de sodio.

En el caso del compuesto  $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}-\text{C}(\text{S})_2\text{Sb}(\text{S})_2(\text{CH}_2)_2$ , aparece una banda en 950  $\text{cm}^{-1}$  que indica la presencia del enlace C-S, en cambio para el enlace C-N aparece la señal en 1440  $\text{cm}^{-1}$ ; con estos resultados se puede concluir que este compuesto presenta posiblemente coordinación bidentada.

3) Con todos estos datos obtenidos se concluye que los compuestos de coordinación obtenidos con la sal ligante dimetilditiocarsinato presentan posiblemente coordinación anisobidentada; mientras que los compuestos de coordinación obtenidos con las sales ligantes 3-metilpiperidinditiocarbamato de sodio y pirrolidinditiocarbamato de sodio presentan posiblemente coordinación bidentada.

4) También se puede concluir que los grupos cercanos al elemento del grupo 15 (en el caso de los heterociclos 3-cloro-1,3-ditio-2-arsa y estiba ciclopentano) son trigonales o planos y es por esto que en el espectro de

R.M.N. los 4 protones de los grupos metileno del anillo son equivalentes y muestran una sola señal de absorción en este espectro, o que a temperatura ambiente el equilibrio sea -- muy rápido manifestándose un sola señal en R.M.N.

#### IV.- CONCLUSIONES:

1) A través del análisis espectroscópico realizado a cada uno de los compuestos de coordinación obtenidos, se pudo caracterizar a cada uno de ellos y comprobar su existencia.

2) Se confirma que estos compuestos son malolientes y su olor perdura por algunos días si es que llega a caer en la piel, aunque uno se enjuague varias veces con agua.

3) En general las sales obtenidas y preparadas con As son mas puras que las de Sb; todos los compuestos de coordinación obtenidos con Sb se purificaron para obtener mejores resultados y poder caracterizar mejor a estos compuestos; por su parte los compuestos de coordinación obtenidos con As se purificaron solamente para aumentar su pureza pues se obtienen bastante puros.

4) A pesar de que las técnicas y métodos empleados para la obtención de estos compuestos de coordinación son de fácil manejo, debe tenerse precaución, pues como ya se sabe tanto las materias primas empleadas para este tipo de compuestos de coordinación son tóxicas así como los compuestos finales.

5) Con todos los datos obtenidos a través de todas las pruebas realizadas a estos compuestos se concluye que si se obtuvieron los complejos deseados.

V.- BIBLIOGRAFIA.

\* Etilocarbonatos:

- 1) Baratova, S.K. y cols. Inorg.Chem., 21, 57, (1982).
- 2) Casey, A.T.; Ham, H.S.; Mackey, G.J.; Martin, R.L. Aust.J.Chem., 23, 1117-1123, (1970).
- 3) Casey, A.T. y cols. Aust.J.Chem., 24, 1557, (1971).
- 4) Förster, M.; Hactel, H.; Kuchen, W. Angew.Chem.internat.Edit., 3, (10), 811, (1979).
- 5) Gröndler, H.V. y cols. J.Mol.Struct., 21, (11), 149-157, --- (1974).
- 6) Haiduc, I. y Silaghi-Dumitrescu, I. Coord.Chem.Rev., 24, -- 127-279, (1986).
- 7) Haiduc, I. y Silaghi-Dumitrescu, L. J.Organometal.Chem., -- 225, 225-232, (1982).
- 8) Kuchen, W. y cols. Chem.Ber., 105, 3310, (1972).
- 9) McCormick, B.J. y cols. Inorg.Chem., 12, 692, (1973).
- 10) Mueller, A. y cols. Chem.Ber., 105, 3601, (1973).
- 11) Silaghi-Dumitrescu, L.; Haiduc, I.; Weiss, J. J.Organometal.Chem., 241, 159-165, (1984).
- 12) Silaghi-Dumitrescu, L. y Haiduc, I. J.Organometal.Chem., 252, 65-69, (1983).
- 13) Silaghi-Dumitrescu, L.; Avila-Díaz, L.A.; Haiduc, I. Rev.-- Roum.Chim., 11, (3), 335-340, (1986).
- 14) Silaghi-Dumitrescu, I.; Silaghi-Dumitrescu, L.; Haiduc, I. -- Rev.Roum.Chim., 21, (8), 911-916, (1982).

\* Ditiocarbamatos:

- 1) Anonimada, G. y cols. *J.Chem.Soc.A.*, 2744, (1971).
- 2) Benedetti, A.; Preti, C.; Tosi, G. *J.Mol.Struct.*, 28, 155-163, (1983).
- 3) Bonati, F. y Ugo, R. *J.Organometal.Chem.*, 10, 257-268, (1967)
- 4) Booth, H. y Bostock, A.H. *Chem.Comm.*, 12, 6278, (1967).
- 5) Coucouvanis, D. *Prog.Inorg.Chem.*, 11, 234-356, (1970).
- 6) DeFilippo, D. y cols. *J.Org.Chem.*, 38, (3), 560-563, (1973).
- 7) Desseyn, R.O. y cols. *Spectrochim.Acta.*, 41A, (9), 1105-1108 (1985).
- 8) Fabretti, A.C. y cols. *Polyhedron*, 5, (3), 871-875, (1986).
- 9) Fabretti y cols. *Aust.J.Chem.*, 29, 605-612, (1986).
- 10) Fabretti, A.C. y cols. *Trans.Met.Chem.*, 10, 284, (1985).
- 11) Figgis, B.H. y cols. *Prog.Inorg.Chem.*, 5, 37, (1964).
- 12) Furlani, C. y cols. *Inorg.Chim.Acta.*, 23, 105-111, (1982).
- 13) Gleu, K. y Schwab, R. *Angew.Chem.*, 62, 320, (1950).
- 14) Guyer, H. *Met.Ital.*, 36, (8), 365-370, (1964).
- 15) Lo, J.H. y cols. *J.Radical.Nucl.Chem.*, 8, (2), 313-323, - (1985).
- 16) Magee, R.J. *Rev.Anal.Chem.*, 1, (4), 335-377, (1973).
- 17) Marcotrigiano, G. *J.Inorg.Nucl.Chem.*, 36, 3709, (1974).
- 18) Polzonetti, G.; Preti, C.; Tosi, G. *Polyhedron*, 5, (12), 1969-1974, (1986).
- 19) Preti, C. y cols. *J.Mol.Struct.*, 53, 35-44, (1979).
- 20) Preti, C. y cols. *J.Inorg.Nucl.Chem.*, 38, 1746, (1976).

\* Compuestos 2-cloro-1,3-ditio ciclopentanos:

- 1) Abel, E.W. y cols. *J.Chem.Soc.*, 7098, (1965).
- 2) Aknes, D.H. y Vikane, O. *Acta.Chem.Scand.*, 21, (4), 1337----1344, (1973).
- 3) Bush, A.; Lindley, P.F.; Woodward, P. *J.Chem.Soc. (A)*, 221----227, (1967).
- 4) Clark, R.E.D. *J.Chem.Soc.*, 1826-1830, (1932).
- 5) Davidson, G. y Swer, K.P. *Spectrochim.Acta*, 19A, (5), 419---428, (1963).
- 6) Foster, R. y Fyfe, C.A. *Spectrochim.Acta*, 21, 1785-1793, --- (1965).
- 7) Gates, P.M. y cols. *J.Mol.Struct.*, 8, (4), 477-487, (1971).
- 8) Gonbeau, D. y cols. *J.Mol.Struct.*, 22, (1-2), 109-132, ----- (1983).
- 9) Jørgensen, N.H.C. y cols. *J.Chem.Soc.*, 58, 1860-1862, ---- (1946).
- 10) Sommer, K. y Beckegöshring, M. *Z.Anorg.Allg.Chem.*, 355, -- (3-4), 182-191, (1967).

\* Libros Consultados:

- 1) Crabtree, R.H. *The Organometallic Chemistry of the Transition Metals*. John Wiley and Sons., edición de 1988, U.S.A.
- 2) Duffy, J.A. *Química Inorgánica General*. Cía. Editorial----Continental S.A., primera edición, México, 1976.

3) Dr. García, F.R. Química Heterocíclica Inorgánica. Editorial Alhambra, primera edición, España, 1973.

4) Gilreath, E.S. Fundamental Concepts of Inorganic Chemistry, McGraw-Hill Book Company Inc. International Student, - edition Japan, 1978.

5) Legowski, J.J. Química Inorgánica Moderna, editorial --- Reverté S.A., edición de 1978, España.

6) Noeller, Y. Inorganic Chemistry. A Modern Introduction. John Wiley and Sons., edición de 1983, U.S.A.