

00523
59

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

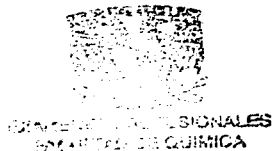


TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**FORMACIÓN DE HETEROCICLOS INORGÁNICOS A PARTIR DE
BENZOTELUROFENOS Y TELUROFENOS DIHALOGENADOS CON
LIGANTES IMIDOFOSFAZÉNICOS.**

TÉSIS QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE QUÍMICA
PRESENTA
MARÍA KENIA ZAMORA ROSETE

México D.F.



2003



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



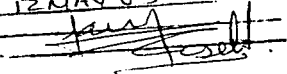
UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

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).

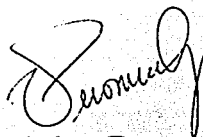
El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición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

Jurado asignado

.. General de Bibliote
formato electrónico e im.
mi trabajo reco
Zamora Rosete Kenia
12 MAY 05


Presidente:	Profesora Martha Rodríguez Pérez.
Vocal:	Profesora Mercedes Meijueiro Morosini.
Secretaria:	Doctora Verónica García Montalvo.
1 ^{er} Suplente:	Doctor Raymundo Cea Olivares.
2 ^{do} Suplente:	Profesora Araceli Tovar Y Tovar.

La presente tesis de licenciatura se desarrollo en el laboratorio 6 de Química Inorgánica del Instituto de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México.



Dra. Verónica García Montalvo
Asesora de Tesis



María Kenia Zamora Rosete
Sustentante

DEDICADA...

A Dios, a mi patria y mis padres por volver realidad el sueño de toda mi vida.

Con todo el amor, cariño y respeto a Rosita y Arturo por educar con el ejemplo y por todo su amor y buenos consejos. ¡Los quiero!

A los abuelos: Roberto y Carlota, Nacho y Catita. Porque mi historia comienza con ellos.

A Hero por el amor y los momentos felices. ¡Te amo!

A la familia del dos: Rafa, Cinthya, Fer y Erick por todas los días felices que hemos compartido y por su ayuda y dedicación.

A Marinita y toda su familia por hacerme parte de ella. ¡Los extraño!

A todos los miembros de las familias Zamora y Rosete por su gran cariño.

AGRADECIMIENTOS

Deseo agradecer a la doctora Verónica García Montalvo por todas las ideas, comentarios y la ayuda recibida a lo largo de todo este proyecto, pero también deseo agradecerle no solo por compartir conmigo tu gran conocimiento de la ciencia química sino por tu amistad que es invaluable. ¡Gracias Vero!

También deseo dar gracias al Dr. Raymundo Cea Olivares por la confianza, y el apoyo brindado a este proyecto, así mismo por hacer cada día más agradable mi estadía en el laboratorio.

A la máxima casa de estudios por sentirme orgullosas de ser parte de su comunidad y por la beca otorgada para la realización de esta investigación

Al Instituto de química por tener las instalaciones debidas para la elaboración de este trabajo.

A la maestra Martha Rodríguez y Mercedes Meijueiro por sus comentarios y ayuda como miembros de la comisión revisora de esta tesis.

A Heroito Jiménez por toda la ayuda otorgada en el área de cómputo.

A Rosa María por las facilidades otorgadas en la impresión de este trabajo. Mi especial agradecimiento a la Maestra Rocío Cassaigne por su motivación para la conclusión de esta tesis

A Mariana Santamaría, Mariana Arlen y Marcela por sus comentarios de aliento y por su disposición incondicional.

A la toda la generación 94, pero especialmente a Dulce, Gabi e Irene por ser más que mis compañeras.

A todos mis compañeros del laboratorio 6 de inorgánica, pero muy especialmente a Graciela, Ayo y Ricardo. ¡Gracias por su amistad!

Finalmente agradezco a todas y cada una de las personas que intervinieron en la realización de esta tesis.

INDICE

	Página
ABREVIATURAS	
INTRODUCCION	1
OBJETIVOS	3
1. CAPITULO I: ANTECEDENTES	
1.1. Ligantes Difenilfosfazénicos	4
1.1.1. Arreglos Espaciales	8
1.2. Organoteluranos	13
1.2.1. Reacciones con Dihidrobenzotelurofeno y Tetrahidrotelurofeno	14
2. CAPITULO II: DESARROLLO EXPERIMENTAL	
2.1. Sintesis de materias primas	18
2.1.1. Obtención de los ligantes imidodifosfénicos y sus correspondientes sales de potasio. [(XPPH ₂) ₂ NH] y [K(XPPH ₂) ₂ N]	18
2.1.2. Obtención del Dihidrobenzotelurofeno y Tetrahidrotelurofeno dihalogenados.	19
2.2. Sintesis de compuestos Organotelúricos.	
2.2.1. Obtención del compuesto imidodifenilselenofosfazénico de Tetrahidrotelurofeno [C ₄ H ₈ Te{ (SePPH ₂) ₂ N }] (1).	19
2.2.2. Obtención del compuesto imidodifenilditiofosfazénico de Tetrahidrotelurofeno [C ₄ H ₈ Te{ (SPPH ₂) ₂ N } ₂] (2).	20
2.2.3. Obtención del compuesto imidodifenilditiofosfazénico de Dihidrobenzotelurofeno [C ₈ H ₈ Te{ (SPPH ₂) ₂ H }] (3).	21
2.2.4. Obtención del compuesto imidodifenilfosfazénico de Tetrahidrotelurofeno [(C ₄ H ₈ Te) ₄ O ₂ { (OPPH ₂) ₂ N } ₂] (4) .	22
2.2.5. Obtención del compuesto imidodifenilfosfazénico de Dihidrobenzotelurofeno [(C ₈ H ₈ Te) ₄ O ₂ { (OPPH ₂) ₂ N } ₂] (5) .	23
2.3. Crecimiento de cristales por difusión lenta.	24
2.4. Consideraciones Generales	25
3. CAPITULO III: ANALISIS ESPECTROSCÓPICO Y ESTRUCTURAL	
3.1. Ligantes imidodifosfazénicos.	31
3.2. Dihidrobenzotelurofeno y Tetrahidrotelurofeno.	31
3.3. Compuestos del tipo [Te{ X(PPH ₂) ₂ N } ₂].	36
3.3.1. Compuesto 1. [C ₄ H ₈ Te{ (SePPH ₂) ₂ N }].	36
3.3.1.1. Compuesto 1 ^a . [Te{ (SePPH ₂) ₂ N } ₂]	42

3.3.2. Compuesto 2.	$[\text{C}_4\text{H}_8\text{Te}\{(\text{SPh}_2)_2 \text{N}\}_2]$.	44
3.3.3. Compuesto 3.	$[\text{C}_8\text{H}_8\text{TeI}\{(\text{SPh}_2)_2 \text{H}\}]$.	50
3.3.4. Compuesto 4.	$[(\text{C}_4\text{H}_8\text{Te})_4\text{O}_2\{(\text{OPPh}_2)_2 \text{N}\}_2]$.	56
3.3.5. Compuesto 5.	$[(\text{C}_8\text{H}_8\text{Te})_4\text{O}_2\{(\text{OPPh}_2)_2 \text{N}\}_2]$.	65
4. CAPITULO IV:		
4.1	Discusión general.	68
4.2	Conclusión general.	70
BIBLIOGRAFÍA		71
APÉNDICE		73
(El orden de los espectros contenidos en esta sección es el mismo al orden presentado en la experimentación y el análisis de resultados)		

Abreviaturas

Bu	Butilo
Ph	Fenilo
M	Metal
X	O,S,Se (átomo donador)
KBr	Bromuro de Potasio
CH ₂ Cl ₂	Diclorometano
p.f.	Punto de Fusión
ppm	Partes por millón
IR	Espectroscopia de Infrarrojo
RMN	Resonancia Magnética Nuclear
Å	Angstrom
δ	Desplazamiento químico
%	Porcentaje de rendimiento
°C	Grado Centígrado
°	Grados hexagesimales
mL	mililitros
cm ⁻¹	Número de onda
DMSO	Dimetilsulfoxido deuterado
EtO	Etóxido de sodio

INTRODUCCIÓN

Los primeros compuestos organotelúricos, fueron sintetizados en el siglo pasado con la producción de dialquilteluro, sin embargo durante mucho tiempo el estudio de compuestos de telurio se estanco, hasta hace aproximadamente treinta años que se empezaron a publicar nuevos compuestos y estructuras de telurio con el fin de entender más la química, los factores que controlan la formación de las estructuras y el tipo de enlaces existentes en el sistema.

Las diferentes estructuras encontradas para el telurio hacen atractivo el estudio de nuevos compuestos que exhiban la influencia estereoquímica de los pares electrónicos no compartidos en la geometría molecular. El telurio es un elemento que tiene gran diversidad en las geometrías que adopta, ya que se pueden obtener cuadrados planos, tetraedros, bipirámides trigonales, octaedros, icosaedros, bipirámides pentagonales y algunas otras geometrías más dependiendo del número de coordinación que adquiere el telurio, los cuales pueden ser: cuatro ($[\text{C}_4\text{H}_8\text{TeIme}]$, $[\text{Te}(\text{SPPPh}_2)_2\text{N}]_2$ y $\text{Et}_2\text{Te}(\text{S}_2\text{CNpiperidina})_2$), cinco ($[\text{C}_4\text{H}_8\text{Tel}(\text{S}_2\text{CNPh})]$), seis ($[\text{C}_8\text{H}_8\text{Te}(\text{S}_2\text{CNPyr})_2]$), también se conocen compuestos con un número de coordinación ocho como ($[\text{Te}(\text{S}_2\text{CNEt}_2)_4]$ y $[\text{Te}(\text{S}_2\text{CNPyrEt}_2)_4]$), además que la actividad del par libre, también interviene en el acomodo de la molécula.

Los ligantes imidodifenilfosfazénicos resultan de gran interés para el estudio de nuevas estructuras y arreglos tridimensionales, ya que este tipo de ligantes han podido estabilizar una gran variedad nuevos e interesantes compuestos, esto como consecuencia de dos características

principales: La relativa facilidad de cambiar el átomo donador (O,S o Se), lo que resulta de gran utilidad para observar las variaciones estereoquímicas producidas al cambiar las propiedades del átomo donador. La otra razón se fundamenta en el alto grado de flexibilidad que estos ligantes inorgánicos han demostrado.

El presente trabajo de investigación se encuentra dividido en una introducción, dilucidación de objetivos, cuatro capítulos y un apéndice. El primer capítulo corresponde a los antecedentes, los cuales constan de una reseña de lo que ya se ha estudiado sobre la base estructural y con referencia a los ligantes y los organoteluros.

En el segundo capítulo se describen las condiciones y rutas de síntesis implementadas para la obtención de las materias primas y los compuestos organoteluricos, además de sus características físicas, también se dan las características de la instrumentación necesaria para su caracterización.

Los últimos dos capítulos corresponden a la reseña de los resultados y a la discusión derivada de las espectroscopías de R.M.N. e IR, la espectrometría de masas, los análisis elementales (C,H) y la difracción de rayos-X de monocristales. Así mismo se presentan las conclusiones generadas por este estudio.

Finalmente el apéndice es el compendio de los espectros obtenidos a lo largo de la presente investigación.

OBJETIVOS

- ◊ Síntesis de las materias primas (1,1-diyodotetrahidrotelurofeno y 2,2-diyodotetrahidrobenzoteluro) y de los compuestos organoteluricos deseados.
- ◊ Caracterización de los compuestos obtenidos por: p.f, R.M.N, I.R, espectrometría de masas y finalmente por difracción de rayos -X de monocristal.
- ◊ Estudiar la tendencia de los desplazamientos químicos de R.M.N de ^{125}Te , cuando variamos el átomo donador unido a telurio (O, S, Se).
- ◊ Establecer la influencia estereoquímica del (los) par(es) electrónico(s) libres en la geometría de la molécula.
- ◊ Estudiar la forma en que los ligantes imidodifosfazénicos con diferente átomo donador interactúan con el centro metálico [Te(IV)].

CAPÍTULO I **ANTECEDENTES**

1.1 LIGANTES IMIDODIFENILFOSFAZÉNICOS

Los ligantes empleados son ligantes inorgánicos monoanionicos, disustituídos conocidos con el nombre genérico de imidodifenilfosfazénicos, los cuales tienen la propiedad de ser β -difuncionales y de esqueleto flexible que al enlazarse con un átomo metálico pueden formar anillos totalmente inorgánicos de seis miembros, el tamaño del anillo y el contraste entre el carácter duro o blando de los átomos donadores (O, S, Se) pueden provocar una gran diferencia en las propiedades de enlace de este tipo de compuestos.



Fig. No 1 Esquema de los ligantes imidodifosfazénicos sencillos y mixtos.

Este tipo de ligantes tiene como átomos donadores más usados el oxígeno, azufre y selenio. Su importancia radica en que al formar los metalociclos se forman anillos puramente inorgánicos, además de que el enlace fosforo-nitrógeno que muestra la molécula es fácil de formar y es muy estable. Los ligantes se forman a partir de la molécula Bis(difenilfosfinamina) (DFPA) la cual es generada mediante la condensación de hexametildisilano con clorodifenilfosfina^[1]. Los enlaces fosforo-nitrógeno tiene como energía directriz de la reacción la formación del clorotrimetilsilano. Posteriormente uno o los dos fósforos (III) de la molécula (DFPA) pueden ser oxidados a fósforo (V) enlazándolos a oxígeno, azufre o selenio, para dar una gran gama de posibilidades de ligantes mono^[2] y bidentados^[13]. Dentro de los bidentados también existen ligantes de dos tipos fundamentales, los simples que tienen en ambos fósforos el mismo tipo de átomo y los mixtos, en los cuales los fósforos del ligante tienen unidos dos átomos donadores diferentes (S, O), (S, Se), (Se, O) ^[4,5,6].

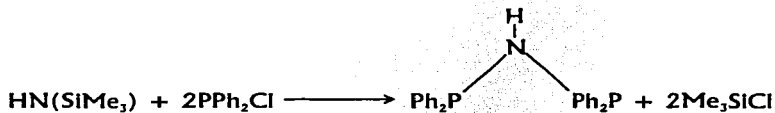


Fig. No 2 Obtención del DFPA.

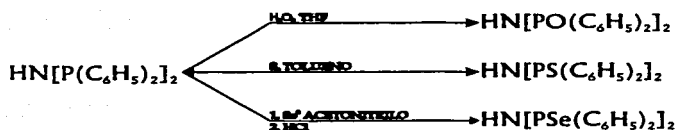


Fig. No 3 Reacciones para la obtención de los ligantes imidodifosfazénicos.

La importancia de estos ligantes radica en el estudio de nuevos compuestos que nos den información del comportamiento químico de los enlaces formados, así como de las aplicaciones encontradas para este tipo de moléculas ya que algunos compuestos tienen importancia en la separación selectiva de metales^[7] en aguas residuales y en la catálisis de alquenos para la epoxidación de gasolina^[8].

Por otro lado estos ligantes son los análogos inorgánicos del acetilacetato (ACAC). La diferencia fundamental con el análogo orgánico es que en los metalociclos formado con los ligantes imidodifosfazénicos los orbitales *p* del fósforo interviene en la deslocalización de los electrones, haciendo que el anillo sea menos rígido y el ciclo adquiera diferentes conformaciones no rígidas (silla/bote e intermedias), donde el enlace **P-N-P** tiene un enlace muy cerrado, el cual se encuentra en un intervalo de 120°-130° (Ver la **tabla No 1** donde se muestran los magnitudes tanto de las distancias de enlace como de los ángulos para diferentes metalociclos con imidifosfazenos).

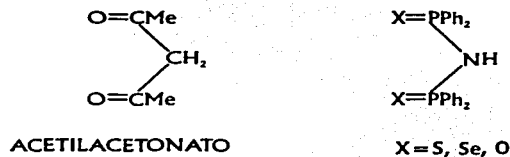


Fig. No. 4 Comparación esquemática entre los ligantes imidodifosfazénicos y el análogo orgánico.

Sin embargo existe la prueba de que la deslocalización de la carga no siempre es tan efectiva afectando el arreglo espacial de la molécula un ejemplo de esto es la sal orgánica de la molécula $[N(PPh_3)_2]^+ [N\{P(S)Ph_2\}_2]^-$ [9] que revela una inusual estructura lineal en el anión **P-N-P** [180.0(1)°] la cual se atribuye al doble enlace **P-N** y a la posición *Trans* que adquieren los azufres de la molécula, además de que no encontrar interacciones anión-cación. Otro compuesto con una estructura compleja es el $[TePh_3][N\{P(S)Ph_2\}_2]$ [3] el cual presenta interacciones débiles anión-cación Te----S, donde los enlaces **P-S** están *syn* originando esto una conformación angular [139.5(5)°] del fragmento **P-N-P** en donde las distancias de enlace se encuentran en un intervalo intermedio entre enlace doble y enlace sencillo [33].

La **tabla No. 1**. Presenta un resumen de las distancias de enlace y los ángulos para diferentes compuestos de ligantes imidodifenilfosfazénicos, así poder seguir o dilucidar las tendencias angulares y de distancia que presentan estos ligantes con centros metálicos.

Tabla No. 1. Distancias y ángulos de algunos compuestos con el ligante imidofosfazénico del tipo $[M(R_2P(X)NP(X)R_2)]$

COMPUESTO	P-N-P	M-X-P	X-P-N	M-X	P-X	P-N	REF.
$[Sn\{(OPPh_2)_2N\}_2]$	126.7(2)	131.3(2)	117.4(5)	2.240(11)	1.521(7)	1.521(7)	8
$[Sn\{(OPPh_2)_2N\}_2I_2]$	126.3(3)	130.6(2)	115.9(4)	2.073(4)	1.540(4)	1.540(4)	8
$[Sn\{(OPPh_2)_2N\}_2R_2]$	130.4(4)	130.5(3)	118.0(4)	2.203(5)	1.523(3)	1.523(3)	8
$[K(Crw-8)\{(OPPh_2)_2N\}_2]$	129.3(3)	115.9(2)	119.0(3)	2.870(4)	1.499(4)	1.499(4)	8
$[Mo\{(OPPh_2)_2N\}(Cl)_2(O)_2]$	123.2(6)	140.6(5)	110.6(5)	2.206(5)	1.499(1)	1.499(1)	8
$[Mo\{(OPPh_2)_2N\}(Cl)(O)]$	125.7(4)	136.1(39)	116.7(3)	2.060(5)	1.530(7)	1.530(7)	8
$[Mo\{(OPPh_2)_2N\}O_2]$	125.3(2)	137.7(1)	116.7(1)	2.090(8)	1.522(12)	1.522(12)	8
$[Re\{(OPPh_2)_2N\}ClPPh_3]$	123.8(3)	134.4(3)	115.6(2)	2.062(8)	1.534(4)	1.534(4)	8
$[V\{(OPPh_2)_2N\}_2O]$	130.7(1)	135.9(1)	115.8(7)	1.982(3)	1.525(4)	1.525(4)	8
$[Ga\{(OPPh_2)_2N\}_3]CH_2Cl_2]$	123.7(4)	129.3(1.4)	117.1(7)	1.973(13)	1.511(4)	1.511(4)	8
$[In\{(OPPh_2)_2N\}_3]$	127.0(4)	126.7(1)	117.3(4)	2.127(9)	1.515(4)	1.515(4)	8
$[Bi\{(OPPh_2)_2N\}_3]$	130.6(1.8)	129.8(2.5)	117.2(9)	2.330(5)	1.520(6)	1.520(6)	8
$[Pd\{(SePPh_2)_2N\}_2]$	124.9(4)	118.5(2)	109.3(6)	2.407(7)	2.155(29)	1.59(5)	1
$[Pt\{(SPPH_2)_2N\}_2]$	126.7(6)	115.6(4)	101.7(2)	2.442(4)	2.026(5)	1.598(11)	1
$[Pd\{(SPPH_2)_2N\}_2]$	129.7(2)	117.79(11)	103.6(4)	2.377(9)	2.02(12)	1.589(3)	1
$[Pt\{(SePPh_2)_2N\}_2]$	123.3(4)	111.9(2)	90.4(1)	2.480(1)	2.200(2)	1.635(6)	3
$[Pt\{(S, OPPh_2)_2N\}_2]$	126.8(5)	117.6(3) 115.9(4)	106.8(1) 119.1(3)	2.310(3) 2.189(6)	2.39(4) 1.58(4)	1.566(8)	4
$[Pd\{(Se, OPPh_2)_2N\}_2]$	123.7(2)	115.4(4)	101.5(5)	2.381(7) 2.085(3)	2.201(1)	1.586(4)	4
$[Ni\{(SPPH_2)_2N\}_2]$	127.6(2)	117.9(2)	101.8(1)	2.291(2)	2.021(2)	1.591(4)	5
$[Te\{(SePPh_2)_2N\}_2]$	138.3(4)	118.41(4)	95.9(4)	2.6(2)	2.175(12)	1.596(4)	12
$[Te\{(SPPH_2)_2N\}_2]$	137.2(2)	118.38(13)	96.7(33)	2.77(8)	2.025(3)	1.590(6)	13
$[Sn\{(SePPh_2)_2N\}_2]$	136.2(3)	118.15(8)	97.0(12)	2.6(3)	2.173(6)	1.564(17)	14



Fig. No 5 La molécula 1^[11] muestra la conformación más común que adquiere la molécula imidodifosfazénica, el fragmento **P-N-P** tiene un ángulo promedio de 126.89°. La figura 2^[9] es una conformación espacial de una sal orgánica del ligante, la cual es poco común ya que el fragmento **P-N-P** tiene un ángulo recto y la carga no esta deslocalizada provocando la formación de un *zwitterion*.

1.1.1 ARREGLOS ESPACIALES

Los ligantes imidodifosfazénicos producen diferentes arreglos espaciales al interaccionar con los diferentes elementos de la tabla periódica. Para el grupo 2 y 3 se tienen pocos compuestos, sin embargo estos adoptan un arreglo espacial octaédrico distorsionados^[12]. El grupo 13, Forma compuestos octaédricos como los compuestos $[\text{Ga}\{(\text{OPPh}_2)_2\text{N}\}_3]$ y $[\text{In}\{(\text{OPPh}_2)_2\text{N}\}_3]$ ^[13].

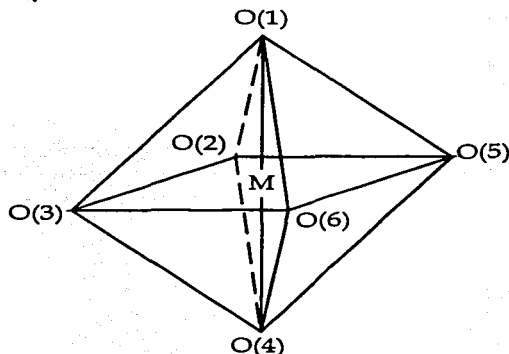


Fig. No. 6 Esquema de la geometría que adoptan las moléculas $[\text{Ga}\{(\text{OPPh}_2)_2\text{N}\}_3]$ y $[\text{In}\{(\text{OPPh}_2)_2\text{N}\}_3]$ ^[8], siendo los oxigenos los átomos donadores del ligante imidodifenilfosfazénico.

El grupo 14, es un grupo muy estudiado y uno donde la tendencia conformacional de sus elementos con este tipo de ligantes es más difícil de predecir ya que existe una gran cantidad de compuestos sintetizados y muchos de estos presentan estructuras muy variadas, donde el par electrónico libre algunas veces tiene influencia en la estereoquímica de las moléculas.

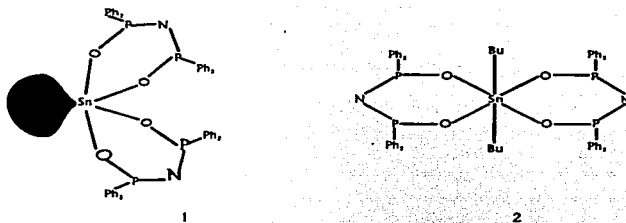


Fig. No 7. En la estructura 1, el par electrónico es estereoquímicamente activo, ocupando una de las posiciones de coordinación, de la bipiramide trigonal lo cual deforma la geometría^[15]. En el No 2 la inserción de dos grupos butilo hacen que el estaño pase a (IV) y por tanto adquiere una geometría octaédrica no distorsionada por la ausencia de pares libres^[16].

Así los compuestos de estaño presentan conformaciones muy variadas dependiendo el átomo donador del ligante difosfazénico, cuando el átomo es oxígeno tiende a la formación de una bipiramide trigonal donde un par electrónico es estereoquímicamente activo ocasionando una distorsión^[14], con este mismo ligante y con ligantes mixtos se ha observado la formación de octaedros, así mismo cuando se usa el ligante de azufre^[19].

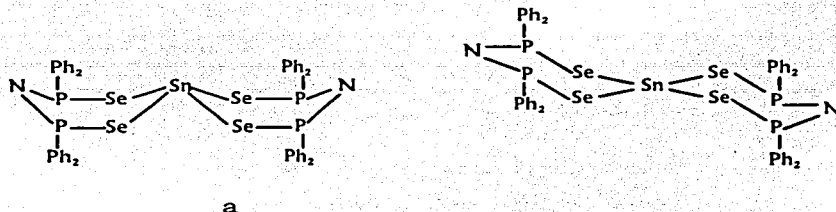


Fig. No. 8 En a el par electrónico es activo, lo que deforma la geometría. En la figura b el compuesto de estaño es cuadrado plano, que tiene un par electrónico inactivo^[18].

Pero cuando se une al ligante de selenio^[18] la esteoquímica cambia formando cuadrados planos, donde el par electrónico libre no tiene ninguna influencia en la esteoquímica de la molécula, esta geometría también es estabilizada debido a que ambos anillos del complejo adquieren una conformación de silla, pero cuando los anillos cambian su conformación a bote la geometría del compuesto se ve afectada cambiando a una pirámide de base cuadrangular, el plomo presenta geometría, bipiramide trigonales cuando se une a oxígeno, azufre o selenio ^[20 a,b,c].

Para el grupo 15, existen cuatro compuestos (con bismuto y antimonio)^[13,18,21,22] que hay presentan estructuras octaédricas^[12].

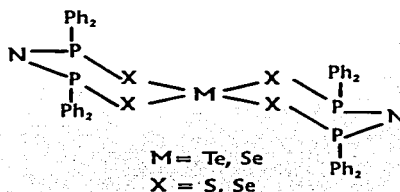


Fig. No. 9 El par electrónico es inactivo, para compuesto de Selenio y Telurio con una geometría cuadrada plana^[3,16,17].

Finalmente los compuestos con elementos del grupo 16 han sido poco estudiados, sin embargo existen compuestos con selenio y telurio que presentan geometría cuadrada plana estabilizada con los ligantes imidodifosfazénicos de selenio y azufre^[16,17].

Las más reciente investigaciones de compuestos de telurio refleja que este puede adquirir una gran variedad de conformaciones ya que la gama de compuestos $[\text{TePh}_3][\text{N}\{\text{P}(\text{X})\text{Ph}_2\}_2]$, donde X puede ser azufre u oxígeno^[10] (también existe un compuesto mixto de S-O) genera una bipiramide trigonal la cual esta distorsionada por los dos pares libres del telurio y por las interacciones Te-X las cuales son pequeñas y esto genera a su vez que el enlace **P-N-P** tenga un ángulo mayor $[139.5(5)^\circ]$ al promedio esperado $[126.8^\circ]$.

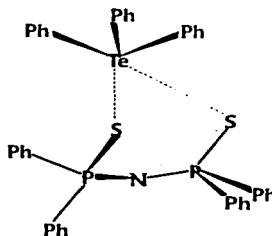


Fig. No. 10. Notemos que las interacciones débiles entre Te-S provocan la deformación de la geometría, ya que los fenilos están en una posición muy cercana a formar un tetraedro.

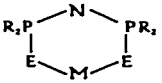
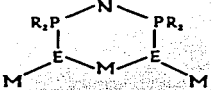

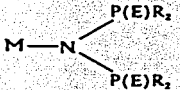
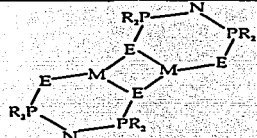

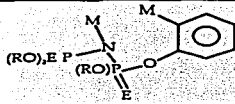
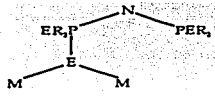
La **tabla No 2.** Presenta los ángulos del fragmento **PNP** ($^{\circ}$) y distancias de enlace entre el metal y el átomo donador (Å) en compuestos del tipo $[\text{TePh}_3][\text{N}\{\text{P}(\text{X})\text{Ph}_2\}_2]$, donde $\text{X} = \text{O}, \text{S}, \text{Se}$.

COMPUESTO	P-N-P	M-X	REF.
$[\text{TePh}_3][\text{N}\{\text{P}(\text{O})\text{Ph}_2\}_2]$	137.9	2.929	10
$[\text{TePh}_3][\text{N}\{\text{P}(\text{O}-\text{S})\text{Ph}_2\}_2]$	139.5	2.77 3.283	10

La tabla anterior contiene valores de los ángulos para el fragmento **PNP** de los compuestos $[\text{TePh}_3][\text{N}\{\text{P}(\text{X})\text{Ph}_2\}_2]$ los cuales están por arriba del promedio de los compuestos señalados en la tabla No 2, además notemos que las distancias de enlace entre el átomo donador y el átomo metálico son considerablemente mayor en los compuestos de este tipo (aproximadamente 3 Å) que los compuestos señalados en la siguiente tabla, ambas características dan evidencia de la flexibilidad del anillo y de que los ángulos de la molécula y por consiguiente su geometría es dependiente de las interacciones atómicas entre el átomo donador y el átomo metálico.

A continuación presentamos una tabla que ilustra las diferentes formas en que se coordinan los ligantes imidodifenilfosfazénicos a los diferentes centros metálicos.

Tabla No. 3 Ejemplos de las diferentes coordinaciones encontradas para ligantes imidodifenilfosfazénicos.

COMPUESTO	EJEMPLOS	DONADOR	Ref
	[Bi{(OPh) ₂ N}] ₃ [Ba{(SPh) ₂ 2N}] ₃ [Pb{(SePh) ₂ 2N}] ₂	O,O S,S Se,Se	13 24 20c
	[K{(SPh) ₂ 2N}]	S,S	25
	[Au{(SPh) ₂ 2N}]	S,S	26
	[Hg{(OPh) ₂ 2N}]	O,O	27
	[Na{(SOPh) ₂ 2N}]	O,S	28
	[Sm{(SePh) ₂ 2N}]	N,Se,Se	8
	[Hg{(OPh) ₂ 2N}]	N,O	28
	[Pd{(SePh) ₂ 2N}] [Pd{(SPh) ₂ 2N}]	Se S	4 4

En resumen, se ha demostrado que los ligantes imidodifosfazénicos adquieren una gran variedad de conformaciones espaciales, donde el átomo donador interviene de manera sobresaliente en la química de los compuestos además de que es asombroso la cantidad de diferentes enlaces que forma (ver tabla No 1), así que es de esperarse que con la siguiente investigación de este tipo de ligantes se descubran nuevas conformaciones quizá nunca antes observadas y por consiguiente sorprendentes para el mundo de la **Química de Elementos Representativos**.

1.2 ORGANOTELURANOS

Los compuestos organometálicos de telurio son conocidos con el nombre genérico de organoteluranos el primero de ellos (dialquilteluro) fue sintetizado por Woebler en 1840^[23], posteriormente en la década de los veinte se publican diversos artículos que describen la química (estructura y reactividad), ya para 1931 existe el Telurofeno sintetizado por Morgan y Burstall^[29] y posteriormente es sintetizado el Benzotelurofeno.

La Unión Internacional de Química Pura y Aplicada nombran a los anillos de cinco miembros insaturados que contienen un átomo de telurio como telurofenos. La numeración del anillo comienza en el átomo metálico y si este tiene unido un grupo benzo, entonces se nombra como benzotelurofeno. Las materias primas empleadas en esta investigación son el 4-telurociclopentano más conocido como tetrahidrotelurofeno y el dihidrobenzotelurofeno, cuando ambos contienen dos halógenos el nombre cambia por 1,1-diyodotetrahidrotelurofeno y para el análogo bencénico el nombre será 2,2-diyododihidrobenzotelurofeno.

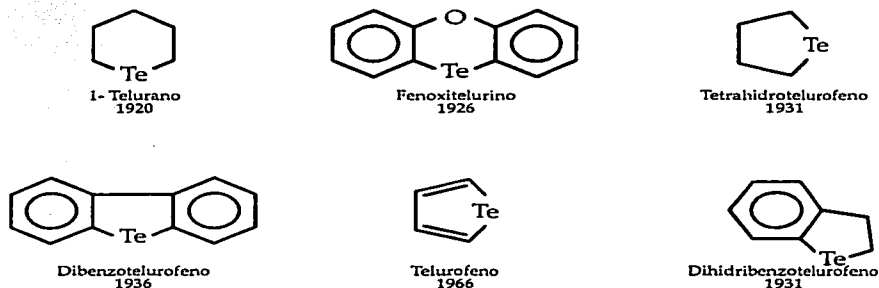


Fig. No. 11 Compuestos de Telurio a lo largo de su historia.

1.2.1 REACCIONES CON TETRAHIDROTELUROFENO Y DIHIDRIBENZOTELUROFENO.

El 1,1 – diyodotetrahidrotelurofeno fue sintetizado por Morgan y Burstall^[29] a partir de del 1,4 – diyodobutano con telurio metálico y calentamiento. El diyododihidrobentelurofeno fue sintetizado a partir de dicloroxileno en presencia de yoduro de sodio y 2-Metoxietanol con telurio metálico.

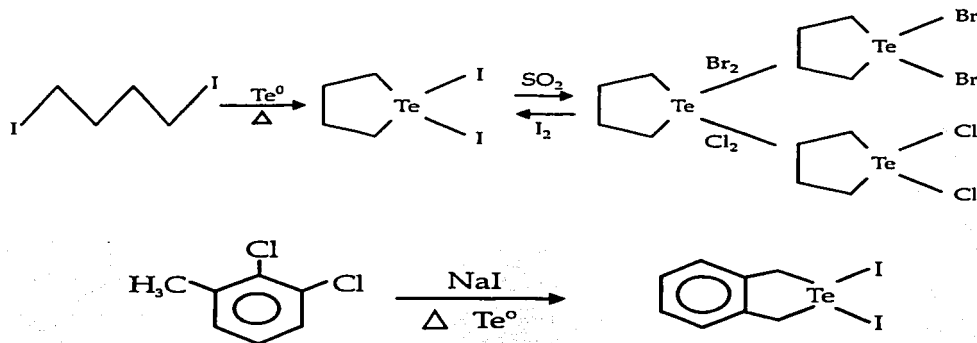


Fig.No 12 Obtención De 1,1 diiodotetrahidrotelurofeno y diyododihidrobentelurofeno

Para la obtención del tetrahidrotelurofeno, se realiza una reducción con dióxido de azufre (SO₂) al 1,1 – diyodotetrahidrotelurofeno y la separación se hace por destilación, con adición oxidativa de Cl, Br, I, obteniéndose los 1,1 – dihalotelurofenos respectivos.

El método empleado en este proyecto es el reportado por Rubaie AI y Ashirayda^[30], él cual tiene una variación al método reportado por Ziolo en 1978^[31a].

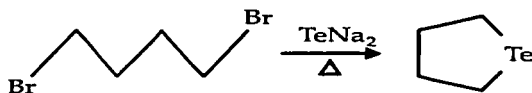


Fig. No. 13. Obtención de tetrahidrotelurofeno

La mayoría de los derivados del tetrahidrotelurofeno y del dihidrobenzotelurofeno se sintetizan a partir de reacciones de sustitución del diyodotetrahidrotelurofeno. Y diyododihidrobenzotelurofeno La adición de óxido de plata, seguida del THF acuoso da como resultado el 1,1-difluorotetrahidrotelurofeno el compuesto benzo también se obtienen por esta reacción Otros derivados son los compuestos halogenados^[32].

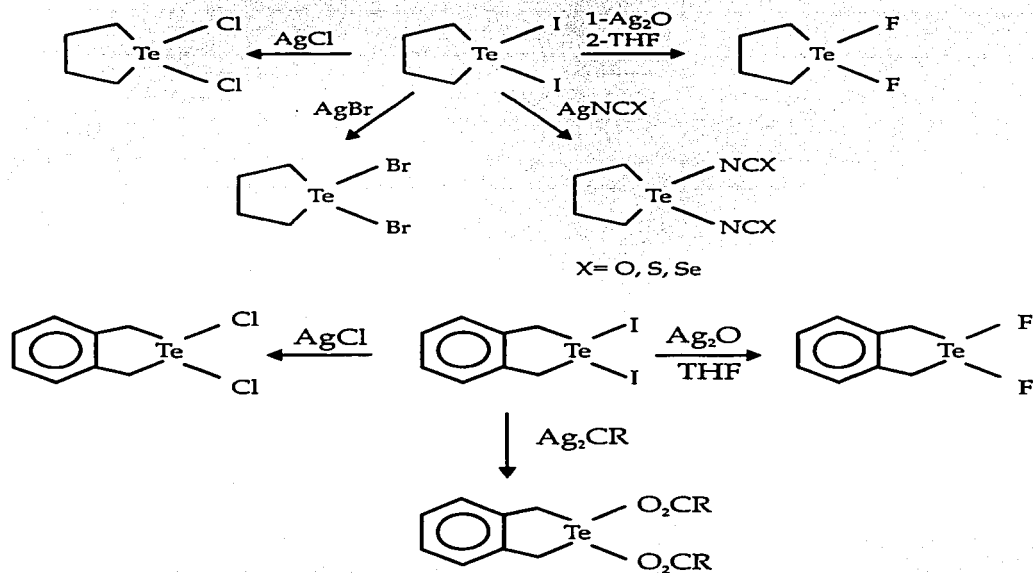


Fig. No. 14. Reacciones de sustitución para el 1,1- diyodotetrahidrotelurofeno y 2,2- diyododihidrobenzotelurofeno

Otros productos de sustitución derivados del 1,1-diyodotetrahidrotelurofeno y del 2,2-diyododihidrobenzotelurofeno, son los dicarboxiltetrahidrotelurofeno, dicarboxildihidrobenzotelurofeno, empleando sales de carboxilato de plata, acetato de plata, benzoato, tricloroacetato y butilmaleato. La reacción de AgCN con 1,1-diyodotetrahidrotelurofeno da el 1,1- ticianotetrahidrotelurofeno y la adición de un exceso de azida de plata da 1,1 - diazidatetrahidrotelurofeno^[33].

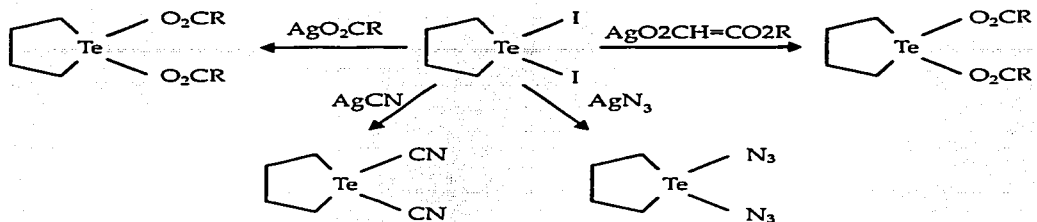


Fig. No. 15. Productos de sustitución derivados del 1,1- diyodotetrahidrotelurofeno y 2,2-diyododihidrobenzotelurofeno

También las sales de sodio de los ditiocarbamatos, los xantatos, los ditioposfinatos y los ditioposfosatos dan productos de sustitución al reaccionar con el 1,1- diyodotetrahidrotelurofeno y 2,2-diyododihidrobenzotelurofeno.

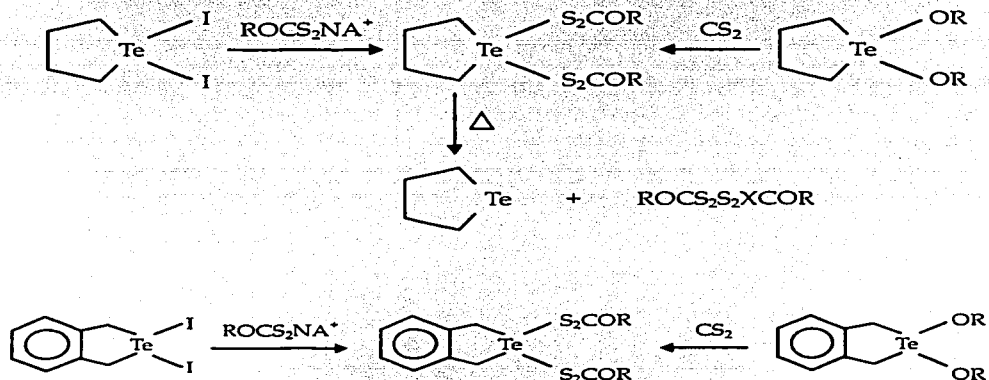


Fig. No. 16 Productos de sustitución del 1,1 - diiodotetrahidrotelurofeno. y 2,2-diyododihidrobenzotelurofeno

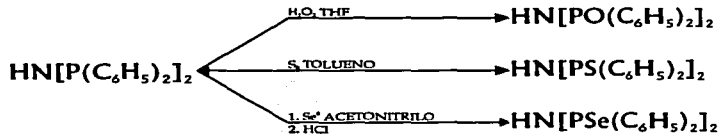
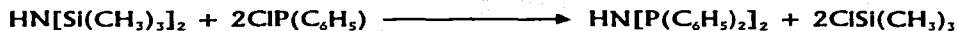
Como se ha observado, el átomo de telurio de los organoteluros (debido a que tiene un gran tamaño) puede aceptar diferentes tipos de ligantes (imidodifosfazénicos, xantatos, ditofosfinatos, ditiocarbamatos, ditiolatos, etc.) lo que da una gran gama de posibilidades de nuevos compuestos y por lo tanto un gran número de nuevos descubrimientos del comportamiento del telurio, tanto en el tipo de enlaces que forma como en la geometría que adoptan las moléculas, lo que es un estímulo para futuras investigaciones de la química covalente.

CAPÍTULO II DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 SINTESIS DE MATERIAS PRIMAS

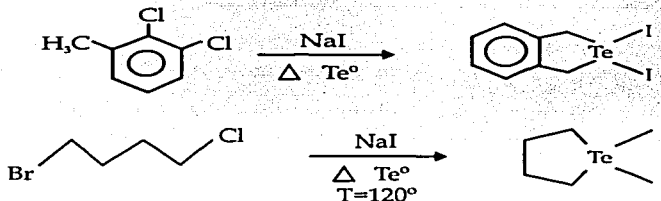
2.1.1 Obtención de los ligantes imidodifosfénicos y sus correspondiente sales de potasio. [X(PPh₂)₂NH] y [K(XPPh₂)₂N]

Los ligantes [X(PPh₂)₂NH], donde (X= O, S, Se) se obtuvieron de acuerdo a los métodos descritos por F.T. Wang y colaboradores^[1]. Las sales de potasio de estos tres ligantes se prepararon con KEtO en una solución equimolecular y con agitación constante hasta la aparición de un precipitado blanco, posteriormente se filtra y se deja secar al vacío.



2.1.2 Obtención del Dihidrobenzotelurofeno y tetrahidrotelurofeno dihalogenados.

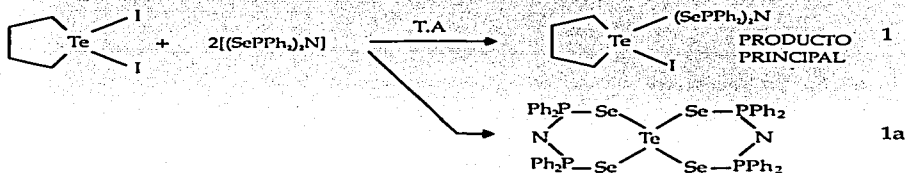
Ambos compuestos fueron sintetizados por los métodos ya descritos en la literatura, para el dihidrobenzotelurofeno, por R.F. Ziolo y colaboradores [31a] y para el tetrahidrotelurofeno A.Z. Al-Rubaie y colegas [30]. Para ambos se tomaron los puntos de fusión los cuales coinciden con los encontrados en la literatura, (225 y 150 °C) respectivamente. También se hicieron los espectros de masas los cuales verificaron la obtención de ambos compuestos.



2.2 SÍNTESIS DE COMPUESTOS ORGANOTELURICOS

2.2.1 Obtención del compuesto imidodifenilselenofosfazénico de Tetrahidrotelurofeno [C₄H₈TeI((SePPh₂)₂N)] (1)

A 30 mL de diclorometano se le agregan 0.5194 g (1.198x10⁻³ mol) de tetrahidrotelurofeno diyodado se espera a que se disuelva y posteriormente se agrega 0.66 g (2.396198x10⁻³mol) de la sal del ligante de selenio se deja agitando por aproximadamente 15 minutos, en este lapso de tiempo aparece telurio metálico en el seno de la reacción y la solución se torna amarilla, se quita de la agitación y se le extrae el disolvente con el rotavapor. Lo que queda es un semisólido de color amarillo el cual se deja agitando en n-hexano por 4 horas después de lo cual queda un polvo amarillo (73% de rendimiento) del cual se ponen a crecer cristales y de lo que se obtiene 2 tipos de cristales. Los primeros prismas encontrados son amarillos monoclinicos de punto de fusión 152.7°C.



IR (KBr) cm^{-1}	1219 mf [v(P-N)] +1176.74 f [v(PN) / δ (CH)]; 524 mf [y(PNP)/v(PSe)]; 439.7 d-m [v(PSe)].
Masas (FAB ⁺)	M/Z: 154 [P ₂ NC ₆ H ₆ ⁺], 186[TeC ₄ H ₈ ⁺], 384[P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺], 464[SeP ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺], 544[Se ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺], 672 [TeSe ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺], 852.22[TeISe ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺].
Análisis Elementales	Calculados: C=50.13%, H=4.95%, N=2.56% Prácticos: C=49.88%, H=4.18%, N=2.20%.
R.M.N	³¹ P (CDCl ₃): δ = 35.51 y 22.098, ¹²⁵ Te (CDCl ₃): δ =1177 (s) ppm

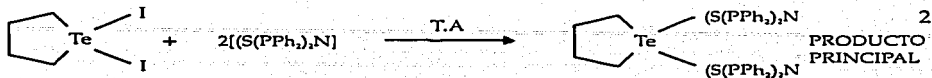
También se encontraron cristales triclinicos de color anaranjado oscuro, los cuales corresponden al compuesto [Te{(SePPh₂)₂ N]₂] (**1a**) de punto de fusión de 266°C^[31b].

IR (KBr) cm^{-1}	1219 mf [v(P-N)] +1178.29 f [v(PN) / δ (CH)]; 529.64 mf [y(PNP)/v(PSe)]; --
Masas (FAB ⁺)	M/Z: 154 [P ₂ NC ₆ H ₆ ⁺], 544[Se ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺], 672 [TeSe ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺].
R.M.N	³¹ P (CDCl ₃): δ = 23.55, ¹²⁵ Te (CDCl ₃): δ =8809 (s) ppm

La síntesis del compuesto dihidrobenzotelurofeno, con este ligante de selenio fue intentada en tres ocasiones teniendo resultados negativos, pues en todas las ocasiones el producto obtenido era el compuesto **1a**. Este compuesto se forma por la rápida reducción del dihidrobenzotelurofeno a telurio metálico, que a su vez puede ser consecuencia de reacciones redox.

2.2.2 Obtención del compuesto imidodifenilditiofosfazénico de Tetrahidrotelurofeno [C₄H₈Te{S(PPh₂)₂ N]₂] (**2**).

Este compuesto se sintetiza en forma análoga al anterior y en las mismas condiciones de reacción. En 20 mL de diclorometano se le agregan 0.76 g (1.66x10⁻⁴ mol) de la sal del ligante de azufre, posteriormente se agrega 0.36 g (8.3x10⁻⁵mol) de tetrahidrotelurofeno diyodado a temperatura ambiente se espera a que se disuelva y se deja agitando por aproximadamente 15 minutos, también hay aparición de telurio metálico en el seno de la reacción y la solución se torna amarilla muy clara, se quita de la agitación y se le extrae el disolvente con el rotavapor, lo que queda es un polvo amarillo (69% de rendimiento) del cual se ponen a crecer cristales y de lo que se obtiene cristales amarillos claros, monoclinicos de punto de descomposición 135°C.



IR (KBr) cm^{-1}	IR(KBr), cm^{-1} : 1219.6 m [v(P-N)] + 1177.8 f [v(PN) / δ (CH)]; 746 m [v(P-N)], 554 m [γ (PNP)], 508 m [v(P-S)].
Masas (FAB ⁺)	M/Z: 154 [P ₂ NC ₆ H ₆ ⁺], 416 [S ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺].
Análisis Elementales	Calculados: C=17.00%, H=1.38%, N=4.49%. Prácticos: C=18.73%, H=2.3%, N=6.04%.
R.M.N	-- ³¹ P(CDCL ₃): δ = 34.1, ¹²⁵ Te(CDCL ₃): δ = 856.90 (s) ppm

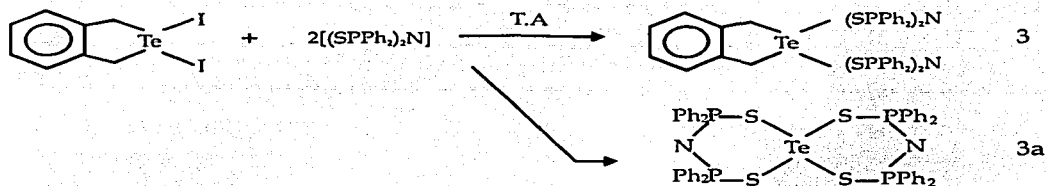
2.2.3 Obtención del compuesto imidodifenilditiofosfazénico de Dihidrobenzotelurofeno [C₈H₈TeI((SPPH₂)₂ H)] (3)

Se procede a realizar el procedimiento, anterior con 30 mL de diclorometano al cual se le agregan 0.175 g (3.6×10^{-4} mol) de dihidrobenzotelurofeno diyodado se espera a que se disuelva y posteriormente se agrega 03.397 g (7.21×10^{-4} mol) de la sal del ligante de azufre se deja agitando por aproximadamente 15 minutos. (Telurio metálico en el seno de la reacción) y la solución se torna amarilla, se quita de la agitación y se le extrae el disolvente con el rotavapor, de lo cual queda un polvo amarillo (63.9% de rendimiento) del cual se ponen a crecer cristales y de lo que se obtiene 2 tipos de cristales, los primeros son prismas amarillos monoclinicos de punto de fusión 127°C (3).

IR (KBr) cm^{-1}	1100 m [v(P-N746)], 739.18 m [v(P-N)], 555 m [γ (PNP)], 489.4 m [v(P-S)].
Masas (FAB ⁺)	M/Z: 154 [P ₂ NC ₆ H ₆ ⁺], 416 [S ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺].
Análisis Elementales	Calculados: C=29.70%, H=1.98%, N=4.12%. Prácticos: C=29.33%, H=2.33%, N=5.85%.
R.M.N	³¹ P(CDCL ₃): δ = 34.10, ¹²⁵ Te(CDCL ₃): δ = 760 (s) ppm.

También se encontraron cristales triclinicos de color anaranjado, que corresponden al compuesto [Te((SPPH₂)₂ N)₂] (3a) de punto de fusión de

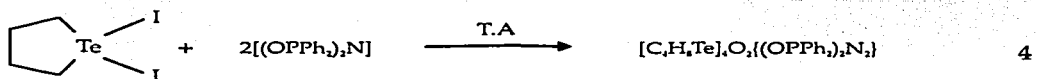
257°C. --IR(KBr), cm-1: 1175 mf [v(P-N-P)], 580[v(PS)]; 430[δ(NPS)];
(Compuesto ya reportado^[17])



2.2.4 Obtención del compuesto imidodifenilfosfazénico de Tetrahidrotelurofeno [C₁₆H₃₂O₂ Te₄{(OPPh₂)₂ N₂}] (4)

En 20 mL de diclorometano se le agregan 0.5 g (7.05x10⁻⁴ mol) de la sal del ligante de oxígeno, posteriormente se agrega 0.1525 g (3.525x10⁻⁴ mol) de tetrahidrotelurofeno diyodado a temperatura ambiente se espera a que se disuelva y se deja agitando por aproximadamente 20 minutos apareciendo telurio metálico en el seno de la reacción y un compuesto blanco el cual se cree que es ligante libre, la solución cambia a amarillo muy claro, se quita de la agitación y se filtra para quitar el compuesto blanco de la solución se extrae el disolvente con el rotavapor, lo que queda es un polvo amarillo (57.2% de rendimiento) el cual tiene un punto de fusión 137°C.

IR (KBr) cm ⁻¹	1259 mf [v(P-O)] +1122 f [v(P-N) / δ(CH)], 1095 [v(P=O)], 549 mf [γ(PNP)/v(PO)].
Masas (FAB ⁺)	M/Z: 154 [P ₂ NC ₅ H ₆ ⁺], 418 [O ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺] 602 [TeO ₂ P ₂ NC ₂₄ H ₂₀ ⁺], 1017 [Te(O ₂ P ₂ N) ₂ C ₂₄ H ₂₀ ⁺].
Análisis Elementales	Calculados: C=48.65, H=4.18%, N=2.77%. Prácticos: C=46.40%, H=4.65%, N=1.80%.
R.M.N	-- ³¹ P(CDCl ₃): δ= 15.36, ¹²⁵ Te(CDCl ₃): δ=777.2 (s) ppm.

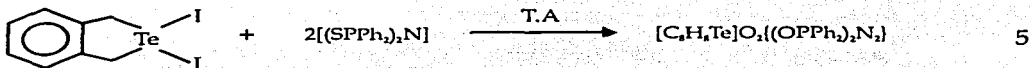


De este polvo amarillo ponen a crecer cristales (muy poco soluble el diclorometano, tolueno, THF y otros disolventes), por lo cual solo se obtienen unos cuantos cristales morados ortorrómbicos, de punto de fusión 137°C (4).

2.2.5 Obtención del compuesto imidodifenilfosfazénico de Dihidrobenzotelurofeno [$C_{32}H_{48}O_2 Te_4\{(OPPh_2)_2 N\}_2$] (5)

Para la elaboración de este compuesto se emplea la misma técnica ya descrita en los experimentos anteriores, manteniendo el tiempo de reacción y la cantidad de disolvente al cual se le agrega 1.456 g (3×10^{-3} mol) de la sal del ligante de oxígeno, posteriormente se agrega 0.7669 g (1.58×10^{-3} mol) de dihidrobenzotelurofeno dihalogenado a temperatura ambiente se espera a que se disuelva y se deja agitando por aproximadamente 15 minutos apareciendo telurio metálico en el seno de la reacción y un compuesto blanco el cual se cree que es ligante libre, la solución cambia a amarillo claro, se quita de la agitación y se filtra para quitar el compuesto blanco de la solución se extrae el disolvente con el rotavapor, lo que queda es un polvo amarillo (60.56% de rendimiento) el cual tiene un punto de fusión 150.6-151°C y más tarde al crecer cristales aparecen cristales morados que posiblemente corresponden al análogo del compuesto 4 (5).

IR (KBr) cm^{-1}	1228 mf [v(P-O)] + 1123 f [v(P-N) / δ (CH)], 1123 [v(P=O)], 432 mf [v(PNP)/v(PO)].
Masas (FAB ⁺)	M/Z: 154 [$P_2NC_6H_6^+$], 418 [$O_2P_2NC_{24}H_{20}^+$], 602 [$TeO_2P_2NC_{24}H_{20}^+$].
Análisis Elementales	Calculados: C=53.31, H=4.36%, N=2.62%. Prácticos: C=49.67%, H=3.76%, N=1.84%.
R.M.N	^{31}P (CDCl ₃): δ = 13.43, ^{125}Te (CDCl ₃): δ =831.9 (s) ppm.



La **tabla No. 4.** Resume las características físicas de los compuestos obtenidos. En el apéndice se encuentra la tabla de datos cristalográficos de cada compuesto.

COMPUESTO	p.f (°C)	% RENDIMIENTO	COLOR
[C ₄ H ₈ Te]{(SePPh ₂) ₂ N} (1)	152.7	73%	Amarillo.
[Te{(SePPh ₂) ₂ N} ₂] (1a)	266	-----	Naranja.
[C ₄ H ₈ Te{(SPPh ₂) ₂ N} ₂] (2).	135	66%	Amarillo Claro.
C ₈ H ₈ Te{(SPPh ₂) ₂ H} (3)	127	63.9	Amarillo.
[Te{S(PPh ₂) ₂ N} ₂] (3a)	257	-----	Naranja.
[C ₄ H ₈ Te] ₄ O ₂ {(OPPh ₂) ₂ N} ₂ (4)	137	57.2	Morados.
[C ₈ H ₈ Te] ₄ O ₂ {(OPPh ₂) ₂ N} (5)	150.6- 151	60.56	Amarillo:

2.3 CRECIMIENTO DE CRISTALES POR DIFUSIÓN LENTA.

En aproximadamente 3 mL de diclorometano se le agrega una cantidad suficiente del compuesto requerido, para saturar la solución, pero teniendo cuidado de no precipitarla, posteriormente se deja caer n-hexano gota a gota y por las paredes del tubo de ensayo, para que no precipite el compuesto y observando que no se mezclen y la formación de una interfase la cual se puede observar de un color turbio más claro, se continua agregando poco a poco más n-hexano hasta llegar al borde del tubo, el que se tapaná para evitar la evaporación de los disolventes. Se deja reposando hasta la formación de cristales, si se desea recuperar la muestra solo basta con dejar evaporar los disolventes. Para que esta técnica se pueda llevar a cabo se deben considerar los siguientes requerimientos:

- La difusión se lleva a cabo con dos líquidos o dos mezclas de líquidos distintos.
- Se necesita un disolvente el cual tiene la función de disolver el compuesto y el otro líquido debe ser un agente precipitante del compuesto.
- El producto a cristalizar debe ser insoluble en el precipitante, este debe tener una densidad menor al disolvente que disuelve el compuesto y ambos deben ser miscibles.

2.4 CONSIDERACIONES GENERALES

- Los puntos de fusión fueron determinados en un instrumento Melt-Temp con un termo-registrador digital Fluke 51 K/J.
- Los análisis elementales de carbono, hidrógeno y nitrógeno fueron determinados por Galbraith Labs, Inc. (Tennessee, EUA).
- Los disolventes empleados fueron secados por métodos convencionales, previos a su uso.
- Los espectros de I.R se obtuvieron en un espectrofotómetro FT-IR Nicolet Magan 750 empleando pastillas de KBr en un intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} .
- Los espectros de RMN (CDCl_3 para algunos compuestos también se utilizó DMSO) de ^1H , ^{31}P , ^{13}C , ^{125}Te fueron obtenidos en un espectrómetro Jeol Eclipse+ 300.
- Los espectros de masas FAB+ se obtuvieron utilizando una matriz de alcohol 3- Nitrobencilico en un instrumento Jeol JMS-5X102A.
- Los estudios de difracción de rayos-X de monocristal se obtuvieron mediante cristales adecuados crecidos mediante la técnica de cristalización por difusión lenta. Para todos los compuestos se utilizó un difractómetro Siemens P4/PC, y los experimentos se hicieron a temperatura ambiente.

CAPÍTULO III ANÁLISIS ESPECTROSCÓPICO Y ESTRUCTURAL

En este capítulo se discuten los resultados obtenidos, tanto para las materias primas sintetizadas, como para los compuestos organotelúricos obtenidos. Los resultados de la espectrometría de masas y de IR se presentan en tablas 5 y 6, donde esta contenida la información generada por todos los compuestos. El análisis de R.M.N. se hace por separado para cada compuesto y al final del capítulo se muestra una tabla que contienen toda la información necesaria para proponer la tendencia de los desplazamientos químicos de ^{125}Te . Las estructuras de rayos-X de monocristal se analizan para cada compuesto.

Tabla No. 5. Datos de espectroscopis de IR (KBr) cm^{-1} , donde X= O,S o Se.

COMPUESTO	BANDAS CARACTERÍSTICAS DE LOS COMPUESTOS			
	$[\nu(\text{P-N})]$	$[\nu(\text{PN})/\delta(\text{CH})]$	$[\gamma(\text{PNP})/\nu(\text{PX})]$	$[\nu(\text{PX})]$
1	1220	1174.22	528	437.2
1a	1219	1176.74	524	439.7
2	1219.6	1177.8	554	508
3	1217.5	1100	555	489.4
4	1259	1122	-----	549
5	1228	1123	432	-----

Tabla No. 6

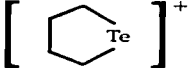
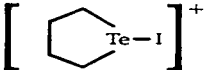
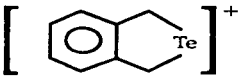
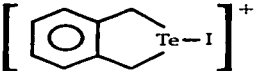
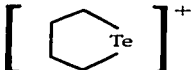
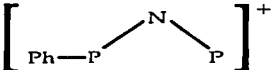
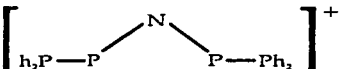
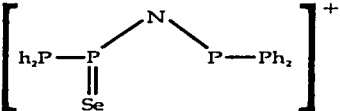
Compuesto	Fragmento de Masas	Pico Característico M/Z
Tetrahidrotelurofeno		186
		313
Dihidrobenzotelurofeno		234
		361
C ₄ H ₈ TeI(SePPh ₂)N		186
		154
		384
		464

Tabla No. 6 (continuación)

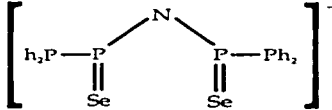
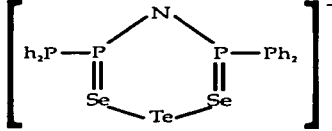
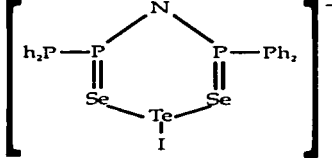
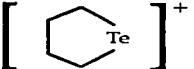
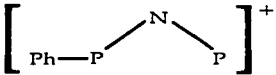
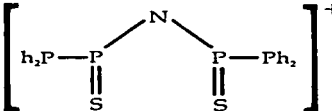
Compuesto	Fragmento de Masas	Pico Característico M/Z
$C_4H_8TeI(SePPh_2)N$		544
		672
		852.2
$C_4H_8Te[(SPPPh_2)N]_2$		186
		154
		416

Tabla No. 6 (continuación)

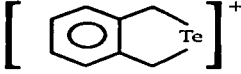
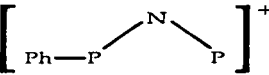
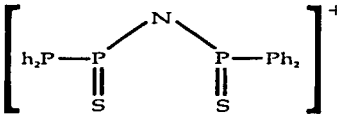
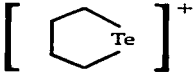
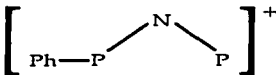
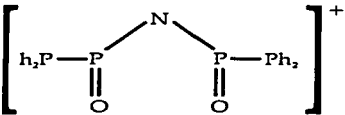
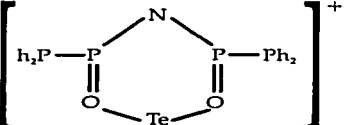
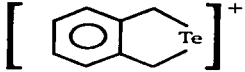
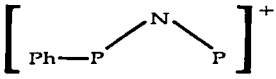
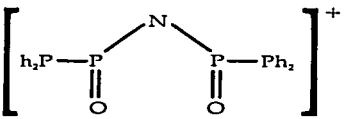
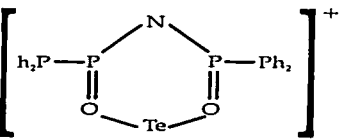
Compuesto	Fragmento de Masas	Pico Característico M/Z
$C_9H_8TeI[(SPhPh_2)_2N_2]$		234
		154
		416
$[C_4H_4Te]_4(OPPh_2)_2N_2$		186
		154
		418
		602

Tabla No. 6 (continuación)

Compuesto	Fragmento de Masas	Pico Característico M/Z
$[C_8H_8Te]_4(OPPh_2)_2N_2$		234
		154
		418
		602

3.1 LIGANTES IMIDODIFENILFOSFAZÉNICOS

La obtención de este tipo de ligantes resulta ser relativamente sencilla, sin embargo en la primera fase de la reacción es decir en la obtención del fragmento P-N-P, a partir de la condensación de hexametildisilano y diclorodifenilfosfina, la utilización de la línea de vacío es insustituible ya que el compuesto generado es sensible al aire, esto originado por los dos fósforos en estado de oxidación III. Sin embargo la oxidación de los fósforos por O, S o Se a estado V resulta más sencilla ya que las condiciones de reacción son menos extremas y los compuestos resultantes ya no son sensibles al aire. La formación de las correspondiente sales de ligante también es un proceso fácil de hacer ya que solo necesitamos la adicionar KEtO y el ligante en etanol, lo que se deja agitar por espacio de 30 minutos y la formación de la sal estará concluida. Estos compuestos ya han sido reportados, lo mismo que las estructuras, ya han sido analizadas por difracción de rayos-X de monocristal.

Los estudios de difracción de rayos-X para los ligantes neutros de azufre y selenio nos indican que las distancias P-N para X=S es de 1.677(6) Å y X=Se es de 1.682(4) Å, las cuales comparadas con el enlace sencillo P-N (1.77 Å) es más corta, lo que indica que el enlace P-N de los ligantes imidodifenilfosfazénicos tiene algo de carácter de doble enlace (1.34 Å)^[33].

Los ángulos de enlace de P-N-P para el ligante de azufre son de 132.6°(1) y para el selenio de 132.3°(2) ^[34]. Los átomos donadores adoptan un arreglo *syn*, que estabiliza la molécula

El ligante de oxígeno^[34], presenta una estructura muy diferente, el ángulo P-N-P es de 180°, en contraste con los que contienen azufre y selenio, al igual que estos las distancias de enlace P-N son más cortas que las correspondientes a un enlace sencillo (1.77 Å). Las moléculas del ligante se mantienen unidas por interacciones puentes de hidrógeno OH----H simétrica, formando así cadenas infinitas.

3.2 DIHIDROBENZOTELUROFENO Y TETRAHIDROTELUROFENO

La estructura del dihidrobenzotelurofeno ya ha sido descrita por Knobler y Ziolo^[31a], no obstante vale la pena tomar en cuenta su estructura, para entender y comparar con la del tetrahidrotelurofeno. La configuración que toma el telurio es un octaedro distorsionado, el cual tiene los dos iodios en

posición axial al anillo benzotelurofénico, el ángulo I-Te-I es de $176.53^\circ(4)$, los carbonos del 1 al 8 y dos yodos de dos moléculas vecinas ($d = 3.878(1)$ Å) ocupan posiciones ecuatoriales. La primera evidencia de esta distorsión de la molécula es la localización del átomo I 2'', ya que tiene una distorsión de entre 1 y 7° , mientras que los valores normales están en un intervalo de 15 a 20° . Las distancias entre C-Te son de $2.145(12)$ y $2.139(12)$ Å, que son igual a la suma de radios covalentes (2.14 Å). El ángulo C-Te-C es de $86.0(5)^\circ$ el cual es más grande al correspondiente al dihidrobenzotelurofeno ($81.7(2)^\circ$) y al dibenzotelurofeno diyodado ($81.8(2)^\circ$), esto debido posiblemente a que la distancia de enlace C-C ($1.507(18)$ Å) es más grande que en otros compuestos similares.

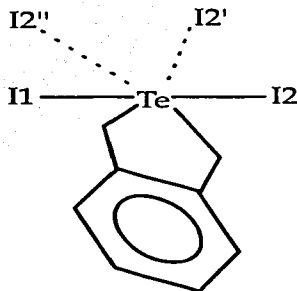


Fig. No. 17. Del Benzotellurofeno, con dos átomos de yodo que pertenecen a otra molécula.

Debido a que la estructura del tetrahidrotelurofeno no ha sido reportada, se caracteriza primero con R.M.N. de ^1H y de ^{125}Te que ya están reportados^[17], por comparación con los desplazamientos químicos. Los espectros de ^1H tienen 2 señales en $\delta = 3.910$ y 2.98 las cuales concuerdan con la literatura, la señal de ^{125}Te en CDCl_3 esta en $\delta = 782.45$ la que es muy similar a la descrita en la literatura ($\delta = 772.7$). Las masas FAB^+ CH_2Cl_2 M/Z : $186[\text{TeC}_4\text{H}_7]$, $254[\text{I-I}]$, $313[\text{TeC}_4\text{H}_7\text{I}]$, $382[\text{Te I}_2]$. La estructura del telurofeno fue determinada por rayos-X, son cristales rojos, monoclinicos, de punto de fusión de 152.7 .

La geometría alrededor del átomo de telurio es una ψ -bipiramide trigonal, donde la quinta posición de coordinación la ocupa el par libre. Los átomos de yodo están en posición axial y tienen las distancias Te-I1 2.891(2) Å y Te-I2 2.9993(2) Å.

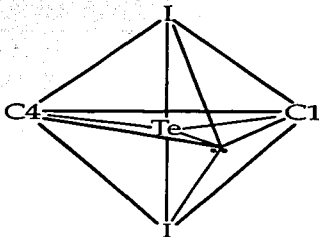


Fig. No 18. Geometría ψ -bipiramide trigonal que adopta el telurofeno

El ángulo de enlace I1-Te-I2 es de $176.5(1)^\circ$, al igual que el análogo dihidrobenzotelurofeno también tiene dos yodos (I3, I4) con interacciones débiles Te-----I intermoleculares que quedan en posición ecuatorial con los dos carbonos del anillo, las distancias de enlace Te-C1 es de 2.167(12) Å y Te-C4 es de 2.181(12) Å el ángulo para C1-Te-C4 es de $84.0(5)^\circ$, el cual es menor de lo observado para otros anillos y por tanto justifica la actividad del par libre. La **tabla No. 7** contienen los datos cristalográficos de tetrahidrotelurofeno.

DATOS CRISTALOGRAFICOS

Peso Molecular	875.0 g/mol
Medida del Cristal	0.38 x 0.16 x 0.16
Grupo Espacial	P2 ₁ /n
Dimensiones de la Celda	a= 12.736(5) Å, b=10.426(4) Å, c=13.98(5) Å, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90.780(0)^\circ$, $\gamma=90^\circ$
Volumen	1852(2) Å ³
Z	4

Tabla No 8 Distancias de enlace Å y ángulos para el telurofeno.

ÁTOMOS ENLAZADOS	DISTANCIAS	ÁTOMOS ENLAZADOS	ÁNGULOS
I(1) - Te(1)	2.891(2)	I(1) - Te(1) - I(2)	176.5(5)
I(3) - Te(2)	2.996(2)	I(2) - Te(1) - C(1)	88.1(3)
Te(1) - C(1)	2.167(12)	I(2) - Te(1) - C(4)	88.0(4)
Te(2) - C(5)	2.1602(12)	I(3) - Te(2) - I(1)	177.6(1)
I(2) - Te(3)	2.9993(2)	I(4) - Te(2) - C(5)	91.1(4)
I(4) - Te(2)	2.2.914(2)	I(4) - Te(2) - C(8)	88.3(3)
Te(1) - C(4)	2.181(12)	Te(1) - C(1) - C(2)	105.1(99)
Te(2) - C(8)	2.175(13)	I(1) - Te(1) - C(1)	88.4(3)
I(2) - Te(3)	2.9993(2)	I(1) - Te(1) - C(4)	92.1(4)

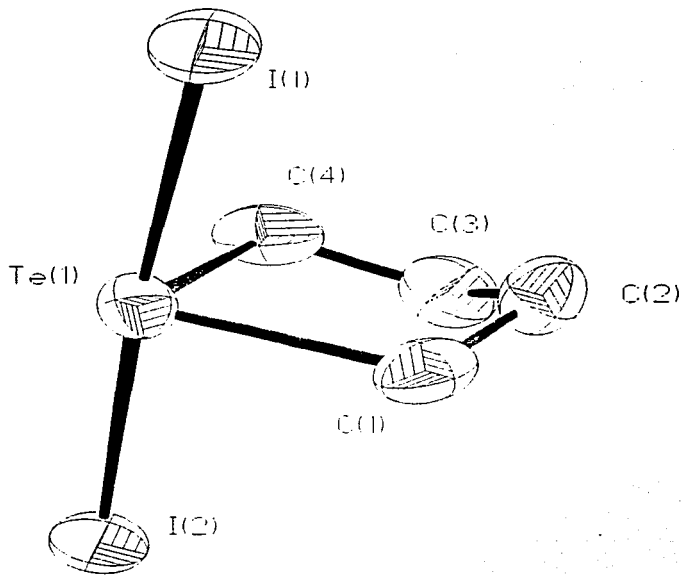
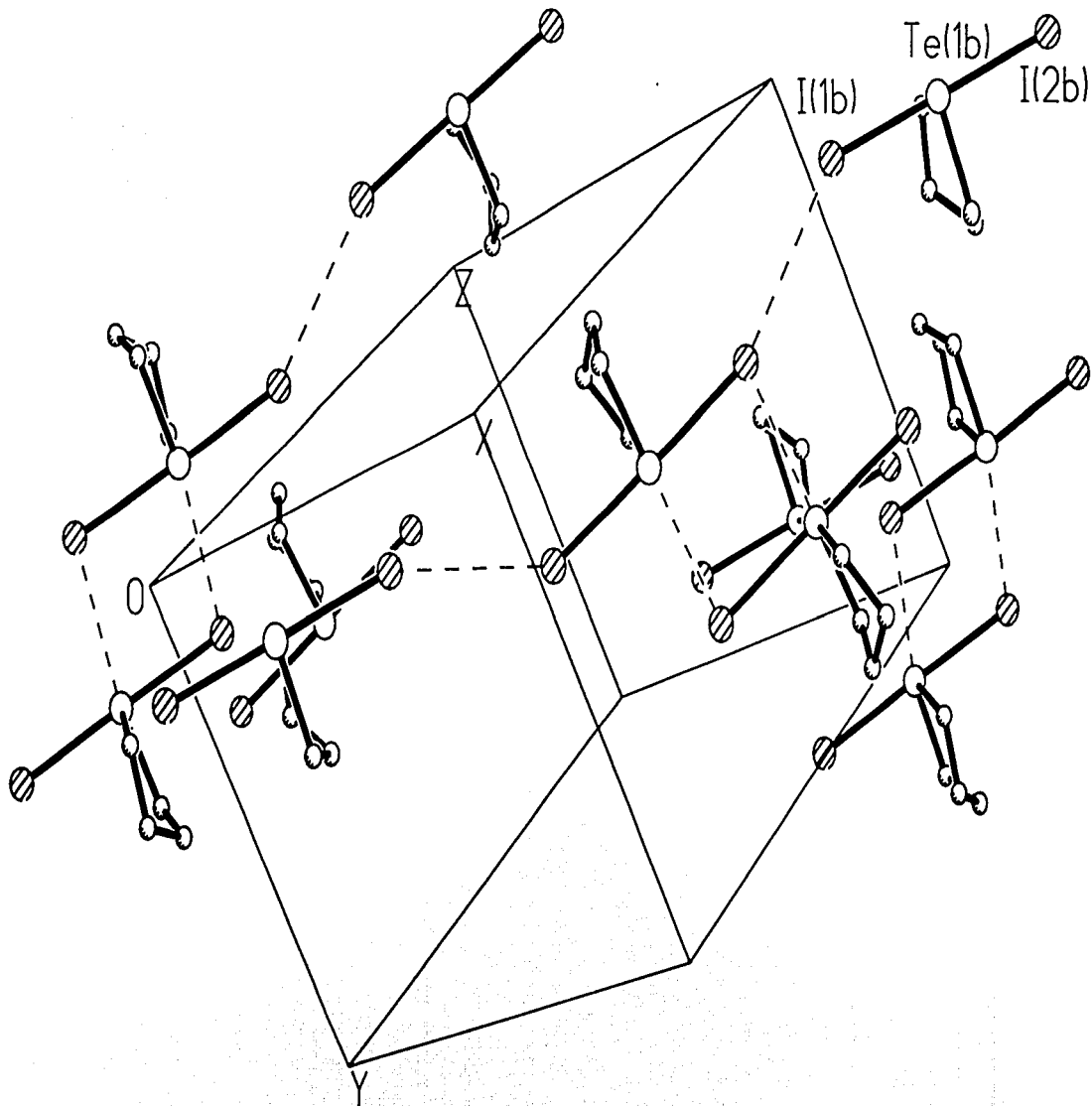


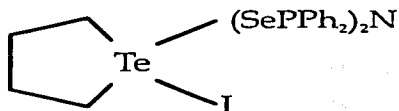
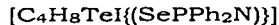
Fig. No 19. Del compuesto de Tetrahidrotelurofenodiyodado.



Red cristalna del compuesto 1,1,diyodotetrahidrotelurofeno

3.3 COMPUESTOS DEL TIPO $[\text{Te}(\{\text{XPPH}_2\}_2\text{N})_2]$

3.3.1 COMPUESTO 1



ANÁLISIS DE R.M.N

Los datos para la resonancia de protón y carbono 13 se sintetizan en la siguiente tabla. Los átomos de la tabla están representados en la figura No20. Los resultados de RMN de ^{31}P y ^{125}Te , se presentan en cortos párrafos para una explicación un poco más amplia.

ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)	ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)
^1H	a=2.55	^{13}C	a=45.34
	b=3.60		b=33.95
	c=7.9078		c=131.31
	d=7.37		d=131.17
	e=7.25		e=128.30

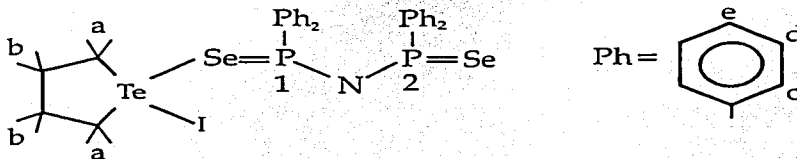


Fig. No. 20. Asignación de los hidrógenos y oxígenos para el compuesto 1

**TESIS CON
FALLA DE
ORIGEN**

³¹P

Tenemos la presencia en $\delta=53.24$ ppm. del fósforo del ligante libre, desplazado hacia al alto campo tenemos una señal en $\delta=34.73$ ppm desplazada ligeramente a más bajo campo por la acción del telurio al que esta unido el fósforo 1. En $\delta=22.09$ tenemos la señal del fósforo 2 que no esta unido a telurio y que por lo tanto esta desplazada a más alto campo. Es importante notar que aun en solución los fósforos no son equivalentes.

¹²⁵Te

Tenemos una señal en $\delta=1177$ ppm la cual creada por el telurio de este compuesto ya que esta desplazada a más bajo campo por la acción del yodo, en comparación con la señal del compuesto TeSe_4 ($\delta=880.9$ ppm) que aparece a más alto campo. También la comparamos con la señal que genera el tetrahidrotelurofeno diyodado ($\delta=782$ ppm).

Descripción de la estructura de rayos-X

El compuesto $[\text{TeIC}_4\text{H}_8(\text{SePPh}_2\text{N})]$ de telurio IV cristaliza como prisma monoclinico de color amarillo, donde la geometría de los átomos adyacentes al telurio y contando el par libre forma una ψ - bipiramide trigonal, donde notamos que la quinta posición de coordinación es ocupada por el par electrónico libre y tiene influencia en la estereoquímica de la molécula.

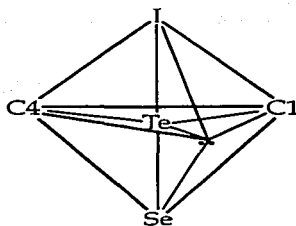


Fig. No 21. Arreglo espacial ψ - bipiramide trigonal alrededor del átomo de telurio

El yodo y el selenio, se encuentran en posición axial la cual tiene un ángulo entre (I-Te-Se) de $[177.51(3)^\circ]$, que es muy cercano a 180° , la distancia I-Te es $2.9675(11)$ Å, la cual es mayor a la suma de radios

covalentes (2.73 Å), lo cual nos indica que las interacciones son un poco más débiles. El ángulo que existe entre el C5-Te-C2 es de 84.3°(4) y la distancia es de 2.162(9) Å. Ambas son más pequeñas que lo esperado para anillos de cinco miembros, lo que demuestra la influencia por el par electrónico libre.

Desde el punto de vista estructural, el ligante solo se encuentra **monodentado**, es decir solo uno de los selenios se unió al telurio, el otro selenio no presenta ninguna interacción con el metal, la distancia al Te(IV) es de 3.465 Å, que supera considerablemente la suma de radios covalentes (2.57 Å). Esto resulta muy novedoso pues nunca se había observado esta característica del ligante con algún otro elemento de la tabla periódica. Tan solo se ha publicado un compuesto que exhibe al ligante imidodifenilfosfazénico de selenio como puente entre dos Platinos^[4]. Se podría pensar que una de las posibles causas del comportamiento del ligante sean interacciones puente de hidrógeno entre los anillos bencénicos. El ángulo en el fragmento P-N-P de 132.1°(10) que es poco mayor a lo observado^[13]. La conformación espacial que tiene el ligante es intermedia entre silla/bote, que se deforma aun más por la distancia larga de no enlace entre Se y Te. Las **tablas 9 y 10** contienen las distancias y los ángulos de enlace para la estructura molecular del compuesto 1

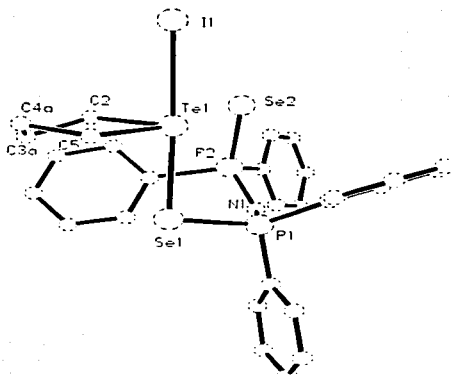
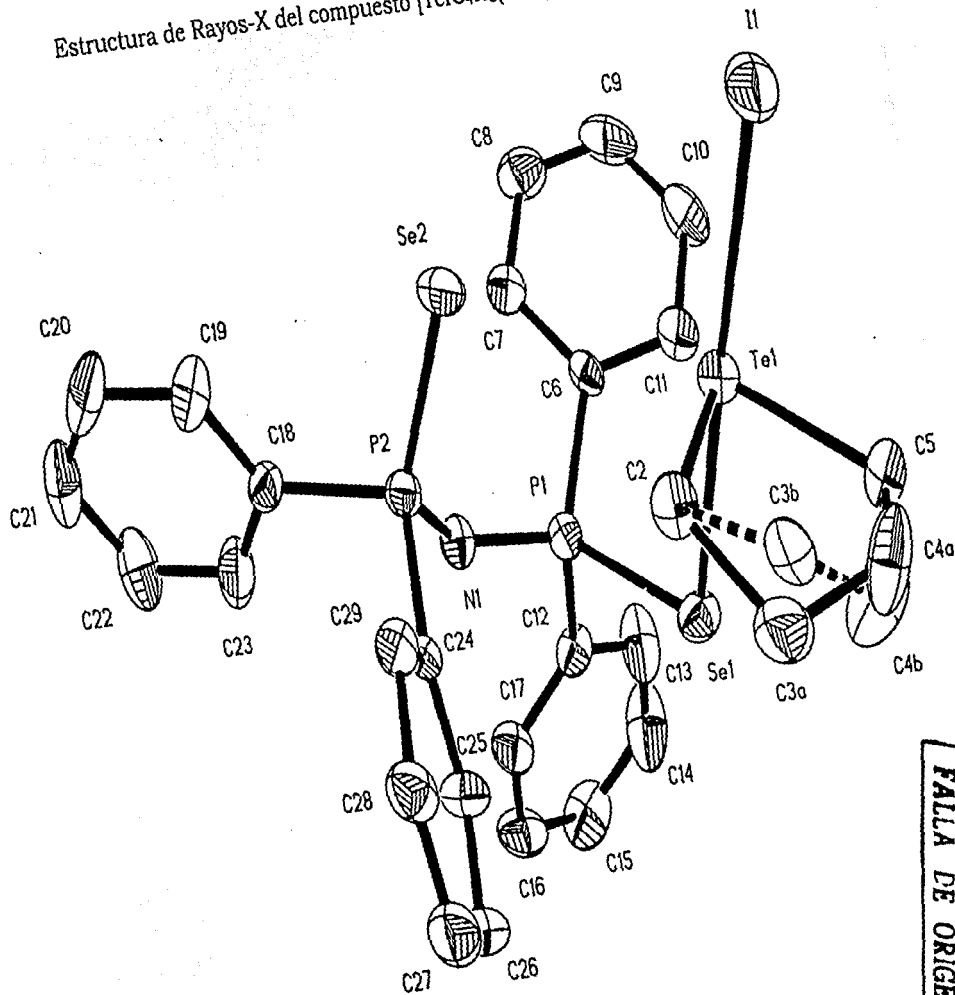


Fig. No 22. Compuesto de selenio con el ligante monodentado (Cristales amarillos)

Estructura de Rayos-X del compuesto $[\text{TeC}_4\text{H}_8(\text{SePPh}_2)_2\text{N}]$ (Cristales Amarillos)

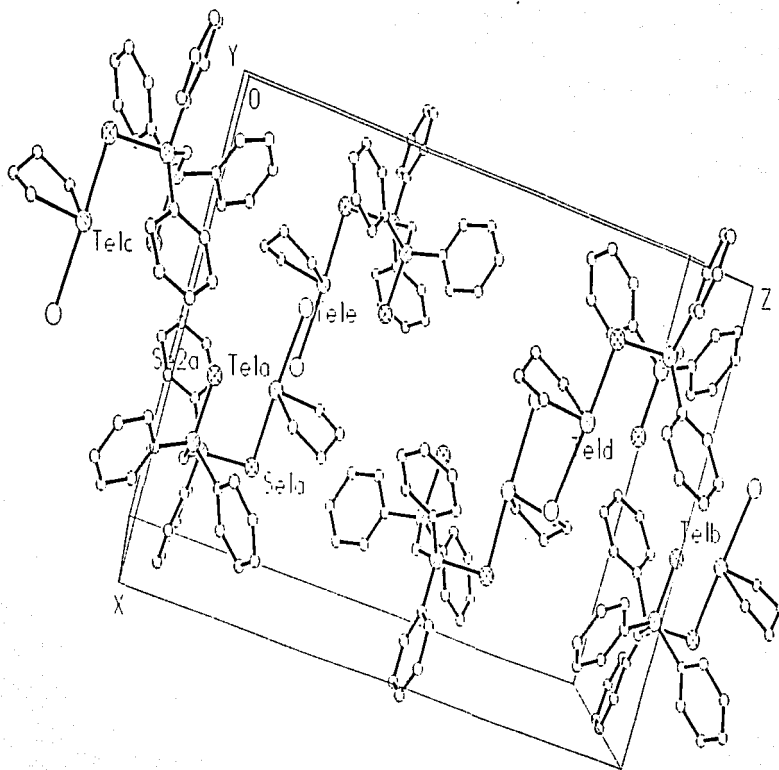


TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Tablas No 11 y 12. Distancias de enlace y ángulos para el compuesto de selenio

ÁTOMO ENLAZADOS	DISTANCIA
I - Te	2.9675(11)
Te - C(5)	2.162(9)
Te - C(1)	2.7210(12)
Se - P(1)	2.226(2)
P(1) - N	1.572(7)
P(1) - C(6)	1.804(8)
P(2) - C(18)	1.828(8)
Se(2) - P(2)	2.121(2)
P(1) - C(12)	1.796(8)
P(2) - N	1.614(7)
P(2) - C(24)	1.836(7)
Te - C(2)	2.149(9)

ÁTOMO ENLAZADOS	ÁNGULO
C(2) - Te - C(5)	84.3(4)
C(2) - Te - Se(1)	87.4(3)
C(2) - Te - I(1)	90.2(3)
P(1) - Se - Te	99.55(7)
N(1) - P(1) - C(6)	114.0(4)
N(1) - P(1) - Se(1)	118.7(3)
C(1) - P(1) - Se(1)	107.9(3)
N(1) - P(2) - C(24)	106.5(4)
N(1) - P(1) - Se(2)	119.3(3)
C(24) - P(2) - Se(2)	111.2(3)
C(2) - Te - Se(1)	89.9(3)
C(2) - Te - I	98.3(3)
Se(1) - Te - I	177.51(3)
N(1) - P(1) - C(12)	106.2(4)
C(12) - P(1) - C(6)	107.2(4)
C(12) - P(1) - Se(1)	101.5(3)
N - P(2) - C(18)	104.1(4)
C(18) - P(2) - C(24)	102.9(4)
C(18) - P(2) - Se(2)	111.3(3)
P(1) - N - P(2)	132.1(5)

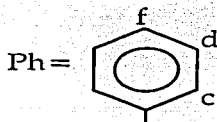
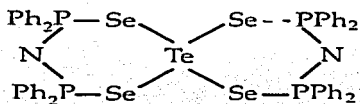


Celda unitaria del compuesto de selenio, donde es claro que los selenios no tienen interacciones intermoleculares.

3.3.1.1 COMPUESTO 1a

[Te(SePPh₂N)₂]

La estructura de este compuesto diselenofosfénico de telurio ha sido reportada por J.D. Woollins^[16] y colaboradores, no obstante vale la pena tomar en cuenta su estructura y hacer su caracterización para reportar que es un subproducto de la síntesis del compuesto anterior. Los cristales son naranjas triclinicos de p.f.= 266°C. La configuración que toman los selenios alrededor del átomo de telurio es un cuadrado plano, esto comprueba que los pares electrónicos del telurio no tienen influencia en la esteoquímica de la molécula. La distancia Te-Se(1) es de 2.77753(8) Å y la de Te-Se(4) = 2.7895(10) Å, las distancias más largas son las de los Te-Se(2) = 2.8064(12) y la de Te-Se(3) = 2.8153(10), el ángulo P-N-P= 137.2(2)° y el de Se-Te-Se = 87.01(3)° estos patrones de distancias y ángulos son comparables con los análogos de estaño^[18] y de azufre^[17].



ANÁLISIS DE R.M.N

Los datos para la resonancia de protón se sintetizan en la siguiente tabla. Los átomos de la tabla son los protones del anillo aromático representados en la figura anterior. Los resultados de RMN de ³¹P y ¹²⁵Te, se presentan en cortos párrafos para una explicación un poco más amplia.

ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)
	c=7.83
	d=7.80
	e=7.78

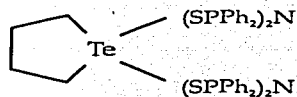
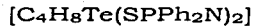
³¹P

No tenemos la presencia del ligante libre, solo tenemos una señal en $\delta=23.55$, (Valor muy cercano al reportado(24.2ppm^[12])) esto da evidencia de que los cuatro fósforos de la molécula son equivalentes y que naturalmente no es la señal del ligante libre. Se pueden distinguir cuatro pequeñas señales en $\delta=25.82$, 25.76 y 21.34, 21.28 ppm las cuales están simétricas a ambos lados de la señal de fósforo y las podemos identificar como satélites originados por interacciones con el selenio, con una $J^1(\text{P-Se}) = 586.4 \text{ Hz}$.

¹²⁵Te

Tenemos una señal en $\delta=880.9$, la cual esta desdoblada, por las interacciones con los fósforos a dos enlaces.

3.3.2 COMPUESTO 2



ANÁLISIS DE R.M.N.

Los datos para la resonancia de protón y carbono 13 se sintetizan en una tabla. Los átomos de la tabla están representados en la figura **No 23**. Los resultados de RMN de ^{31}P y ^{125}Te , se presentan en cortos párrafos para una explicación un poco más amplia.

ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)	ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)
^1H	a=3.18	^{13}C	a=47.46
	b=2.30		b=33.21
	c=7.88		c=131.27
	d=7.29		d=130.12
	e=7.25		e=128.20

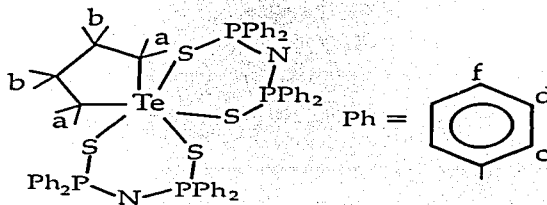


Fig. No. 23. Asignación de átomos para R.M.N

^{31}P

Tenemos la presencia en $\delta=34.10$ ppm. del fósforo del compuesto, solo se genera una señal pues el ambiente alrededor de fósforo es equivalente en solución, aunque los azufres tengan diferente tipo de enlace con el telurio en estado sólido. Tenemos una señal en $\delta=44.22$ ppm. que es la señal del ligante libre.

^{125}Te

Tenemos una señal en $\delta=856$ ppm, en comparación con la señal de la materia prima ($\delta=782$ ppm). Esta se encuentra a bajo campo por la interacción con los azufres.

Descripción de la estructura de rayos-X

Este compuesto de telurio IV cristaliza como prisma monoclinico de color amarillo claro, donde la geometría de los átomos adyacentes al telurio forman un octaedro distorsionado, esta distorsión generada por la actividad del par libre

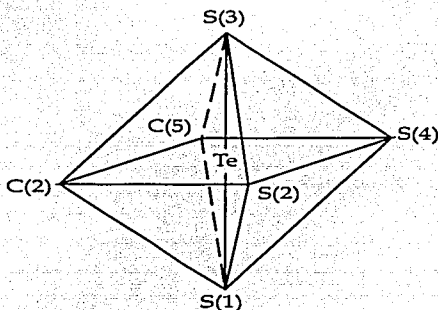


Fig. No. 24. Diagrama de la geometría octaédrica (Sin distorsión) alrededor del átomo de telurio, cuando tiene seis átomos adyacentes.

El azufre 3 y el azufre 1 están en posición axial con un ángulo S(1)-Te-S(3) de $170.59(5)^\circ$, el cual es cercano a 180° pero debido a la actividad del par libre el ángulo se acorta, la distancia Te-S(1) es de $2.670(2)$ Å y la distancia Te-S(3) es de $2.643(2)$ Å las cuales nos dan información de interacciones de tipo covalente entre los átomos de azufre y el átomo de telurio, aunque estas interacciones son ligeramente menores a las

generadas por el telurio y los carbonos. En el plano ecuatorial tenemos los átomos de carbono del anillo telurofenico y los otros dos átomos de azufre, con una distancia de Te---S₂ de 3.300 Å y para Te---S₄ de 3.451 Å las cuales son mayores a la suma de radios covalentes (2.57 Å), pero no supera la suma de radios de van der Waals (4 Å). Los átomos de carbono no forman un anillo rígido, sino que se encuentran en constante movimiento por arriba y por debajo del plano el ángulo formado para C(1)-Te-C(4) es de 84.8(3)° el cual es menor al esperado, las distancias de enlace son para Te-C(1) de 2.152(7) Å y para Te-C(4) de 2.153(6) Å. Los ángulos para el esqueleto P(1)-N(1)-P(2) es de 129.9(3)° y para P(3)-N(2)-P(4) es de 132.5(3)°, que están en el intervalo esperado (ver tabla 1), las distancias de enlace son: P(1)-N(1)= 1.581(5) Å, P(2)-N(1)= 1.614(5) Å y P(3)-N(2)= 1.574(5) Å, P(4)-N(2)= 1.611(5), que son más cortas que un enlace sencillo, pues la carga esta deslocalizada. Estructuralmente este compuesto es diferente al anterior ya que ambos ligantes están bidentados (teniendo el anillo formado conformación de silla), con el telurio, aunque dos de sus interacciones sean más largas y ambos yodos han sido sustituidos, lo que posiblemente se deba a que el azufre tiene un tamaño menor y por lo tanto la sustitución no se ve impedida estericamente.

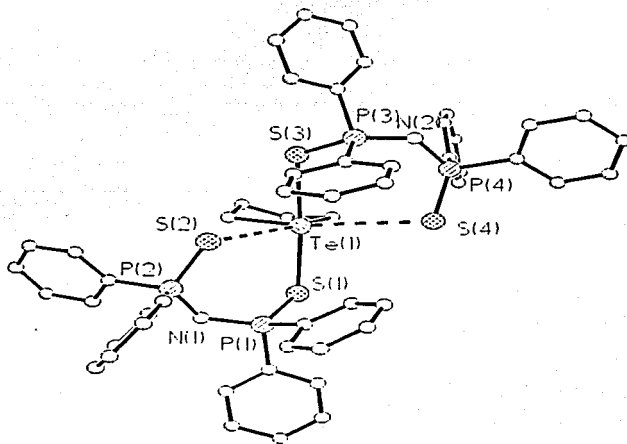
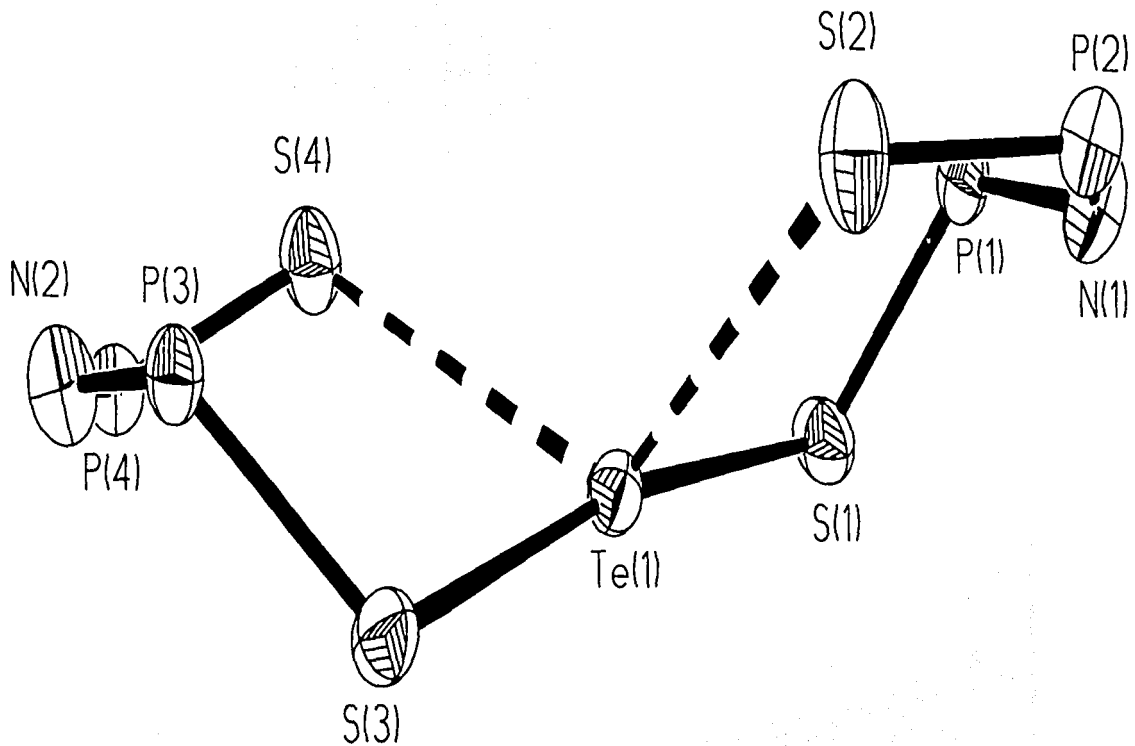


Fig. No. 25 Compuesto de azufre con dos ligantes imidodifosfazénicos.

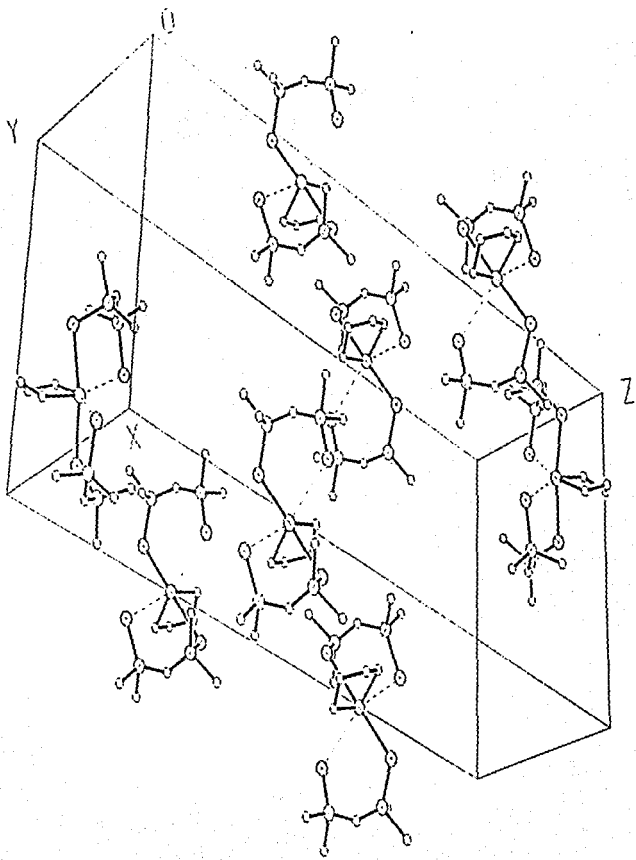


Conformación que adquieren los anillos formados por el ligante imidodifenilfosfazénico

Las **Tabla No. 13 y 14** presentan los ángulos de enlace y las distancias de enlace para el compuesto de azufre.

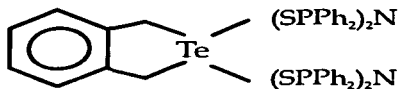
ÁTOMOS ENLAZADOS		ÁNGULOS		ÁTOMOS ENLAZADOS		ÁNGULOS	
C(1A)-Te-C(4A)	84.8(3)	C(1A)-Te-S(3)	89.7(2)	C(4A)-Te-S(3)	83.4(2)	C(1A)-Te-S(1)	83.7(2)
C(4A)-Te-S(1)	89.3(2)	S(3)-Te-S(1)	170.59(5)	C(2A)-C(1A)-Te	104.7(5)	C(3A)-C(2A)-C(1A)	114.7(8)
C(2A)-C(3A)-C(4A)	114.2(7)	C(3A)-C(4A)-Te	106.9(5)	P(1)-S(1)-Te	106.52(9)	P(3)-S(3)-Te	108.64(7)
N(1)-P(1)-C(1)	107.0(3)	N(1)-P(1)-C(7)	114.3(3)	C(1)-P(1)-C(7)	104.6(2)	N(1)-P(1)-S(1)	117.2(2)
C(1)-P(1)-S(1)	103.1(2)	C(7)-P(1)-S(1)	109.2(2)	N(1)-P(2)-C(13)	108.9(3)	N(1)-P(2)-C(19)	104.6(2)
C(13)-P(2)-C(19)	102.5(2)	N(1)-P(2)-S(2)	118.3(2)	C(13)-P(2)-S(2)	109.1(2)	C(19)-P(2)-S(2)	112.3(2)
N(2)-P(3)-C(25)	106.3(2)	N(2)-P(3)-C(31)	112.8(2)	C(25)-P(3)-C(31)	107.1(3)	N(2)-P(3)-S(3)	119.2(2)
C(25)-P(3)-S(3)	100.5(2)	C(31)-P(3)-S(3)	119.6(2)	N(2)-P(4)-C(43)	103.9(2)	N(2)-P(4)-C(37)	106.7(2)
C(43)-P(4)-C(37)	103.0(3)	N(2)-P(4)-S(4)	119.4(2)	C(43)-P(4)-S(4)	111.1(2)	C(37)-P(4)-S(4)	111.3(2)
P(1)-N(1)-P(2)	129.9(3)	P(3)-N(2)-P(4)	132.5(3)				

ÁTOMOS ENLAZADOS		DISTANCIA		ÁTOMOS ENLAZADOS		DISTANCIA	
Te-C(1A)	2.152(7)	Te-C(4A)	2.153(6)	Te-S(3)	2.643(3)	Te-S(1)	2.670(2)
S(2)-P(2)	1.966(2)	S(1)-P(19)	2.060(2)	S(4)-P(4)	1.970(2)	S(3)-P(3)	2.056(2)
P(1)-C(1)	1.800(6)	P(1)-N(1)	1.581(5)	P(2)-N(1)	1.614(5)	P(1)-C(7)	1.819(6)
P(2)-C(19)	1.818(6)	P(2)-C(13)	1.814(7)	P(3)-C(25)	1.805(6)	P(3)-N(2)	1.574(5)
P(4)-N(2)	1.611(5)	P(3)-C(31)	1.812(6)	P(4)-C(37)	1.826(7)	P(4)-C(43)	1.815(6)



Celda unitaria del compuesto de azufre. (cristales amarillos claros)

3.3.3 COMPUESTO 3



ANÁLISIS DE R.M.N.

Los datos para la resonancia de protón y carbono 13 se sintetizan en la siguiente tabla. Los átomos de la tabla están representados en la figura **No 26**. Los resultados de RMN de ^{31}P y ^{125}Te , se presentan en cortos párrafos para una explicación un poco más amplia.

ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)	ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)
1H	a=4.99	^{13}C	a=49.92
	b=7.13		b=127.75
	c=7.1592		c=128.27
	d=7.735		d=132.12
	e=7.80		e=131.17
	f=7.92		f=129.70
	-----		g= 139.24

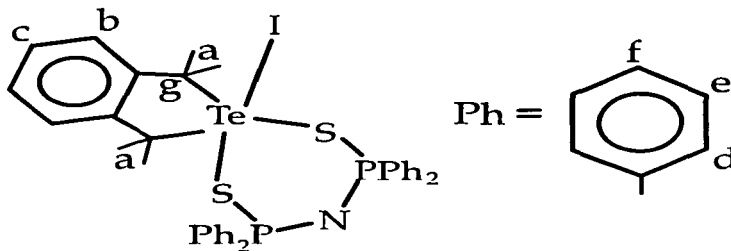


Fig. No. 26. Asignación de átomos para espectros de protón y ^{13}C

³¹P

Tenemos la presencia en $\delta=34.1017$ ppm. del fósforo para este compuesto que es muy similar a la del compuesto 2. Tenemos una señal en $\delta=57.57$ ppm. que posiblemente sea la señal del compuesto $[\text{Te}(\text{SPPH}_2)_2]$.

¹²⁵Te

Tenemos una señal en $\delta=760.185$ ppm la cual creada por el telurio de este compuesto, en comparación con las señales de los compuesto TeS_4 ($\delta=880.9$ ppm)^[13].

Descripción de la estructura de rayos-X

Este compuesto de telurio IV cristaliza como prisma monoclinico de color amarillo, donde la geometría de los átomos adyacentes al telurio forman un octaedro distorsionado contando el par libre de electrones proporcionado por el telurio, el yodo y el azufre(1), se encuentran en posición apical con un ángulo de $171.8(1)^\circ$ y con las distancias de enlace $\text{Te-S}(1)$ de $2.622(2)\text{Å}$ y la de Te-I es $2.922(1)\text{Å}$, que es mayor a la suma de radios covalentes (2.42Å), pero no excede la suma de radios de van der Waals (4Å). En posición ecuatorial encontramos el anillo orgánico el azufre(2) y el par libre. El ligante tiene un ángulo P-N-P de $140.1(4)^\circ$, que es mayor al esperado (ver tabla No 1), esto tiene influencia en el enlace del segundo azufre con el telurio, ya que este enlace es menos intenso que el primero, y tiene una distancia de 3.282Å , superando la suma de radios covalentes, pero no la de van der Waals. El anillo formado por el ligante y el átomo de telurio, presenta una conformación de bote

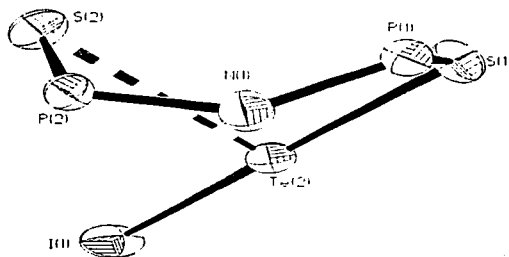


Fig. No. 27. Esquema de la conformación que adquiere el anillo inorgánico formado

Tablas No 15 Distancias de enlace (Å) y ángulos (°) para el compuesto dihidrobenzotelurofeno con el ligante imidoditiofosfazénico.

ÁTOMOS ENLAZADOS	ÁNGULOS	ÁTOMOS ENLAZADOS	DISTANCIAS
I-Te-S(1)	171.8(1)	I-Te(2)	2.99(1)
S(1)-Te-C(1A)	84.5(2)	S(1)-P(1)	2.058(3)
S(1)-Te(2)-C(3A)	86.1(29)	P(1)-N(1)	1.570(6)
Te(2)-S(1)-P(1)	101.6(1)	P(1)-C(7)	1.810(8)
S(2)-P(2)-C(13)	110.7(3)	P(2)-C(13)	1.825(8)
S(2)-P(2)-C(19)	111.3(3)	Te(2)-S(1)	2.622(2)
Te(2)-C(1A)-C(8A)	105.3(6)	Te(2)-C(3A)	2.136(8)
S(19)-P(1)-N(1)	117.3(39)	S(2)-P(2)	1.986(3)
P(1)-N(1)-P(2)	140.1(4)	P(1)-C(1)	1.807(7)
S(2)-P(29)-N-(1)	118.4	P(2)-N(1)	1.607(6)

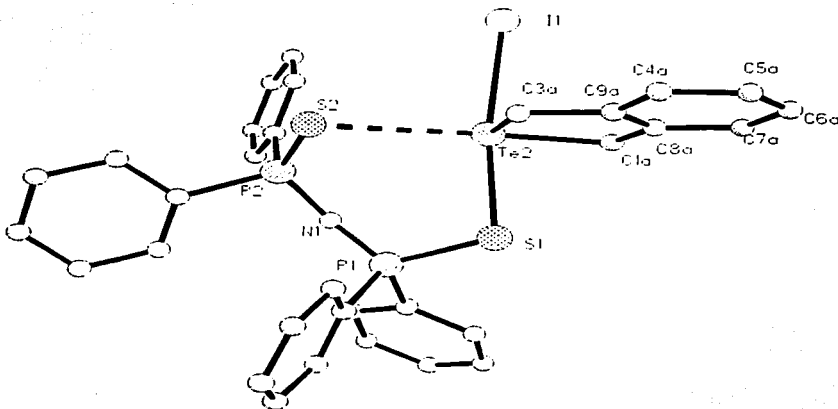
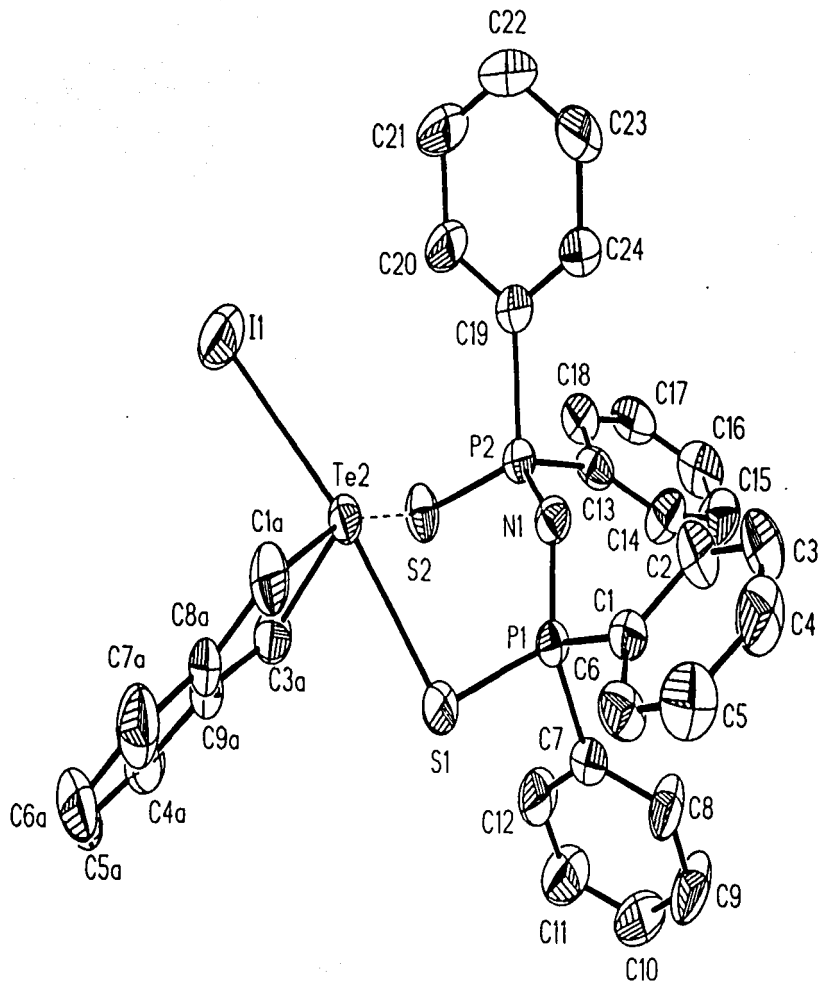
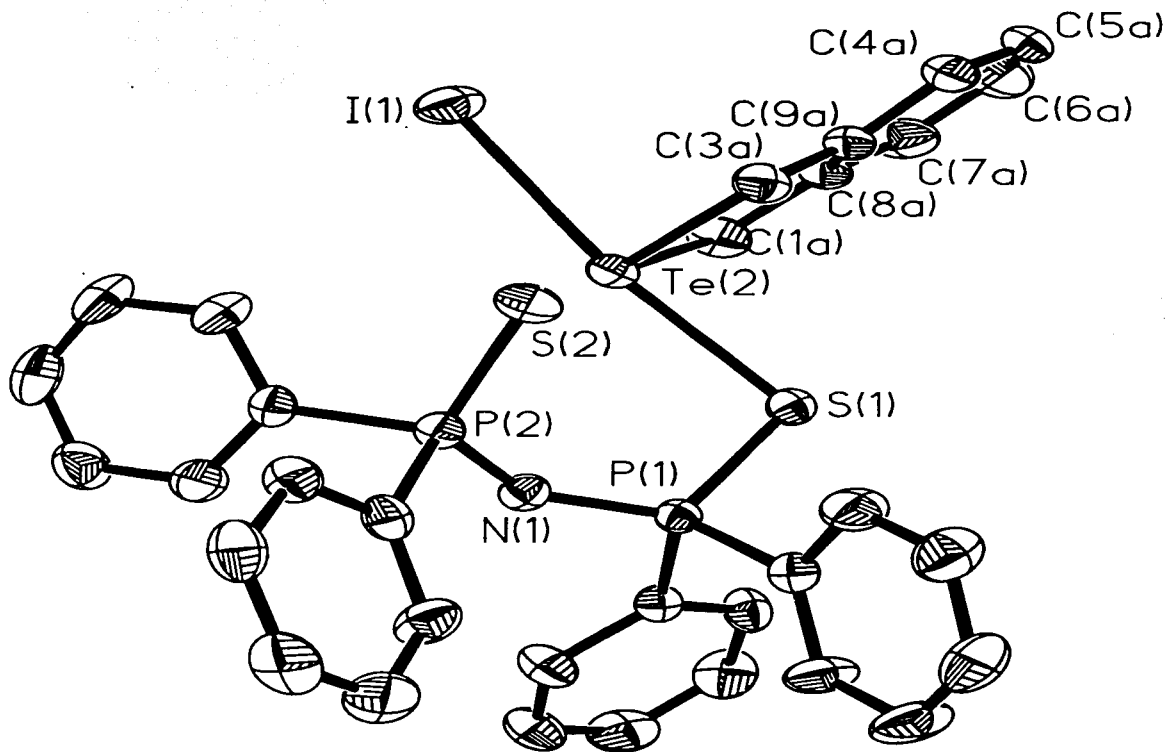


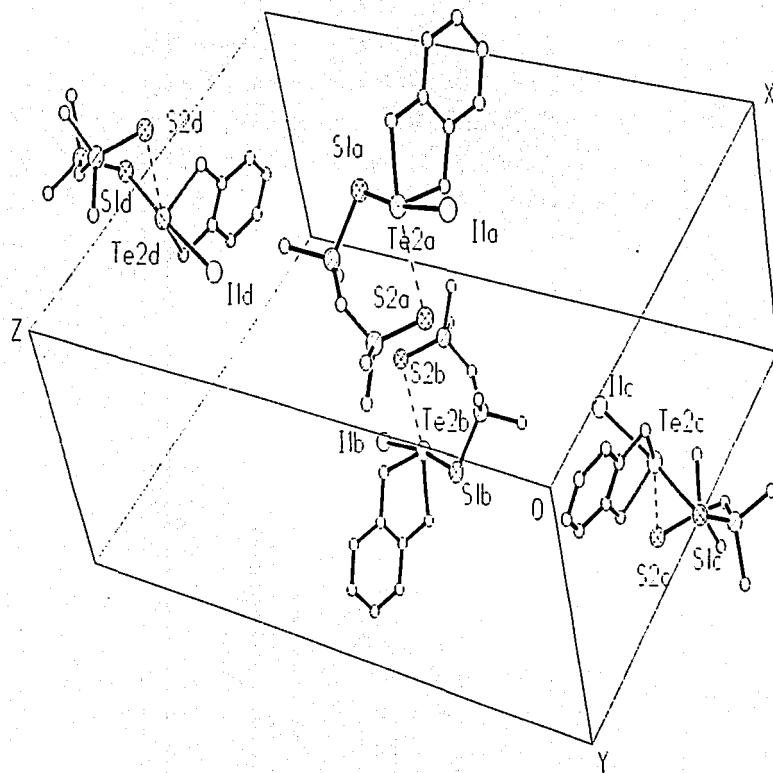
Fig. No 28 Compuesto de dihidrobenzotelurofeno con el ligante imidoditiofosfazénico.

Estructura de Rayos-X del compuesto $[\text{TeC}_8\text{H}_8(\text{SPPH}_2)_2\text{N}]$ (Cristales Amarillos)



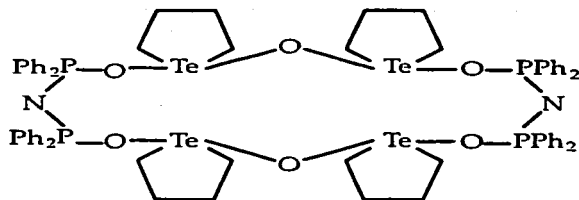
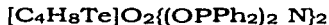


Estructura molecular del compuesto diyodobenzotelurofeno con el ligante imidodifenilfosfazénico



Estructura No. 9 Celda unitaria del compuesto de azufre y benzotielurofeno(cristales amarillos)

3.3.4 COMPUESTO 4



Ya que el compuesto antes de cristalizar es amarillo y los cristales morados, se hicieron resonancias para ambas formas alotrópicas, ya que se pensaba que tal vez eran compuestos diferentes, pero los espectros de R.M.N y las masa son tan similares y el punto de fusión (137°C) de ambos compuestos es el mismo, por lo que no hay duda de que se trata del mismo compuesto, además de que la formación del megaciclo inorgánico se puede explicar por la reacción de la figura 29. Ya que la formación de la sal del ligante de oxígeno es menos cuantitativa que para los otros ligantes, se encuentran en el seno de reacción tanto etóxido de sodio, que es una base fuerte y aire. En condiciones básicas y en condiciones aeróbicas, se da origen a la formación *insitu* del intermediario oxitelurofenodihalogenado, posteriormente ya formado el intermediario y con los ligantes disponibles se da paso a la doble sustitución de los grupos halogenados, dando paso a la formación de un anillo totalmente inorgánico de 16 miembros.

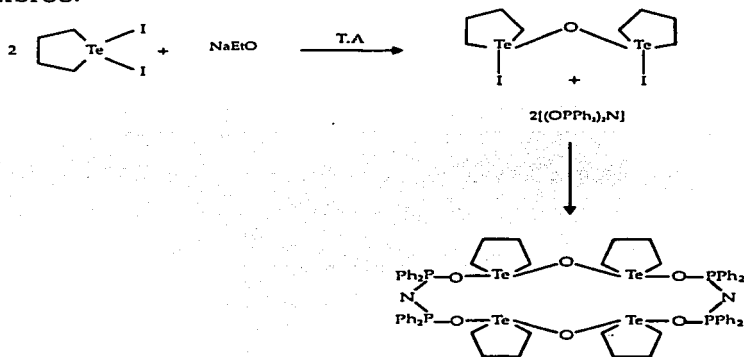


Fig. No. 29 Reacción de formación del megaciclo inorgánico, teniendo como intermediario la formación de un compuesto oxitelurofenodihalogenado.

La explicación al cambio tan drástico de color son las interacciones del telurio, con el yodo, ya que cuando estas son medianamente fuertes como en un enlace sencillo los orbitales *d* tienen una densidad electrónica mayor y por tanto absorben longitudes de onda violetas reflejando el amarillo, pero cuando las interacciones son muy débiles como es este compuesto (3.532(2)Å) la energía que se absorbe es menor, dando así origen al color morado de los cristales. Además que la longitud de onda absorbida por el compuesto I₃ genera color violeta, ambas características producen los cristales violetas obtenidos.

ANÁLISIS DE R.M.N.

Los datos para la resonancia de protón y carbono 13 se sintetizan en una tabla. Los átomos de la tabla están representados en la figura No 30. Los resultados de RMN de ³¹P y ¹²⁵Te, se presentan en cortos párrafos para una explicación un poco más amplia.

ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)	ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)
¹ H	a=2.97	¹³ C	a=31.27
	b=2.21		b=29.79
	c=7.75		c=131.46
	d=7.29		d=130.33
	e=7.25		e=128.11

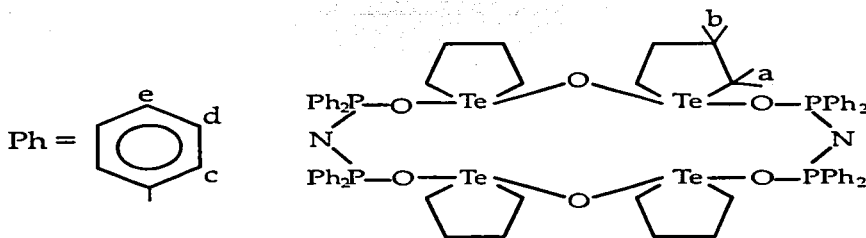


Fig. No. 30. Asignación de átomos para el compuesto 5

31p

Solo tenemos una señal en $\delta=15.3624$ ppm. que es la señal de los dos fósforos del anillo, que son equivalentes.

^{125}Te

Tenemos una señal en $\delta=777.20$ ppm, que son los cuatro telurios equivalentes de la molécula en comparación con la señal de la materia prima ($\delta=782$ ppm), esta se encuentra a bajo campo por la interacción con los fósforos.

Descripción de la estructura de rayos-X

Este compuesto de telurio IV cristaliza como prisma ortorrómbico color morado, los oxígenos adyacentes al telurio y el mismo forman una geometría angular, pero si contamos las débiles interacciones intermoleculares que tiene con el yodo, la geometría cambia a un octaedro. El gran anillo inorgánico (16 miembros) está estabilizado por interacciones de un yodo con los cuatro telurios respectivos de los anillos orgánicos, que se encuentra en el centro de la molécula (ver celda unitaria), pero esta interacción es débil, por lo que le confiere al megaciclo gran flexibilidad y se encuentra en el espacio moviéndose sobre el plano, además de que los ligantes también pueden adoptar diferentes arreglos espaciales.

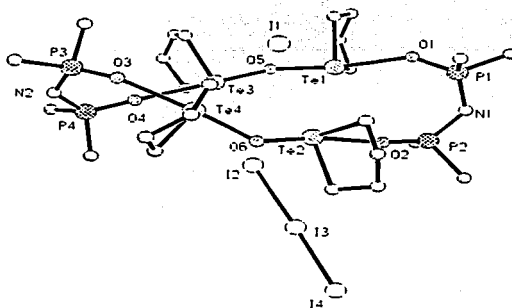
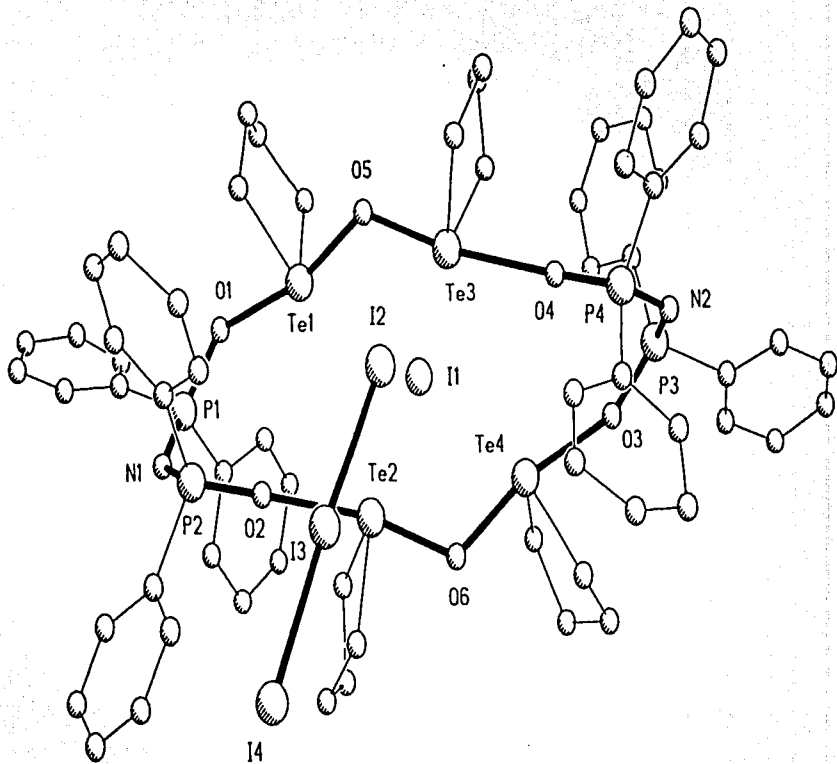


Fig. No. 31. Anillo inorgánico de 16 miembros.

Estructura de Rayos-X del compuesto $[\text{Te}_4\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2\{(\text{OPh})_2\text{N}\}_2]$ (Cristales Morados)



Los oxígenos adyacentes a los telurios se encuentran en posición axial con los siguientes ángulos: $O(5)-Te(1)-O(1)=166.5(7)^\circ$, $O(6)-Te(2)-O(2)=170.1(8)^\circ$, $O(5)-Te(3)-O(4)=170.7(8)^\circ$ y $O(6)-Te(4)-O(3)=1638.3(7)^\circ$. Estos ángulos son cercanos al recto, se puede pensar que la deformación puede ser producto de la actividad del par libre de los telurios, las distancias de enlace son las siguientes: $Te(1)-O(5)=1.997\text{Å}$, $Te(2)-O(6)=1.979(14)\text{Å}$, $Te(3)-O(5)=1.965(18)\text{Å}$, $Te(4)-O(6)=2.011(18)\text{Å}$, $Te(1)-O(1)=2.273\text{Å}$, $Te(2)-O(2)=2.423(18)\text{Å}$, $Te(3)-O(4)=2.453(17)\text{Å}$ y $Te(4)-O(3)=2.332(19)\text{Å}$. Observamos que las interacciones entre los átomos centrales de oxígeno 5 y 6 y los átomos de telurio son levemente menores a las interacciones con los oxígenos 1, 2, 3 y 4, esto puede explicarse, ya que estos oxígenos tienen parcialmente deslocalizada su carga con el esqueleto P-N-P del ligante.

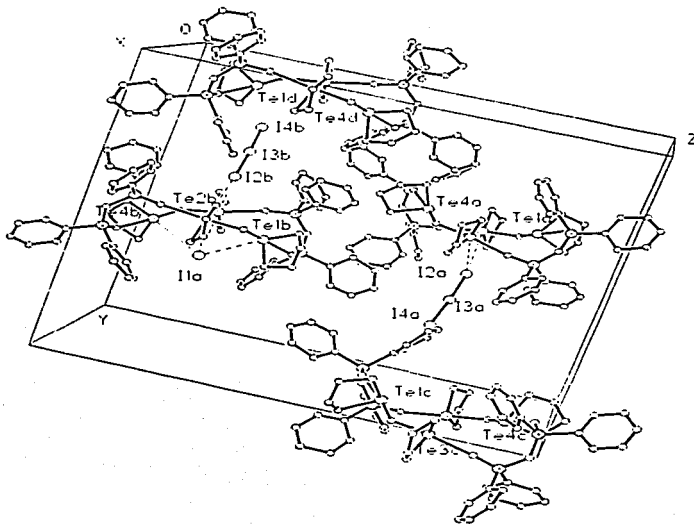
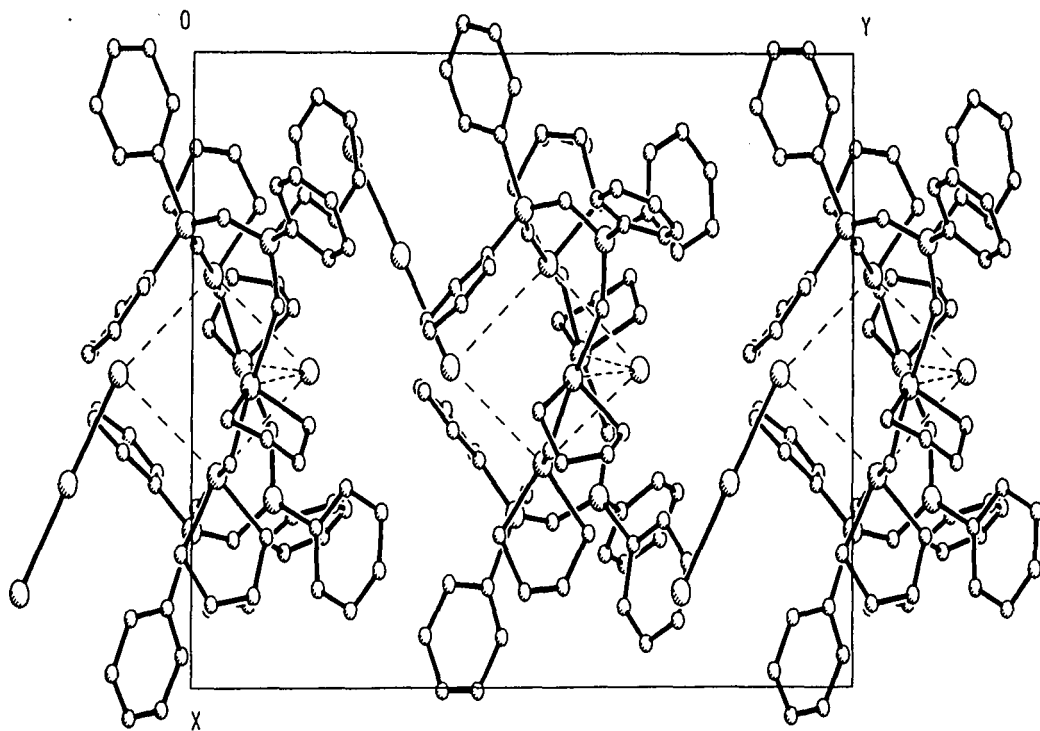
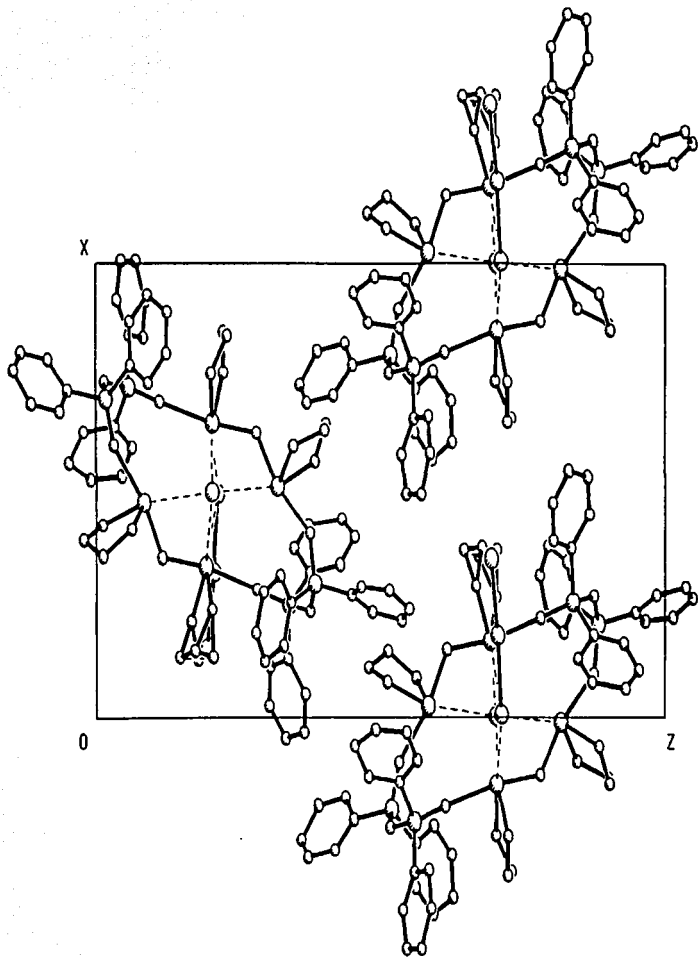


Fig. No. 32. Celda unitaria del anillo inorgánico de 16 miembros.

Red Cristalina en las coordenadas X,Y del compuesto $[\text{Te}_4\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2\{(\text{OPPh}_2)_2\text{N}\}_2]$ (Cristales Morados)



Red Cristalina en las coordenadas X,Z del compuesto $[\text{Te}_4\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2\{(\text{OPPh}_2)_2\text{N}\}_2]$ (Cristales Morados)



Para cada uno de los telurios en su plano ecuatorial, tenemos los anillos orgánicos de cinco miembros, que forman ángulos menores a los esperados, $C(4)-Te(1)-C(1)=84.8(12)^\circ$, $C(5)-Te(2)-C(8)=84.7(13)^\circ$, $C(16)-Te(4)-C(13)=86.1(11)^\circ$, $C(9)-Te(3)-C(12)=84.9(12)^\circ$ esta deformación se debe al par electrónico libre de cada telurio. Las distancias Te-C (promedio es de 2.1425\AA) son característicos del enlace covalente. El ángulo para $P(1)-N(2)-P(2)$ es de $131.4(17)^\circ$ y para $P(3)-N(2)-P(4)$ es de $129.2(13)^\circ$, que son normales para compuestos bidentados (ver las celdas unitarias desde varios ángulos y las diferentes figuras del compuesto).

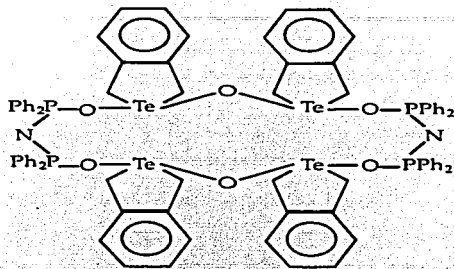
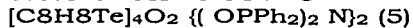
En las **tablas No 16 y 17**. Se presentan las distancias de enlace y los ángulos seleccionados para tener más información del comportamiento en estado sólidos de la molécula $[C_{16}H_{32}O_2 Te_4\{(OPPh)_2 N\}_2]$

ÁTOMOS ENLAZADOS	DISTANCIA	ÁTOMOS ENLAZADOS	DISTANCIA
I(1)-----Te(4)	3.532(2)	P(4)-O(4)	1.479(18)
Te(1)-O(5)	1.997(19)	I(1)-----Te(1)	3.558(2)
Te(2)-O(6)	1.979(14)	Te(1)-O(1)	2.273(17)
Te(3)-O(5)	1.965(18)	Te(2)-O(2)	2.423(18)
Te(4)-O(6)	2.011(18)	Te(3)-O(4)	2.453(17)
P(1)-O(1)	1.551(19)	Te(4)-O(3)	2.332(19)
P(2)-O(2)	1.528(19)	P(1)-N(1)	1.56(2)
P(3)-O(3)	1.51(2)	P(2)-N(1)	1.61(2)
P(4)-N(2)	1.61(2)	P(3)-N(2)	1.57(2)

ÁTOMOS ENLAZADOS ÁNGULOS ÁTOMOS ENLAZADOS ÁNGULOS

Te(1)-I(1)-Te(3)	58.73(4)	Te(3)-I(1)-Te(2)	73.54(5)
Te(1)-I(1)-Te(2)	68.33(5)	I(4)-I(3)-I(2)	177.53(169)
C(4)-Te(1)-C(1)	84.08(12)	O(5)-Te(1)-O(1)	166.5(7)
C(5)-Te(2)-C(8)	84.7(13)	O(6)-Te(2)-O(2)	170.1(8)
O(5)-Te(3)-O(4)	170.7(8)	C(9)Te(3)-C(12)	84.9(12)
C(16)-Te(4)-C(13)	86.1(11)	O(6)-Te(4)-O(3)	168.3(7)
O(1)-P(1)-N(1)	120.5(13)	O(1)-P(1)-C(17)	109.7(12)
N(1)-P(1)-C(17)	105.9(12)	O(1)-P(1)-C(23)	106.4(13)
N(1)-P(1)-C(230)	109.6(14)	C(17)-P(1)-C(23)	103.4(12)
O(2)-P(2)-N(1)	120.4(12)	O(2)-P(2)-C(35)	110.7(13)
N(1)-P(2)-C(35)	1027.3(13)	O(2)-P(2)-C(29)	107.2(13)
N(1)-P(2)-C(29)	104.2(14)	C(35)-P(2)-C(29)	105.9(11)
O(3)-P(3)-N(2)	120.5(12)	O(3)-P(3)-C(41)	106.9(13)
O(4)-P(4)-N(2)	117.2(11)	O(4)-P(4)-C(53)	105.9(15)
P(1)-O(1)-Te(1)	139.1(10)	O(4)-P(4)-C(59)	112.2(13)
P(3)-O(3)-Te(4)	140.7(13)	P(2)-O(2)-Te(2)	169.8(14)
Te(3)-O(5)-Te(1)	127.9(10)	P(4)-O(4)-Te(3)	176.9(13)
P(1)-N(1)-P(2)	1310.4(17)	Te(2)-O(6)-Te(4)	124.9(9)
Te(4)-I(1)-Te(2)	58.28(4)	P(3)-N(2)-P(4)	129.2(13)

3.3.5 COMPUESTO 5



La información y los espectros presentados nos dan la información necesaria para proponer que el compuesto obtenido es análogo al compuesto 3, ya que se sigue la misma reacción de formación del compuesto oxibenzotelurofenodihalogenado. La diferencia entre ambos compuestos es la adición de un anillo bencénico en la estructura del telurofeno. De este compuesto se obtuvieron cristales morados al igual que en el anterior, pero su difracción con rayos-X no fue posible ya que, los cristales no tenían las condiciones óptimas para su análisis.

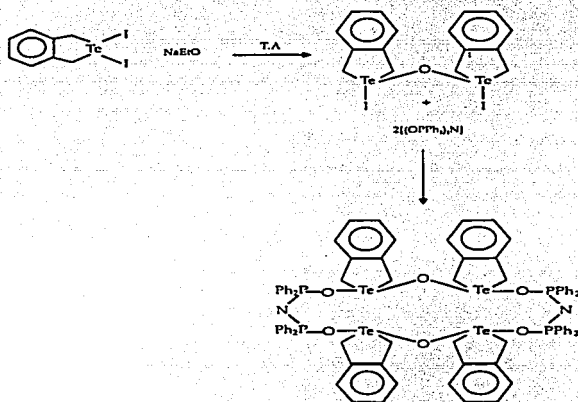


Fig. No. 33. Diagrama de reacciones para la obtención del compuesto 5

ANÁLISIS DE R.M.N.

Los datos para la resonancia de protón y carbono 13 se sintetizan en la siguiente tabla. Los átomos de la tabla están representados en la figura No 34. Los resultados de RMN de ^{31}P y ^{125}Te , se presentan en cortos párrafos para una explicación un poco más amplia.

ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)	ELEMENTO ANÁLIZADO	TIPO DE ÁTOMO (Desplazamiento Químico (δ) en ppm)
^1H	a=4.72	^{13}C	a=40.05
	b=7.14		b=128.25
	c=7.11		c=127.52
	d=7.92		d=131.37
	e=7.80		e=130.30
	f=7.35		f=128.50

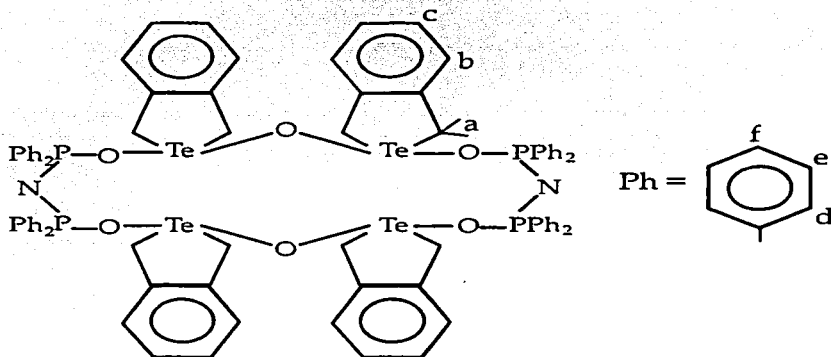


Fig. No. 34. Asignación de átomos para resonancia de protón y ^{13}C .

^{31}P

Solo tenemos una señal en $\delta=13.43$ ppm. que es la señal de los dos fósforos del anillo, que son equivalentes.

^{125}Te

Tenemos una señal en $\delta=831.9$ ppm, que son los cuatro telurios equivalentes de la molécula.

CAPÍTULO IV

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

4.1 DISCUSIÓN GENERAL

- ❖ La síntesis de los complejos de telurio con los ligantes imidodifosfazénicos, se lleva a cabo bajo condiciones de reacción moderada (solo la preparación del ligante se hace bajo atmósfera de gas inerte), lo que resulta en un gran estímulo para la continuidad de los estudios de este tipo de complejos. Por otro lado, los resultados obtenidos, es decir la variedad de comportamiento estructural observado alrededor del átomo de Te (IV) demuestra la capacidad coordinante del centro metálico y su habilidad para formar heterociclos inorgánicos.
- ❖ Se obtuvo el primer compuesto en el cual el ligante imidodiselenofosfazénico es **monodentado**. Es probable que se establezca su estructura por posibles interacciones puente de hidrógeno intermoleculares entre los anillos fenílicos. Debemos mencionar que el compuesto análogo con el dihidrobenzotelurofeno no se pudo obtener debido a que el proceso más rápido de oxidación reducción (Redox) provoca que se establezca el complejo de Te(II), $\text{Te}((\text{SePPh}_2)_2\text{N}_2)$.
- ❖ Se obtuvo un anillo inorgánico de 16 miembros, el cual contiene cuatro átomos de telurio, los análogos orgánicos podrían ser los éteres corona, al igual que estos, el anillo inorgánico puede emplearse en los estudios de la química supramolecular, introduciendo átomos dentro del anillo. De acuerdo con los estudios espectroscópicos sugerimos que

con el dihidrobenzotelurofeno, se forma un anillo inorgánico de 16 miembros similar al anterior. Por otro lado podemos explicar la formación de tales compuestos basándose en la reacción de formación del compuesto oxitelurofénico que ocurre en condiciones aeróbicas y en medio básico; con adición originada por la presencia de KOEt de la reacción de formación de la sal (reacción no cuantitativa).

- ❖ Se observa que los pares electrónicos libres del telurio son estereoquímicamente activos en la geometría de los sistemas $R\text{TeY}_n((\text{XPPH}_2)_2\text{N})_m$, donde:



Y= I con $n=0$ ó 1

X= O,S,Se con $m=n-2$

- ❖ Las grandes diferencias estructurales observadas en la serie de compuestos $R\text{TeY}_n((\text{XPPH}_2)_2\text{N})_m$ y las magnitudes de los ángulos P-N-P, M-X-P y X-P-N, observadas en las estructuras de los ligantes libres y las sales alcalinas de estos, demuestran la flexibilidad del esqueleto de los ligantes dando lugar a la formación de anillos totalmente inorgánicos no planos, deslocalizados y uniones intramoleculares Te-X, a la vez que se demuestra la gran habilidad de los ligantes para acoplarse a los requerimientos estructurales y químicos del átomo metálico Te(IV).
- ❖ Los espectros de R.M.N. de ^{125}Te muestran que los desplazamientos químicos se van a bajo campo, es decir los desplazamientos son mayores cuando el átomo donador según el orden Se, S y O del ligante imidodifosfazénico crece en tamaño $\text{O}<\text{S}<\text{Se}$ (ver tabla.No 18).

Tabla .No 18 Relación de desplazamientos químicos de telurio¹²⁵.

COMPUESTO	ÁTOMO DONADOR	DESPLAZAMIENTO QÍMICO DE ¹²⁵ Te (ppm)
1	Se	1177
1a	Se	880.9
2	S	782
3	S	831.9
4	O	777.20
5	O	760.85

4.2 CONCLUSIÓN GENERAL

Se logró la síntesis y caracterización de compuestos organotéluricos del tipo $R\text{TeY}_n\{(X\text{PPh}_2)_2\text{N}\}_m$. A través de los estudios de difracción de rayos-X de monocristal pudimos comprobar que el par libre de telurio (IV) tiene considerable influencia en la geometría alrededor del centro metálico y que los ligantes empleados tienen diferentes modos de interacción con el telurio (monodentada en 1, bidentada en 2 y 3 y puente en 4 y 5). Finalmente pudimos establecer que los desplazamientos de RMN de ¹²⁵Te dependen del átomo donador, según se ha explicado en el punto anterior.

BIBLIOGRAFÍA

1. WANG, F. T.; *Synth. T. Inorg. Met. Org. Chem.*; Vol. 8(2); 1978; pag. 119.
2. ROSSI, R; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*; 1994; pag. 339.
3. CEA-OLIVARES, R.; *Eur. J. Inorg. Chem.*; 1998; pag. 1573.
4. BHATTACHARYYA, P.; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*; 1998; pag. 2467
5. BHATTACHARYYA, P.; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*; 1995; pag. 3189.
6. SLAWIN, A.; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*; 1996; pag. 3659.
7. NAVRÁTIL, O.; *Collect. Czech. Chem. Commu.*, Vol. 55; 1990; pag. 364.
8. GEISSINGER, M; *Z Inorg. Allg. Chem.*; Vol 623; 1997; pag. 755.
9. NOVOSAD, J.; *Heteroatom Chemistry*; Vol. 9; 1998; pag. 695.
10. DRAKE, J. E.; *Inorg. Chem. Acta*; Vol. 271; 1998; pag. 75.
11. CEA-OLIVARES, R; *Z. Naturforsch.*; 42(b); 1987; pag. 1507.
12. LY, T. Q.; *Coordination Chemistry Reviews*; Vol. 176; 1998; pag. 451.
13. GARCÍA-MONTALVO, V.; *Inorg. Chem.*; Vol. 35; 1996; pag. 3948
14. DAY R.O.; *Chem. Ber*; Vol 124; 1991; pag. 2443.
15. BHATTACHARYYA, P.; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*; 1995; pag. 1607
16. NOVOSAD, J.; *Heteroatom Chemistry*; Vol. 9; 1998; pag. 695.
17. BJORNEVAG, S.; *Acta Chem. Scand.*; Vol. 36; 1982; pag. 195.
18. CEA-OLIVARES, R.; *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*; 1996; pag. 519.
19. CEA-OLIVARES, R.; Resultados por publicar [Sn(o,o)].
20. a) CASAS *Polihedron*; Vol, 13; 1994; pag. 2573.
b) GARCÍA MONTALVO V.; *Polihedron*; Vol, 15; pag. 829.
c) GARCÍA MONTALVO V.; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*; 1997; pag. 1025
21. WILLIAMS D. J.; *Inorg. Chem.*; Vol. 21; 1982; pag. 2047.

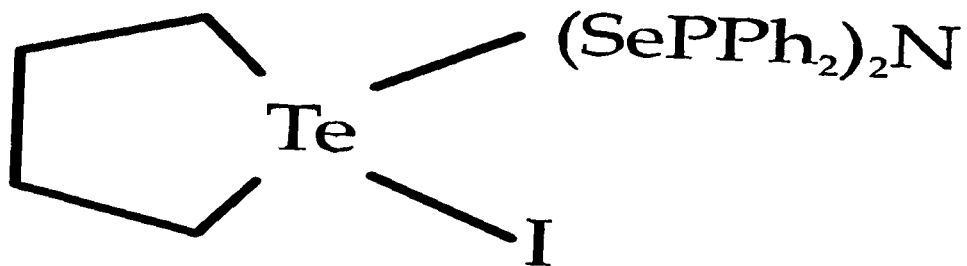
22. CEA-OLIVARES, R.; *Chem. Ber*; Vol 129; 1996; pag. 919.
23. WOHLER, F.; *Ann. Chem.* ; Vol. 35; 1840; pag. 111.
24. KRÄUTER; *Polihedron*; Vol, 17; 1998; pag. 391.
25. SLAWIN, A.; *J. Chem. Soc. Chem Commun.*; 1994; pag. 421.
26. LAGUNA, A; *Journal of Organometallic Chemistry*; Vol. 315; 1986; pag. 269.
27. RICHTER, H; *Z. Naturfosch*; Teil B; 1980; pag. 578.
28. YANG, J; *Polihedron*; Vol, 16; 1997; pag. 4061.
29. MORGAN, G.T.; *J. Chem. Soc.* ; 1931; pag. 180.
30. AL-RUBAIE, A. Z.; *Journal of Organometallic Chemistry*; Vol. 287; 1985; pag. 321.
31. a) KNOBLER, C.; *Journal of Organometallic Chemistry*; Vol. 178; 1979; pag. 423.
b) ZIOLO, R. F.; *Journal of Organometallic Chemistry*; Vol. 146; 1978; pag. 245.
32. The chemistry of Heterocyclic Compounds; Vol 53; Tellurium-Containing Heterocycles; M. R. Detty y M. B. O'Regan; Ed. John Wiley & Sons, INC; NY. 1994; Cap. 2; pag. 31-146.
33. HUHEEY, J.E; *Química Inorgánica*; Ed. Harla; México 1981; pag. 950.
34. GARCÍA MONTALVO VERÓNICA; Tesis Doctoral: *Influencia Estereoquímica del Par Electrónico libre sobre la Geometría Molecular del Sistema MX_6E y MX_4E Utilizando Derivados Fosfazénicos de Elementos Representativos*; Universidad Nacional Autónoma de México; Facultad de Química; México 1996.

APENDICE

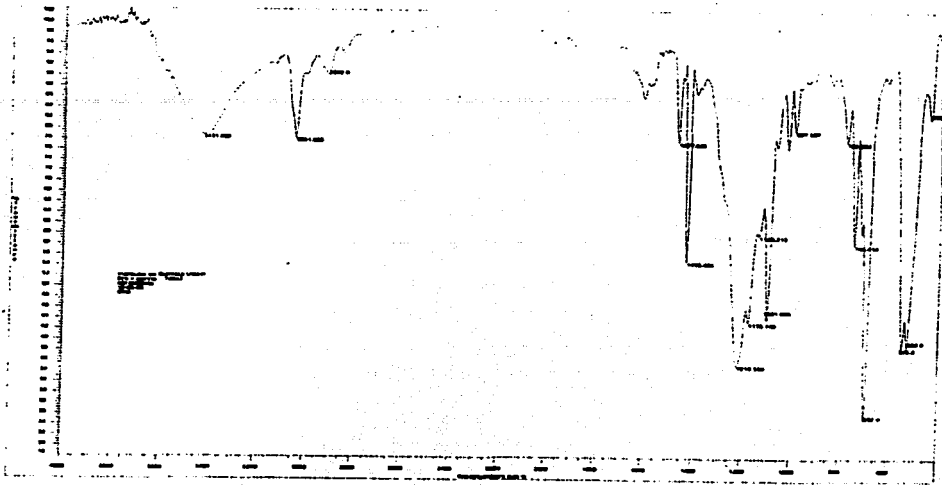
Resumen de los datos cristalográficos de los compuestos [Te₄C₄H₈{Se(PPh₂)₂ N}] (1), [Te₄C₄H₈{S(PPh₂)₂ N}] (2), [Te₄C₁₆H₃₂O₂{O(PPh₂)₂ N}] (3), [TeIC₈H₈{S(PPh₂)₂ H}] (4)

	1	2	3	4
Fórmula	TeC ₂₈ H ₂₈ ISe ₂ P ₂ N	TeC ₅₂ H ₄₈ S ₂ P ₄ N ₂	Te ₄ C ₆₄ H ₇₂ O ₆ P ₄ N ₂ l ₄	TeC ₃₂ H ₂₈ IS ₂ P ₂ N
Color	Amarillo	Amarillo Claro	Morado	Amarillo
Masa (g/mol)	852.87	1080.64	2107.12	807.1
Tamaño/ cristal (mm)	0.64 x 0.40 x 0.24	0.28 x 0.22 x 0.08	0.40 x 0.24 x 0.24	0.38 x 0.10 x 0.06
Grupo espacial	P2 ₁ /c	P2 ₁ /c	P2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	P2 ₁ /c
Sistema cristalino	Mooclinico	Monoclinico	Ortorrombico	Monoclinico
a [Å]	14.450 (3)	14.980(3)	14.026(2)	16.331(2)
b [Å]	10.126(1)	10.748(3)	20.7942(4)	8.493(2)
c [Å]	20.615(3)	32.311(7)	25.114(2)	23.312(4)
α [°]	90	90	90	90
β [°]	94.74(1)	91.08	90	91.45
γ [°]	90	90	90	90
Z	4	4	4	4
V [Å ³]	300.1(8)	5170(2)	7376.8(19)	3232.4(10)

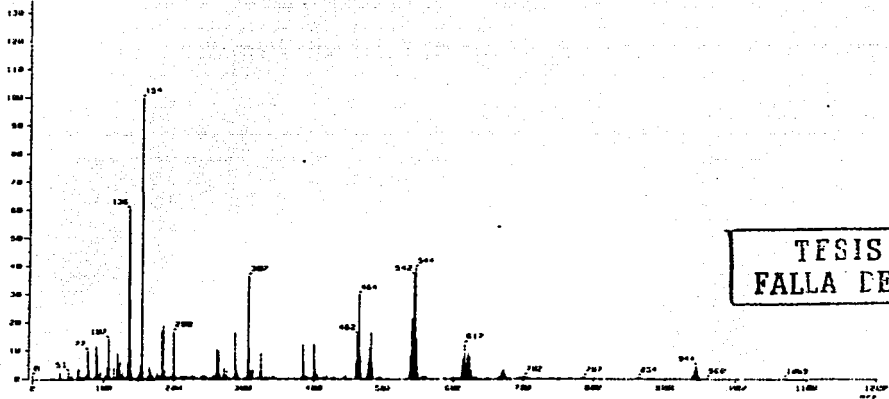
TESIS CON
 FALTA DE ORIGEN



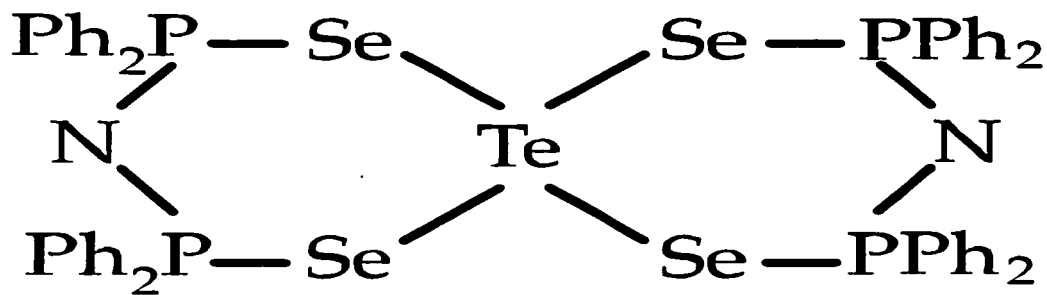
TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



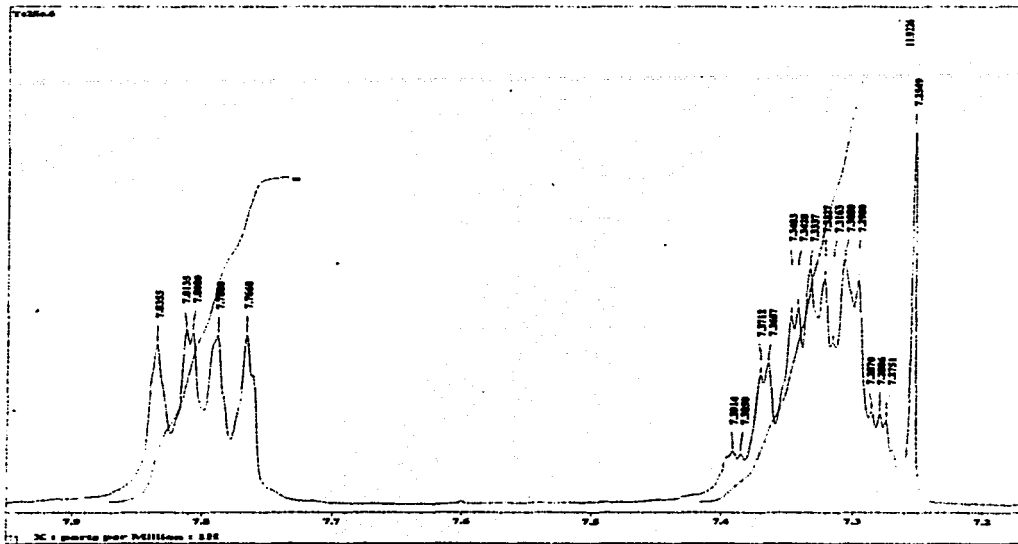
1 Mass Spectrum 1
 Date : 13-Jul-88 12:31
 Sample: 20-75-1
 Type : Normal
 Inlet : Direct
 ScanRate Type : Normal Ion (m/z) Range : 70-700
 Scan : 1.01 min Scan# : 10.71 Time : 151.8 sec.F
 MS : 100% 100.0000 Int. : 381.61
 Output File Range : 0.0000 to 120.0000 Cut Level : 0.000
 5525431



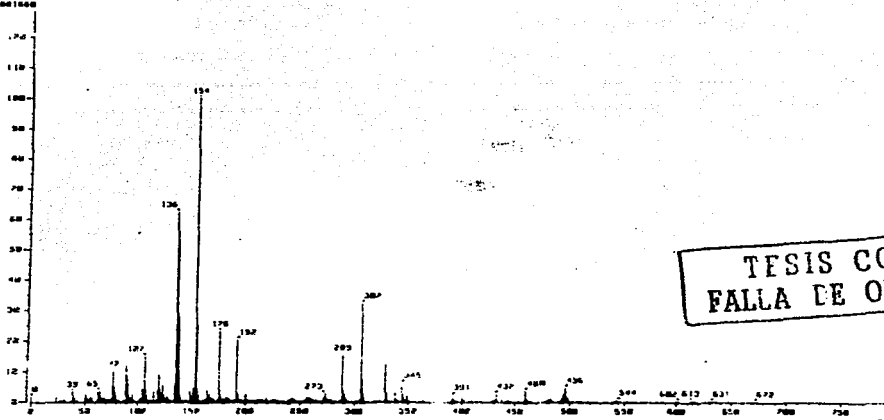
TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN



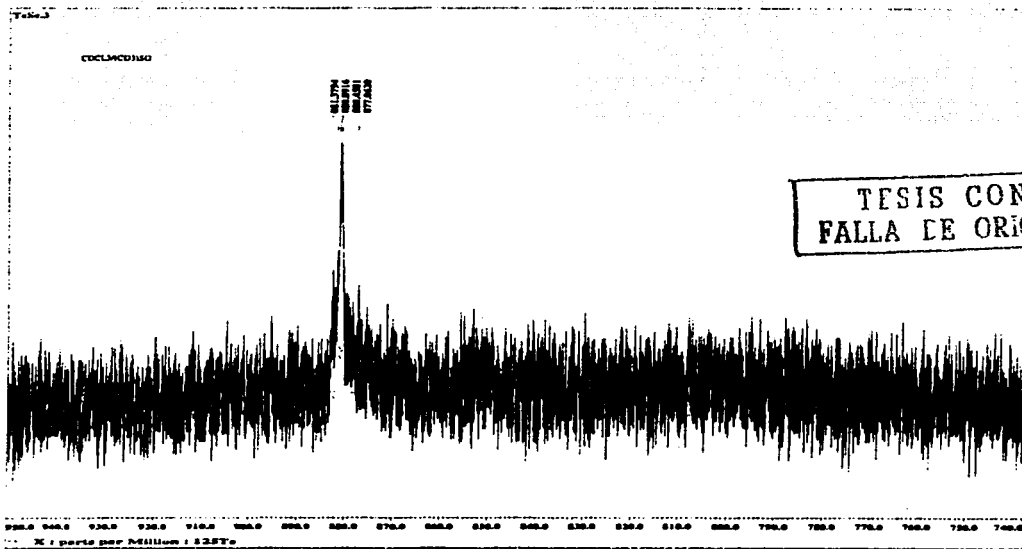
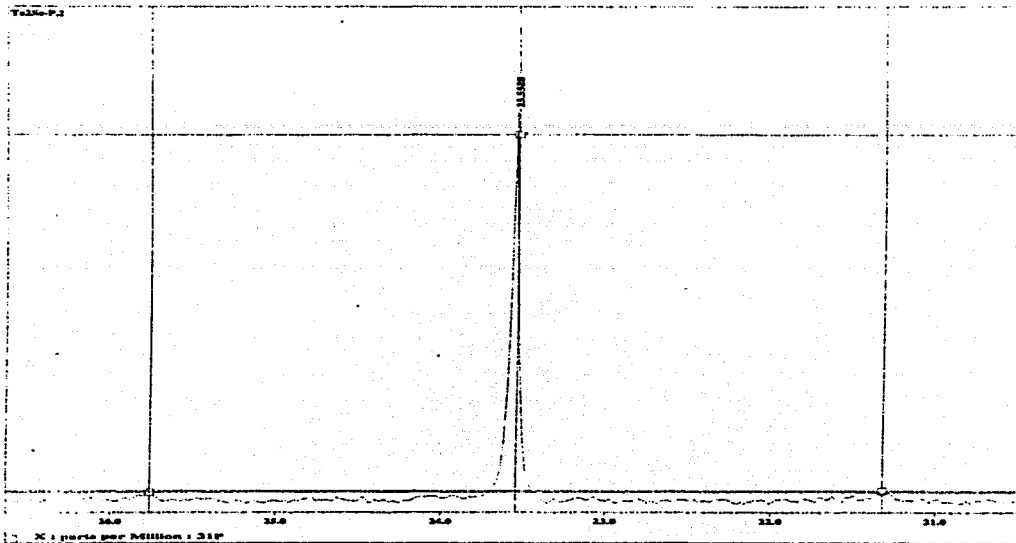
TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Name: Spectrum
 Date: 11-Nov-94 16:09
 Sample: T200P
 Method: MS-MS
 Inlet: Direct
 Spectrum Type: Normal
 Ion Mode: FPD
 MS 1: 1.26 min
 Scale: 12.81
 Temp: 154.2 deg.F
 MS 2: 154.8800
 Int: 1.81E6
 Output File Range: 0.0000 to 99.9999
 Cut Level: 2.000

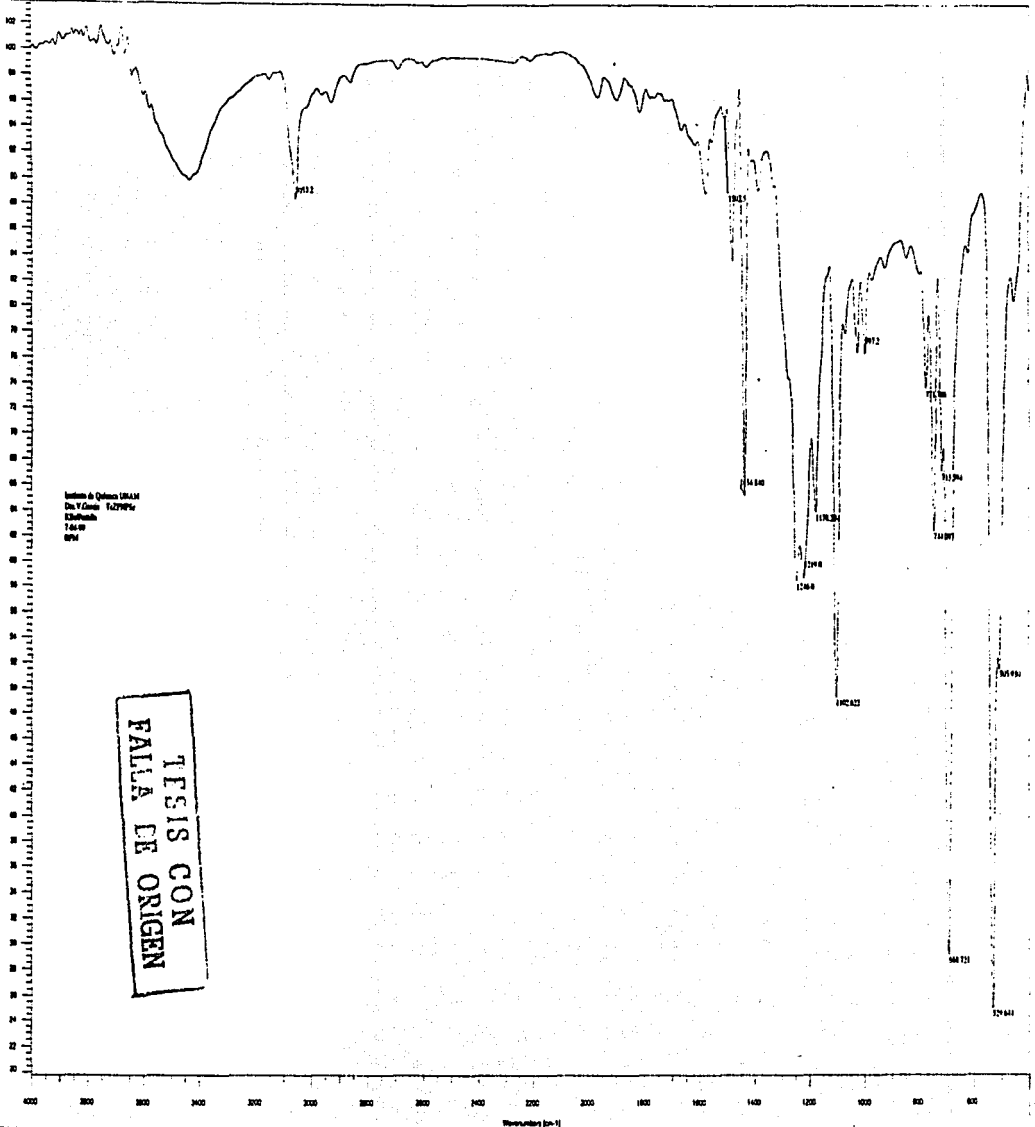


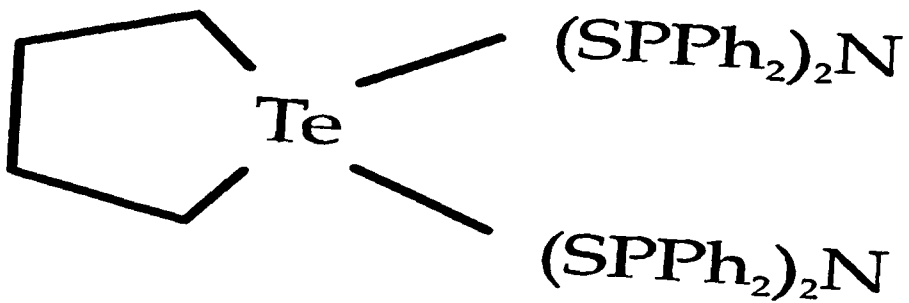
TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN



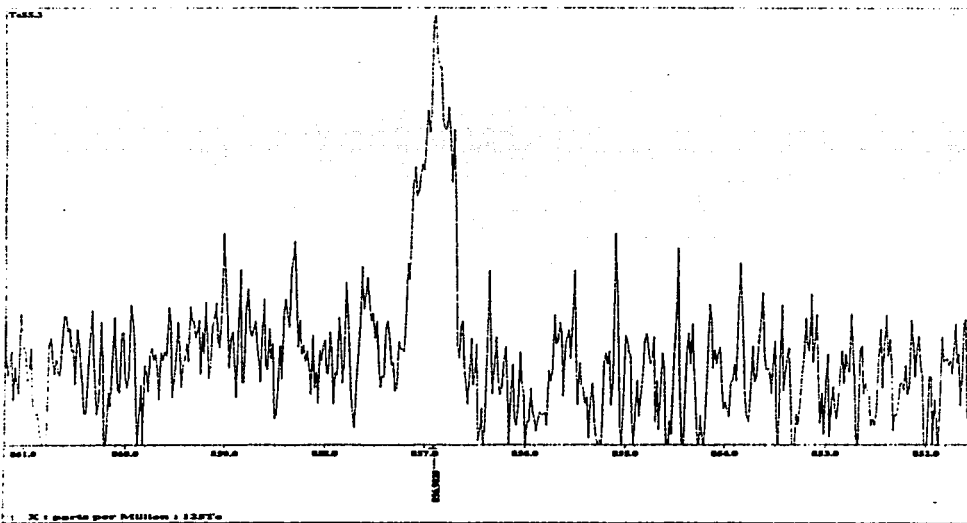
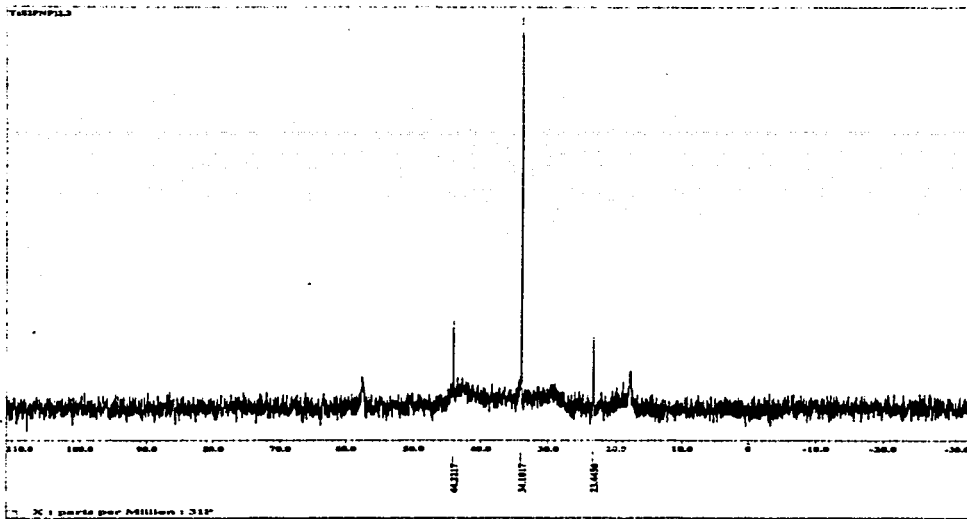
Instituto de Química (UNAM)
Dr. V. Casca: T427074
Eduardo
1 de 00
074

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

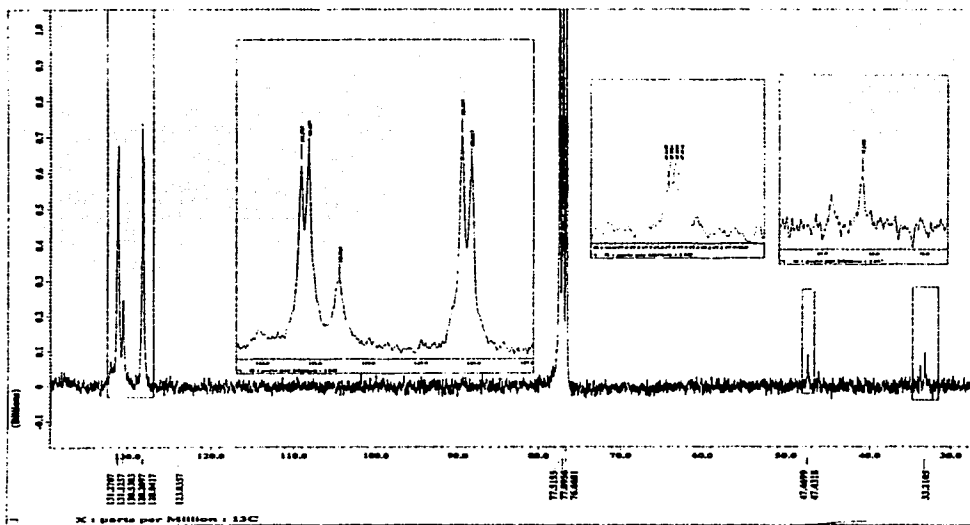
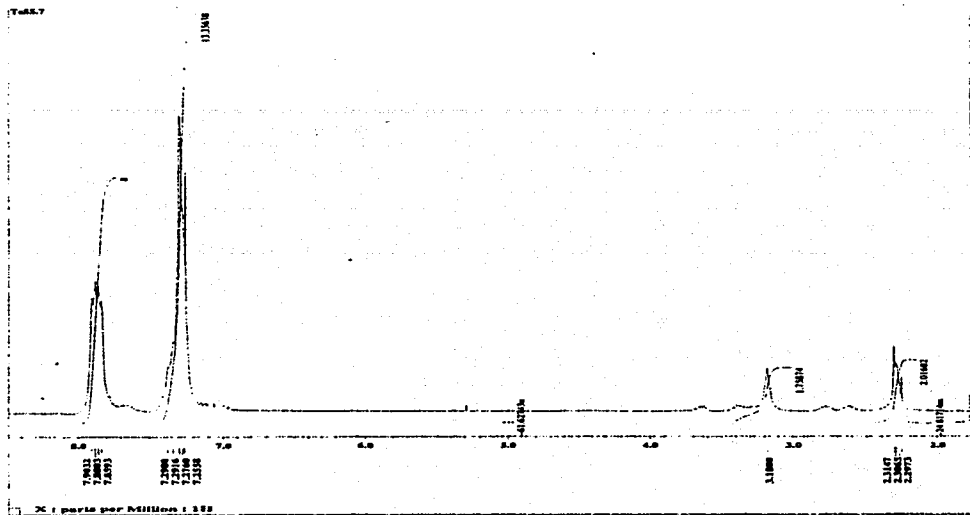




TESIS CON
FALLA LE ORIGEN

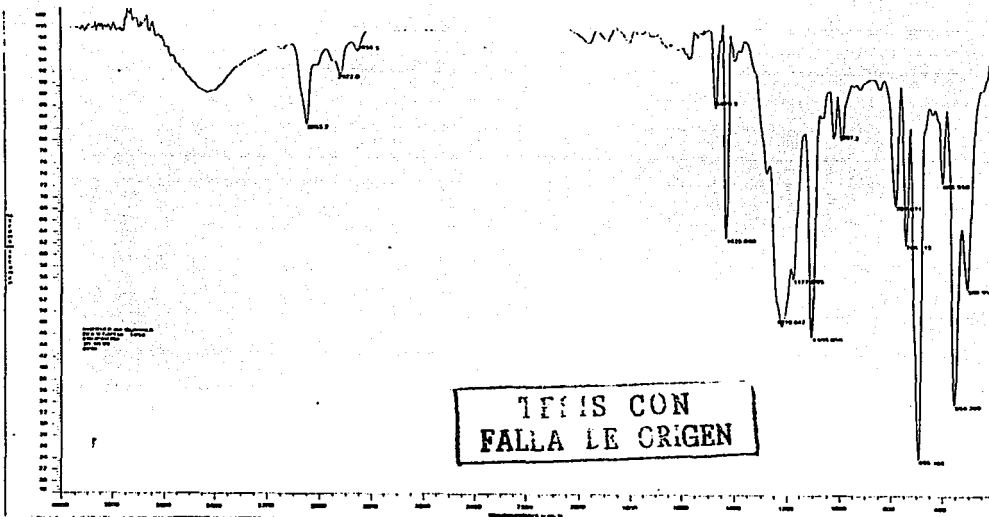
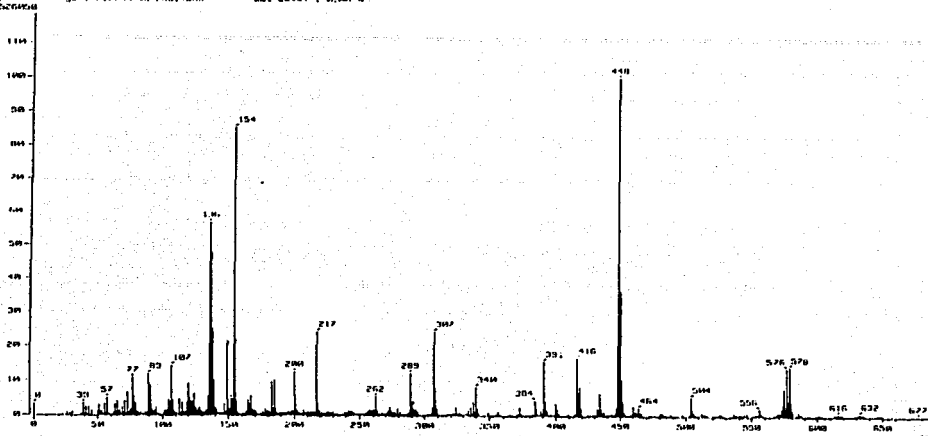


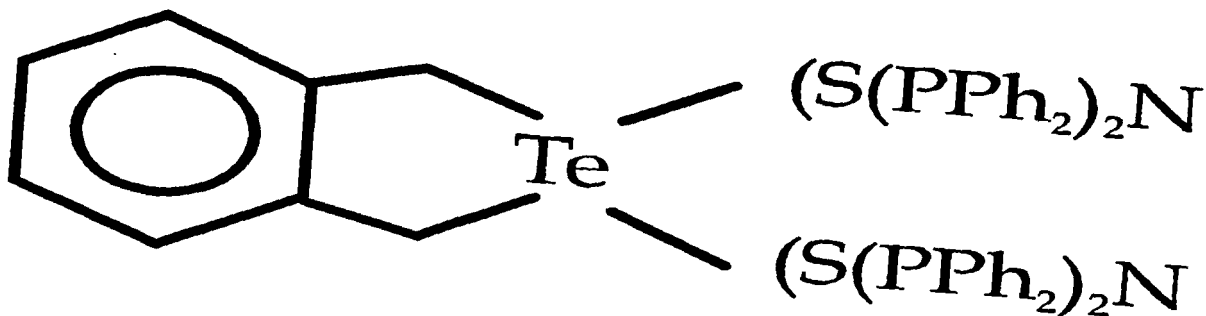
TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



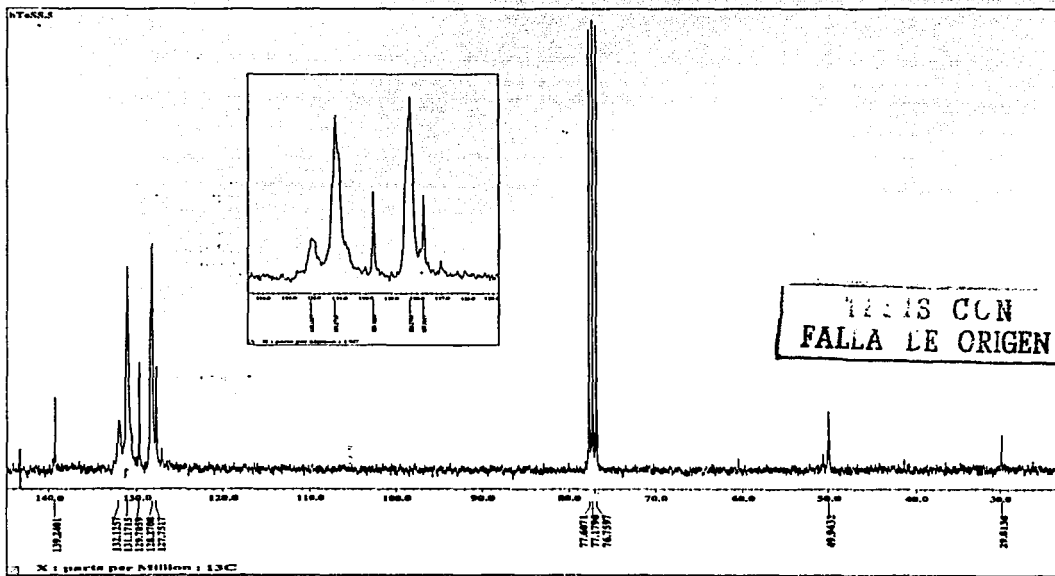
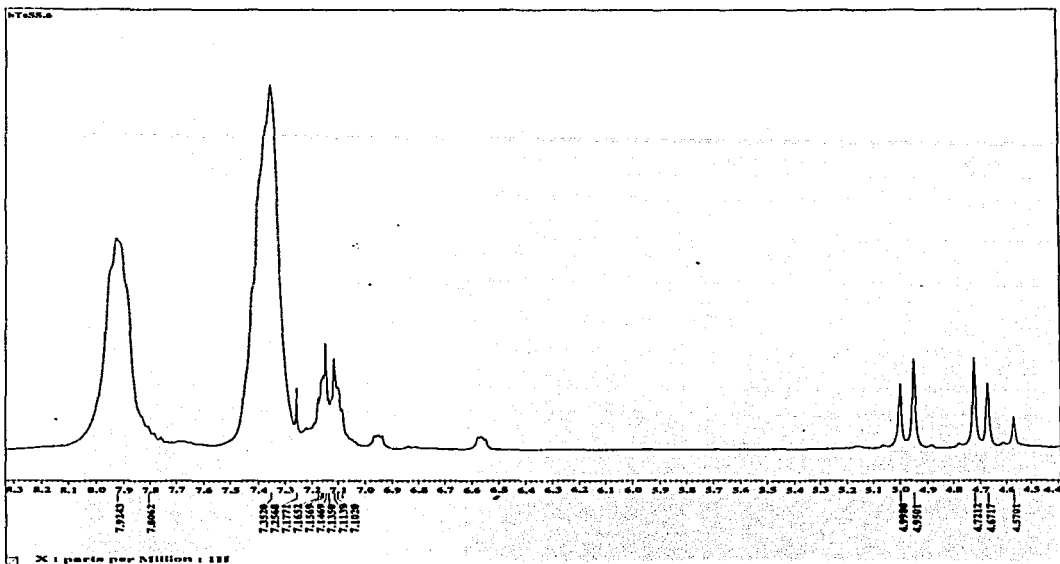
TESIS CON
FALSA FE ORIGIN

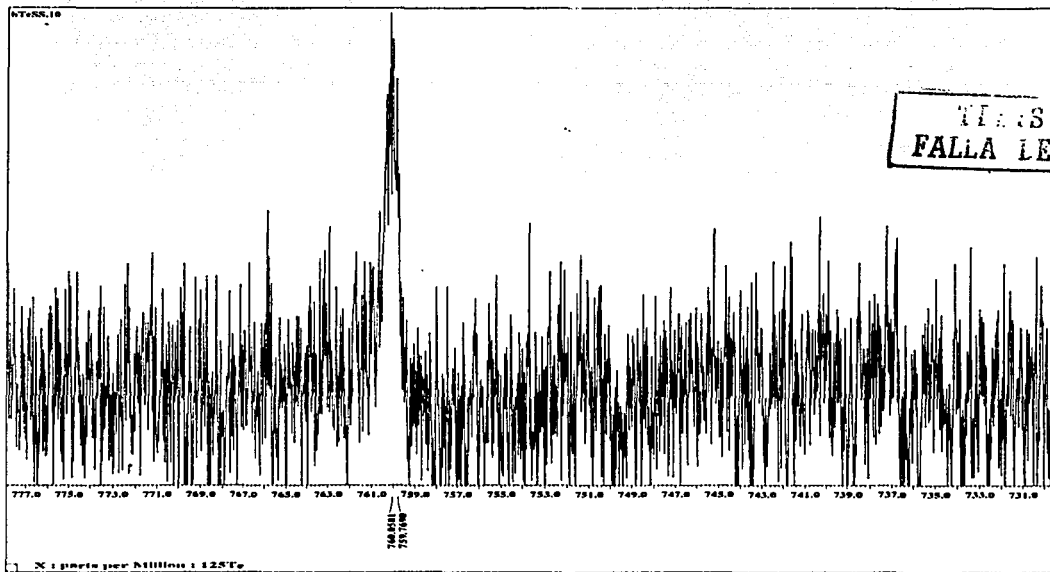
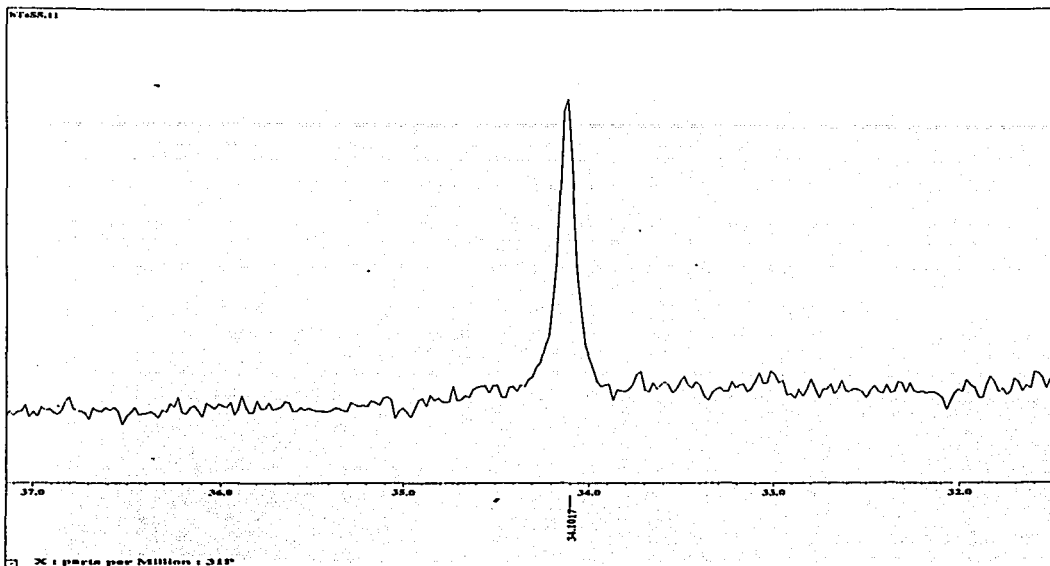
Mass Spectrum 1
 Date : 12-Oct-98 22:43
 Data : D:\CMA173
 Sample : 1452
 Name : Menta
 Inlet : Direct Ion Mode : FID+
 Scan Type : Normal Ion (FID-linear)
 Q1 : 0.00 mm Scan : 12.21 Temp : 150.0 deg.C
 SP : 448.10000 Int : 1.005.15
 Output : 448.10000 to 615.05000 Cut Level : 0.000 V

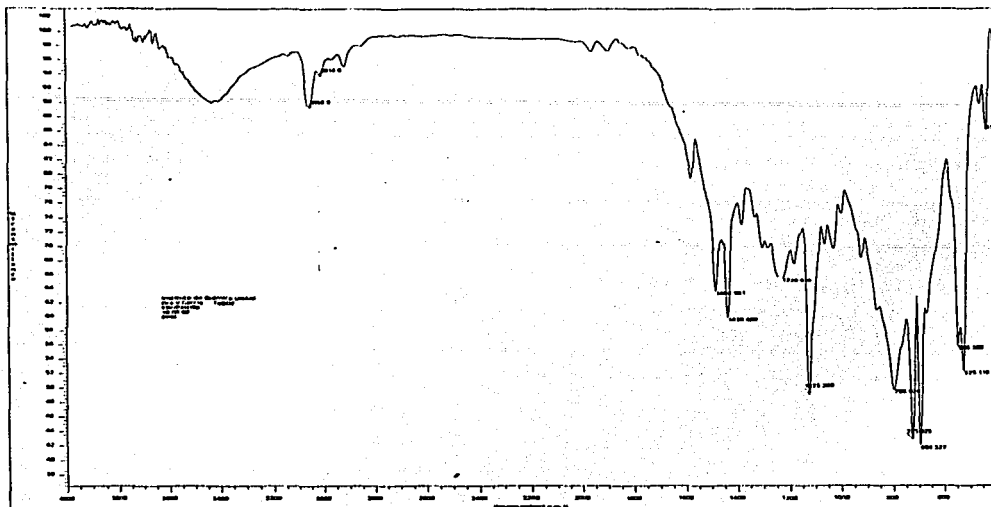




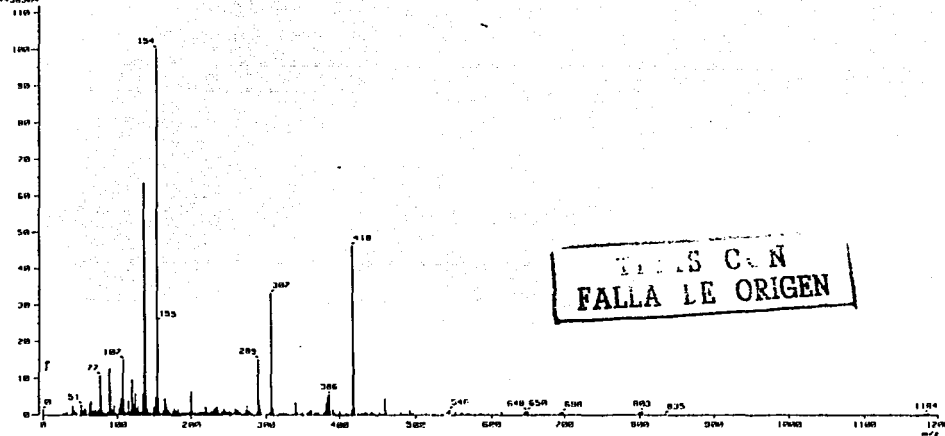
TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



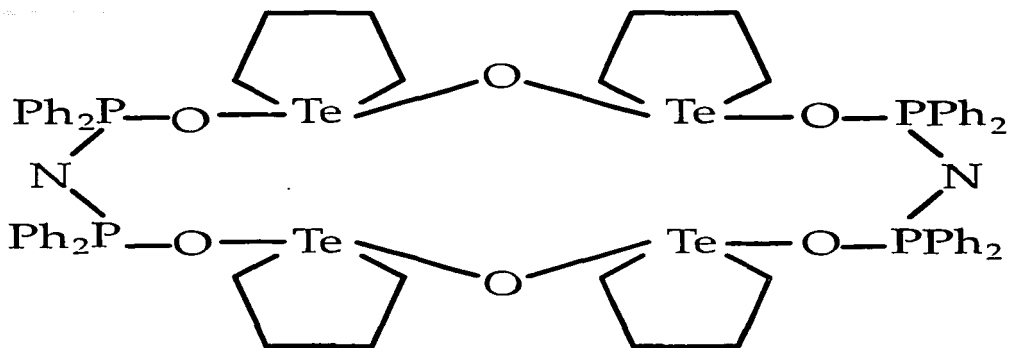




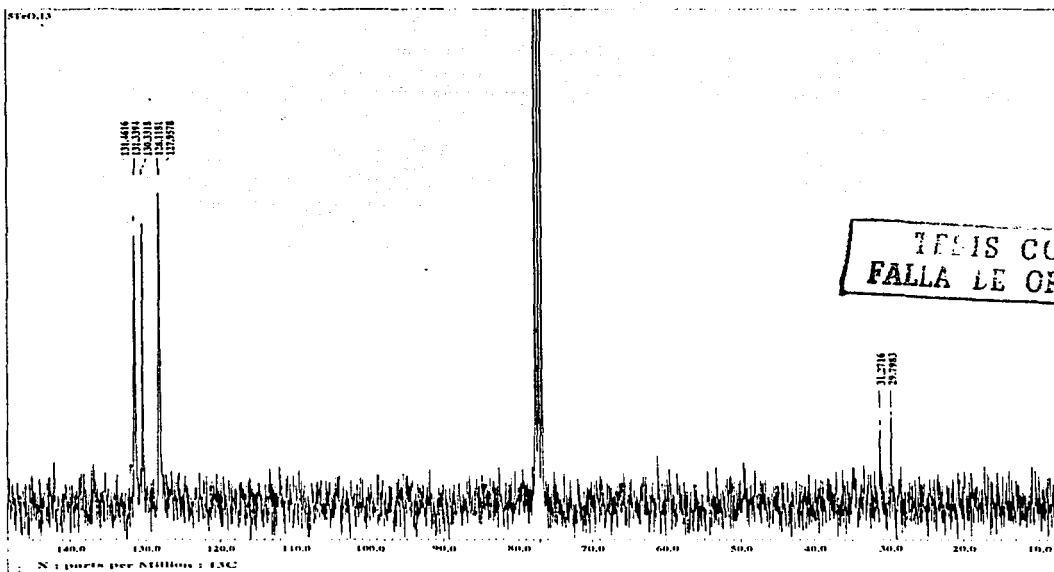
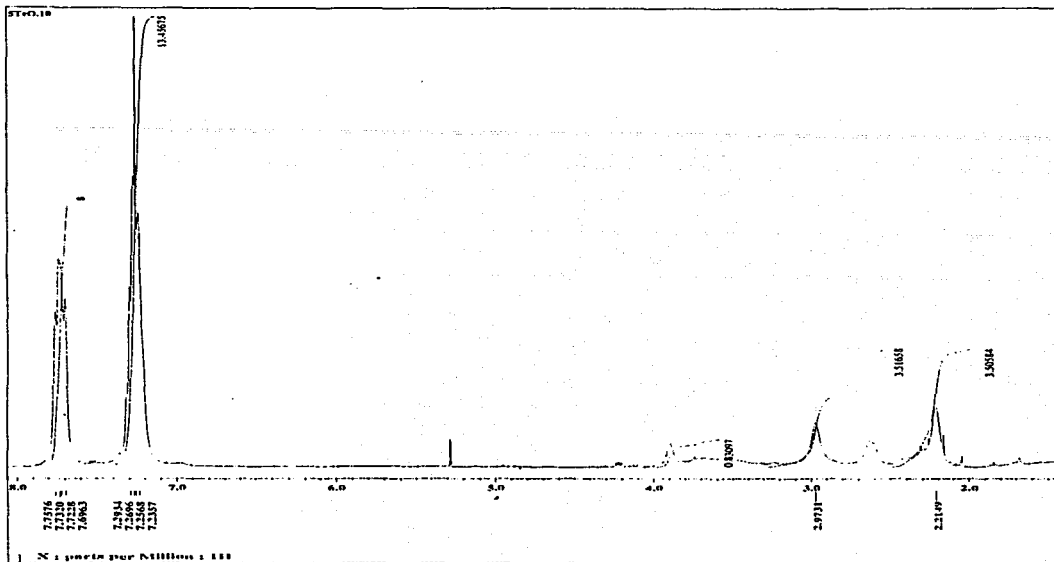
1 Mass Spectrum 3
 Date: 07-Oct-88 12:55
 Sample: 01002
 Note: Main
 Inlet: Direct Ion Mode: FID
 Spectrum Type: Normal Ion [F-Linear]
 RT: 0.82 min Scan: 12.63 Temp: 154.1 deg.C
 MS: m/z 154.0648 Int: 12378.26
 Output m/z range: 0.00000 to 1201.1762 Cal Level: 0.004 N
 4426304

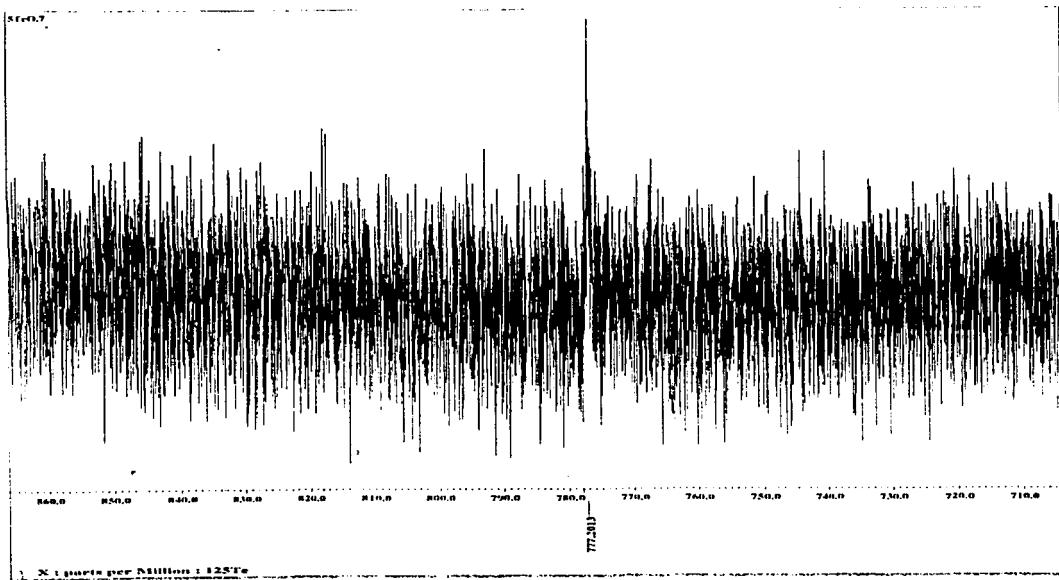
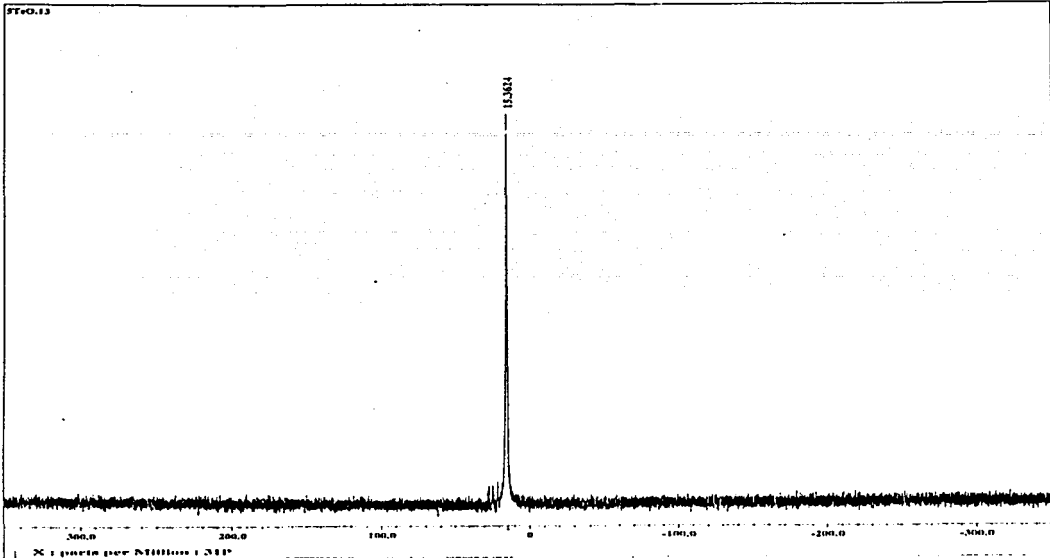


TULLS C & N
 FALLA LE ORIGIN

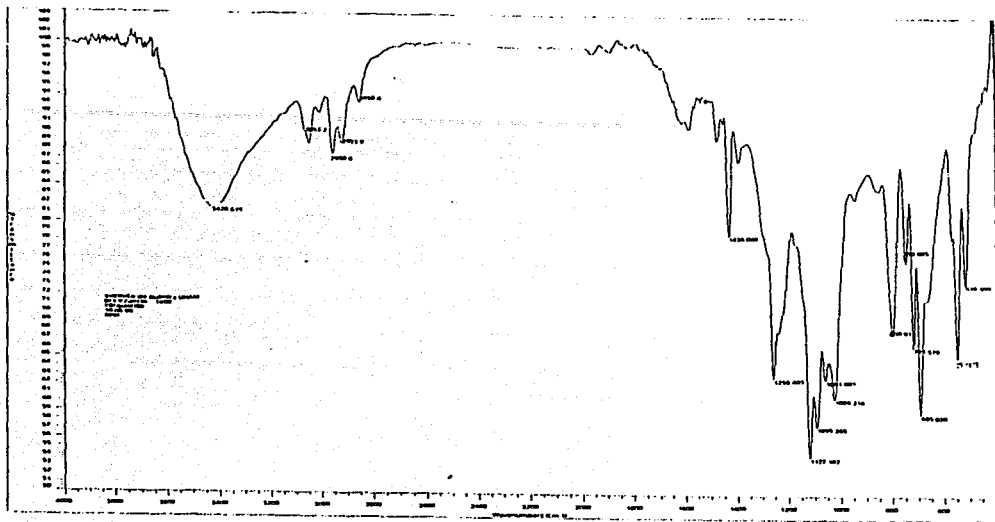


TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

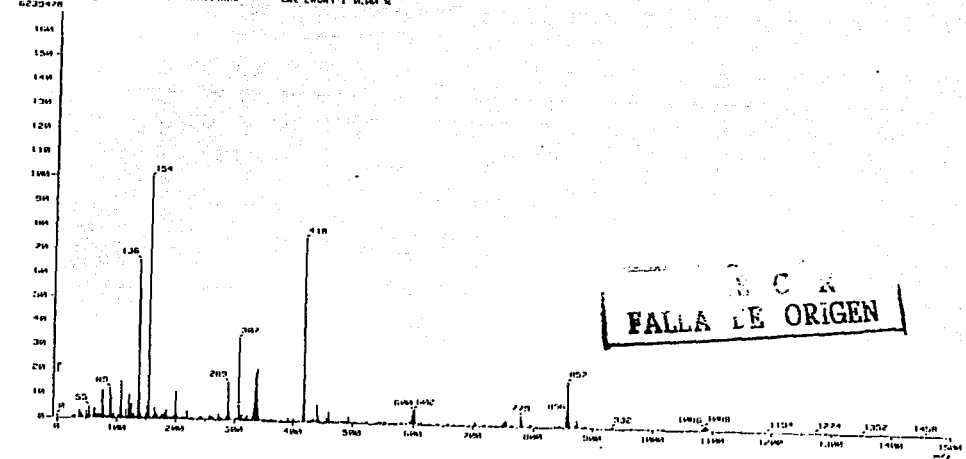




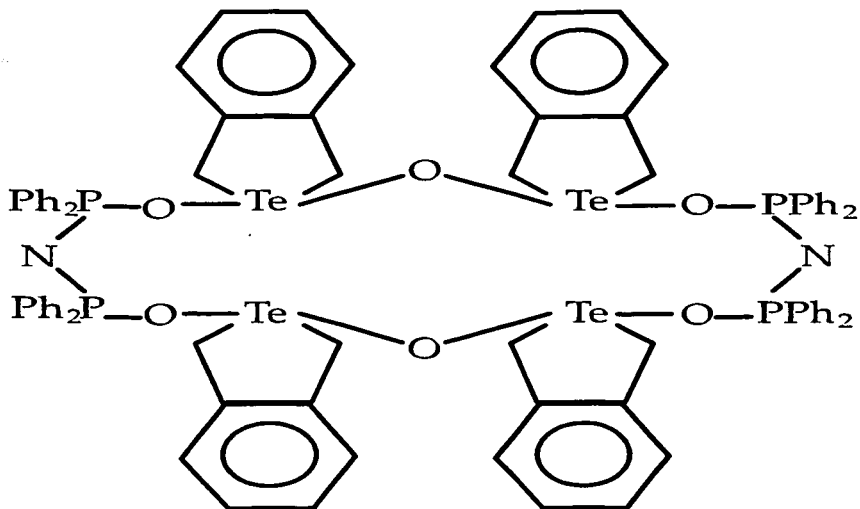
PT-013 CON
FALDA DE ORIGEN



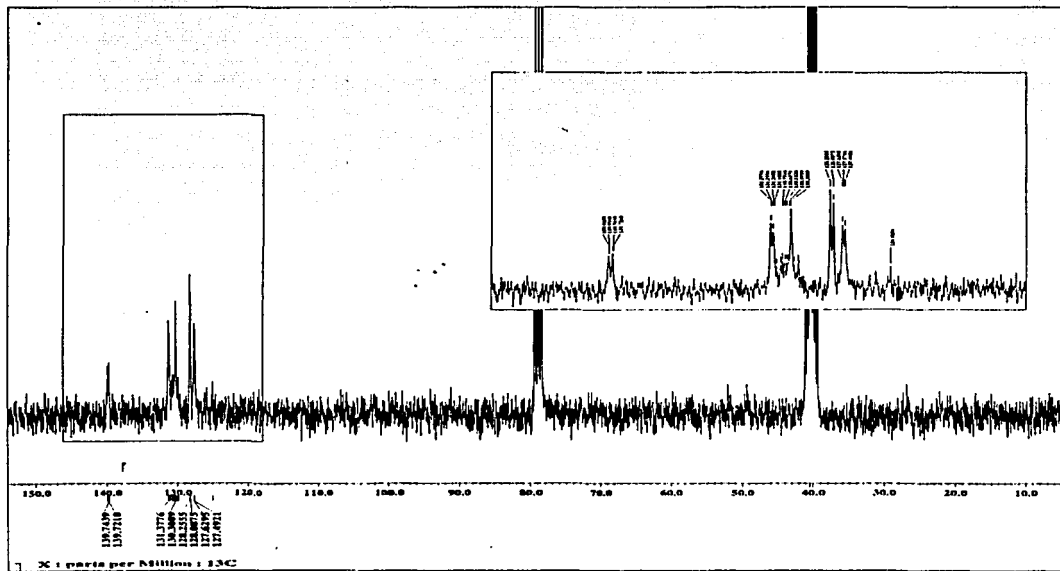
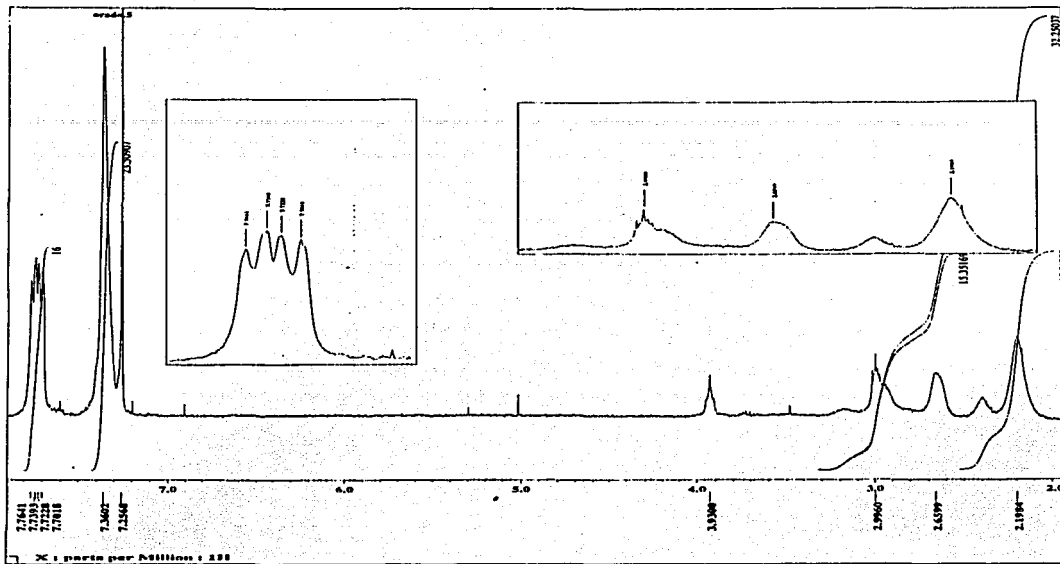
1 Mass Spectrum 1
 Date: 10/20/87
 Sample: 104-1000
 Note: 1.0000
 Inlet: 1.0000
 Spectrum Type: Normal Ion 100 eV Source: FID
 RT: 0.55 min Scan: 11.51 Temp: 153.0 deg. C
 In: 104-1000 Inlet: 1.0000
 Chromat. range: 0.0000 to 1.0000 min. Col. Level: 0.1000 u



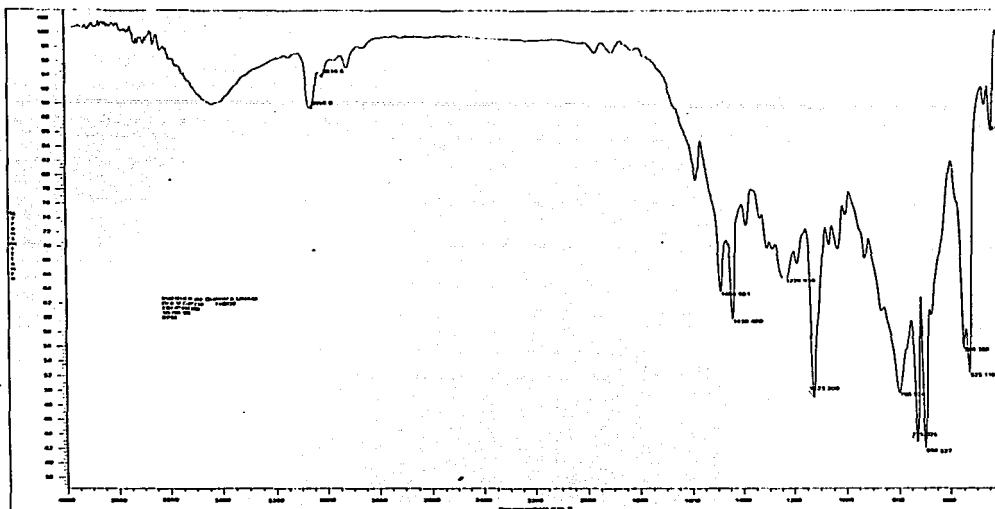
B C K
 FALLA LE ORIGEN



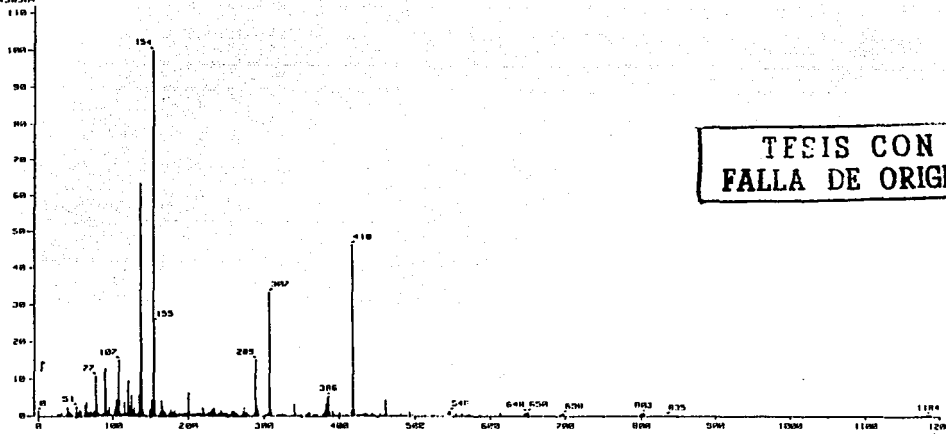
TECIS CON
FALLA DE ORIGEN



TESIS CON
 FOLIA DE ORIGEN

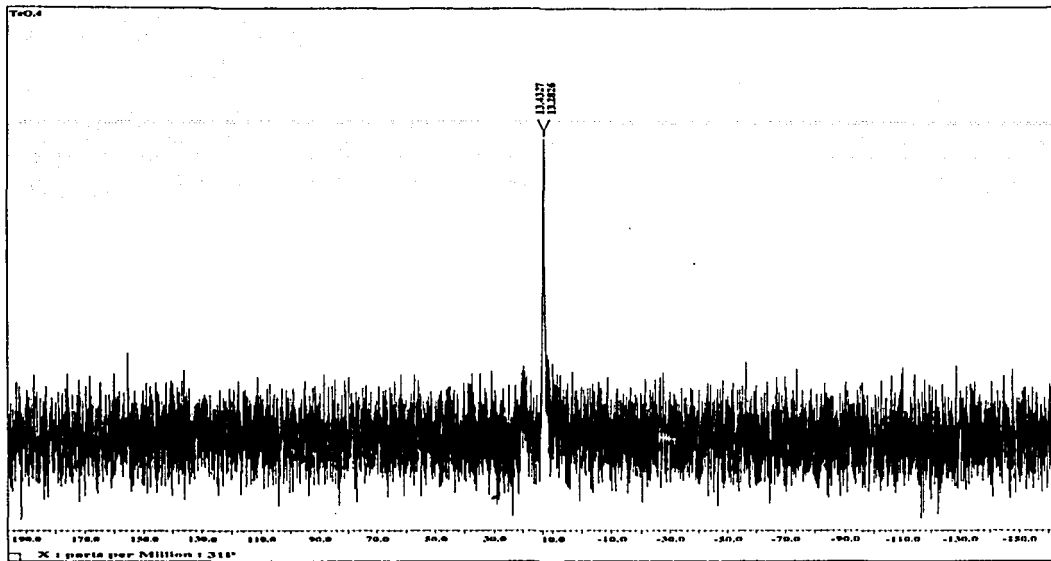


(Mass Spectrum)
 Date : 07-Dec-08 12:58
 Sample: B1A02
 Name : B1A02
 Inlet : Direct Ion Mode : FID
 Spectrum Type : Normal Ion (P-Lensar)
 MS : 0.05 min Scan : 12.83 Temp : 154.1 deg.C
 m/z : 154.0000 Int. : 378.26
 Output range : 0.0000 to 1201.0000 Cut Level : 0.00 %
 4438304



TESIS CON
 FALLA DE ORIGEN

BleO



TiO₂

