



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

"NUEVOS COMPUESTOS ORGANOANTIMÓNICOS
CONTENIENDO GRUPOS ALDEHIDO PROTEGIDOS:
DESPROTECCIÓN Y COMPLEJACIÓN"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

Q U Í M I C O

P R E S E N T A :

DIEGO PÉREZ MARTÍNEZ



ASESOR: DR. PANKAJ SHARMA.

SUPERVISOR TÉCNICO: DR. NOÉ ROSAS ESPINOSA

**EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUÍMICA**

CIUDAD UNIVERSITARIA, MÉXICO, D.F.

2005

m. 343239



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

Presidente	Dra. Martha Rodríguez Pérez
Vocal	Dr. Armando Cabrera Ortiz
Secretario	Dr. Pankaj Sharma
1er. Suplente	Dr. Cecilio Álvarez Toledano
2o. Suplente	Dra. Mercedes Meijuerio Morosini

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

Instituto de Química, UNAM

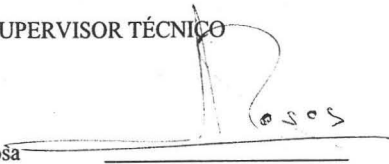
NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA:

Dr. Pankaj Sharma



NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUPERVISOR TÉCNICO

Dr. Noé Rosas Espinoza



NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE:

Diego Pérez Martínez



AGRADECIMIENTOS

El trabajo de investigación que se presenta para obtener el título de Químico fue realizado gracias al apoyo financiero otorgado por la Dirección General de Asuntos del Personal Académico de la UNAM (DGAPA, proyecto No. IN-218901; DGAPA-PAPIIT, proyecto No. IN210905) y por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT, proyecto No. 38761-E).

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: Diego Pérez Martínez

FECHA: 19 - Abril - 2005

FIRMA: 

A los doctores Pankaj Sharma y Noé Rosas

Por permitirme ser parte de su equipo, por el apoyo que me brindaron y por todo lo que me enseñaron.

A mis compañeros de trabajo

A mis sinodales

Por su valiosa colaboración en esta tesis

A mi familia

Gracias por el cariño y la confianza que me brindaron.

Es por ustedes que he llegado tan lejos.

A mis amigos

Gracias por su apoyo incondicional

ÍNDICE

I.	Introducción	1
II.	Antecedentes	3
	2.1 Tendencias generales de los elementos del grupo 15	3
	2.2 Química de coordinación de compuestos estibínicos	8
	2.2.1 Efecto <i>trans</i> debido a aceptores π	10
	2.3 Coordinación intramolecular	14
	2.4 Bases de Schiff	16
	2.5 Métodos de síntesis	17
	2.6 Síntesis y liberación de acetales	18
III.	Parte experimental	21
	3.1 Técnicas preparativas	21
	3.2 Reactivos utilizados	22
	3.3 Instrumentación	24
	3.4 Síntesis de los compuestos	25
	3.4.1 Síntesis de <i>tris</i> (<i>o</i> -Benzaldehído dietil acetal) estibina	25
	3.4.2 Síntesis de <i>tris</i> (<i>o</i> -Benzaldehído) estibina	26
	3.4.3 Síntesis de [2-(3 <i>H</i> -benzo[<i>c</i>][1,2]oxastibol-1-il)-fenil]-metanol	26
	3.4.4 Síntesis de 1-[2-(bis-{2-[(1- <i>R-p</i> -toliletilimino)metil]fenil} estibanyl)benz- <i>E</i> -ilideno)-(1- <i>R-p</i> -toliletil)amina	27
	3.4.5 Síntesis de trans-dicloro-bis(tris(<i>o</i> -Benzaldehído dietil acetal)estibina)platino(II)	28
IV.	Resultados y discusión	29
	4.1 Espectroscopia IR	30
	4.2 Espectrometría de masas	31
	4.3 Difracción de rayos X de monocristal	33
	II <i>tris</i> (<i>o</i> -Benzaldehído) estibina	42
	III [2-(3 <i>H</i> -benzo[<i>c</i>][1,2]oxastibol-1-il)-fenil]-metanol	42
	IV 1-[2-(bis-{2-[(1- <i>R-p</i> -toliletilimino)metil]fenil} estibanyl)benz- <i>E</i> -ilideno)-(1- <i>R-p</i> -toliletil)amina	42

V	<i>trans</i> -dicloro-bis(tris(o-Benzaldehído dietil acetal) estibina)platino(II)	43
	4.4 Resonancia Magnética Nuclear	44
V	Conclusiones	49
VI	Referencias	51
VII	Apéndice	56

I. INTRODUCCIÓN

La química de los compuestos organoantimónicos ha sido un área activa desde el año de 1850, con el reporte del primer compuesto sintetizado, trietil antimonio ⁽¹⁾, encontrándose un gran número de revisiones de las propiedades de ésta clase de compuestos⁽²⁻¹⁴⁾, en donde se hacen evidentes los diversos campos de aplicación de las estibinas, como:

- a) Ligantes en complejos metálicos que sirven como precursores catalíticos, demostrándose, por ejemplo, el incremento del rendimiento y selectividad en reacciones de carbonilación por medio del uso de catalizadores de rodio y cobalto modificados con estibinas ⁽²⁻⁴⁾.
- b) Uso de diversos compuestos organoantimónicos como materia prima en el desarrollo de materiales semiconductores y nanoestructuras, con aplicaciones en dispositivos electrónicos ⁽⁶⁻⁹⁾.

Hay que hacer notar que la aplicación de compuestos estibínicos en sistemas catalíticos es un campo de investigación muy reciente, encontrándose muy poca información al respecto. Más aún, los ligantes estibínicos que contienen un átomo de nitrógeno como segundo donador son importantes moléculas de estudio en catálisis debido a diversos motivos, sin embargo, se cuentan con muy pocos ejemplos de ésta clase de compuestos debido a la labilidad del enlace metal-nitrógeno y el menor efecto *trans* de dichos ligantes, por lo que es importante continuar con el estudio de este tipo de ligantes.

Se ha encontrado una gran utilidad para ligantes con el potencial de presentar interacciones de bases de Lewis en la estabilización de especies electrofílicas del grupo principal, tales como hidruros del grupo 13 e intermetálicos. Un desarrollo notable en éste campo es el aislamiento de compuestos del grupo principal de coordinación mayor, en la que el número de coordinación acostumbrado se encuentra expandido en virtud de una interacción dativa intramolecular. Dicha interacción, categorizada como enlace de

hipervalencia, es de gran interés debido al efecto que puede tener en la estructura, propiedades químicas y actividad biológica de los compuestos de interés ⁽¹⁰⁻¹³⁾.

La mayoría de las interacciones que involucran elementos del grupo 15 fueron observadas en compuestos con estructuras cíclicas. En varios artículos se ha descrito esta interacción en compuestos con sustituyentes arilo conteniendo NMe_2 o CH_2NMe_2 en la posición orto ⁽¹⁴⁻¹⁸⁾. Recientemente se ha reportado la síntesis de estibinas conteniendo sustituyentes $[\text{2}-(\text{Me}_2\text{NCHR})\text{C}_6\text{H}_4]$ (con $\text{R} = \text{H}$ o Me), utilizando dicho grupo para estabilizar derivados inusuales organoantimónicos en un bajo estado de oxidación, a través de la coordinación intramolecular Sb-N.

Con base en ésta información, además de la literatura reciente de los ligantes estibínicos acerca de su mayor efecto *trans* y comparable influencia *trans* respecto a ligantes análogos de fósforo ⁽¹⁹⁻²¹⁾ y las propiedades únicas que le brindan los sustituyentes con otros átomos donadores del grupo 15 y 16, pudiendo generar complejos solubles con metales de transición de interés en sistemas catalíticos, se ha realizado el presente trabajo.

II. ANTECEDENTES

2.1 Tendencias generales de los elementos del grupo 15.

El grupo 15 de la tabla periódica de los elementos químicos constituye la tercera columna del bloque p y comprende a los elementos nitrógeno, fósforo, arsénico, antimonio y bismuto. Las capas de valencia poseen una estructura formalmente similar a la del nitrógeno, pero, más allá de de la estequiometría de los compuestos más simples, hay poca semejanza entre las características de éstos elementos y las del nitrógeno.

Los elementos fósforo, arsénico, antimonio y bismuto muestran considerables variaciones en sus características químicas. El fósforo, como el nitrógeno, es esencialmente covalente en su química, mientras que el arsénico, antimonio y bismuto muestran una creciente tendencia hacia el comportamiento catiónico. Los estados de oxidación característicos para estos elementos son -3 , 0 , $+3$, y $+5$ siendo los dos últimos los que se presentan en compuestos organoantimónicos. En la tabla 2.1 se dan algunas propiedades de los elementos del grupo 15 ⁽²²⁾.

Propiedad	P	As	Sb	Bi
Estructura electrónica	[Ne]3s ² 3p ³	[Ar]3d ¹⁰ 4s ² 4p ²	[Kr]4d ¹⁰ 5s ² 5p ³	[Xe]4f ¹⁴ 5d ¹⁰ 6s ² 6p ³
Electronegatividad ^a	2.06	2.20	1.82	1.67
Radio iónico	2.12(P ³⁻)		0.92(Sb ³⁺)	1.08(Bi ³⁺)
Radio covalente ^b	1.10	1.21	1.41	1.52
Punto de fusión	44.1(forma α)	814 (36 atm)	603.5	271.3

^a Tipo Alfred -Rochow.

^b Para el estado trivalente.

Tabla 2.1 algunas propiedades de P, As, Sb, y Bi.

Según el Modelo de repulsión de Pares Electrónicos de la Capa de Valencia (MRPECV) o de Gillespie ^(23,24), los compuestos con fórmula X₃E, donde E = N, P, As, Sb o Bi, y X = cualquier grupo, adoptan la forma piramidal en la cual un par libre ocupa la

posición axial. La geometría exacta y los ángulos de enlace entre los sustituyentes dependen de dos factores: el grado de repulsión producido por el par libre y, la actividad estereoquímica del mismo. Los ángulos de enlace decrecen conforme se desciende en el grupo, fenómeno que es discutido basándose en el efecto del par inerte ⁽²⁵⁾. El par de electrones *s* se encuentra menos disponible al descender en el grupo, por lo tanto, los enlaces que se forman ocurren principalmente a través de orbitales *p*, con el resultado de que los ángulos de enlace se acercan más a 90°.

Además, a pesar de que el PX_3 , AsX_3 y SbX_3 (X = halógenos, alquílos o arilos), del mismo modo que los compuestos NR_3 se comportan como donadores gracias a la presencia de orbitales no compartidos, existe una diferencia importante: el átomo de nitrógeno no puede tener otra función que la simple donación, ya que no hay otro orbital accesible, pero el P, As y Sb tienen orbitales *d* vacíos con energías bastante bajas ⁽²⁶⁾. Así que, cuando el átomo al que donan el P, As o Sb, tiene electrones en orbitales de la misma simetría que los orbitales *d* vacíos, puede resultar una retrodonación, lo que producirá un carácter total de múltiple enlace. Éste factor es en especial importante para la estabilidad de los complejos que se forman con los elementos de transición, donde las uniones $d\pi-d\pi$ contribuyen de manera sustancial a los enlaces.

Así mismo, se sabe que la estructura y las propiedades fisicoquímicas de los compuestos triarílicos de los elementos del grupo 15 dependen considerablemente de los sustituyentes en el anillo.

En la literatura se ha reportado que en estibinas terciarias los ángulos de enlace C-Sb-C varían entre 105.3° en $(\text{Mesitol})_3\text{Sb}$ ⁽²⁷⁾, 104.7° en $(2,6\text{-dimetilfenil})_3\text{Sb}$ ⁽²⁸⁾, 97.3° en $(p\text{-tolil})_3\text{Sb}$ ⁽²⁹⁾, hasta 95.0° en Ph_3Sb ⁽³⁰⁾. Las distancias de enlace Sb-C en éstos compuestos van de 2.032 a 2.216 Å ⁽²⁷⁻³³⁾.

El arsénico, el antimonio y el bismuto se obtienen por reducción de sus óxidos con hidrógeno o carbono. Cuando se calientan al aire, los metales arden para formar los óxidos. Reaccionan rápidamente con los halógenos y algunos otros elementos no metálicos, y forman aleaciones con otros varios metales. No son afectados por los ácidos diluidos no oxidantes, sin embargo, con el ácido nítrico, el As da el ácido arsénico (AsH_3), el Sb da el trióxido (SbO_3) y el Bi se disuelve para formar el nitrato ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$)⁽²²⁾. Algunas tendencias generales de los ligantes organoantimónicos comparados con sus congéneres más livianos están relacionadas con la baja estabilidad de los enlaces Sb-C y Sb-Sb, a la basicidad de Lewis relativamente baja y a una gran tendencia a presentar números de coordinación mayores. Algunos estudios comparativos revelan una mayor reactividad y flexibilidad de los sistemas organoantimónicos comparados con los compuestos análogos de P y As. Sin embargo, las diferencias entre los compuestos de antimonio y bismuto parecen ser considerablemente mayores. Muchas estibinas terciarias poseen propiedades donadoras similares a las fosfinas y arsinas y son fácilmente coordinadas a una gran variedad de fragmentos de complejos metálicos, mientras que las bismutinas son donadores más débiles.

El antimonio elemental reacciona en forma vigorosa con el cloro (Cl_2) y más lentamente con bromo (Br_2) y yodo (I_2) para dar los correspondientes trihalogenuros SbX_3 . dentro de los halogenuros del antimonio, el SbCl_3 es el reactivo de inicio utilizado en la síntesis de los compuestos de nuestro interés. Posee una estructura molecular piramidal (Sb-Cl 2.33 Å) con un ángulo de enlace de $99.5^\circ \pm 1.5^\circ$ en fase vapor y 95.2° en el estado sólido. Por encima de la temperatura de fusión, el SbCl_3 puede ser utilizado como disolvente no acuoso⁽³⁴⁾, particularmente para reacciones de transferencia de cloruros.

La configuración electrónica del estado basal del antimonio es $[\text{Kr}]4d^{10}5s^25p^3$, teniendo un electrón desapareado en cada uno de los orbitales *p*. Ambos estados de oxidación +3 y +5 son estables en el antimonio. El antimonio (III) es anfotérico, mientras que el antimonio (V) es ácido. En la tabla 2.2 se muestran algunos datos relevantes acerca de la isotopía del antimonio⁽³⁵⁾.

Isótopo	Masa atómica	Abundancia natural (%)	Vida media ($T_{1/2}$)	Espín nuclear I
^{121}Sb	120.9039	57.3	Estable	5/2
^{123}Sb	122.9042	42.7	Estable	7/2

Tabla 2.2: Isotopía del antimonio.

El número de coordinación del antimonio es variable, siendo seis el encontrado con más frecuencia. La teoría predice que los compuestos de antimonio +3 poseen enlaces a través de los orbitales sp^3 híbridos del antimonio. De hecho, los compuestos tricoordinados de Sb^{III} tienen ángulos de enlace variables, normalmente $>90^\circ$, indicando la existencia de un par de electrones estereoquímicamente activo en el átomo de antimonio. Los compuestos de antimonio +5 generalmente utilizan orbitales sp^3d híbridos, los cuales dan por resultado una geometría de bipirámide trigonal en complejos pentacoordinados. Desde el punto de vista estructural, los complejos con ligantes estibínicos terciarios son bastante uniformes. El tipo de coordinación predominante es η^1 (tipo 1), con la donación del par de electrones del átomo de antimonio al centro metálico^(36, 37) (figura 2.3). Sin embargo, también se conocen ligantes estibínicos puente (tipo 2)^(36,38).

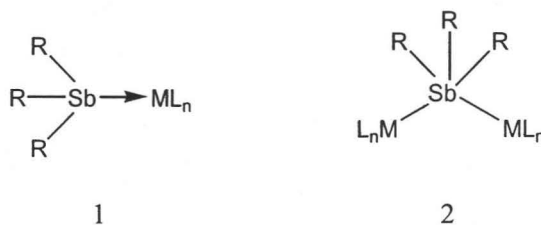


Figura 2.3: Tipos de coordinación del átomo de antimonio.

Recientemente se ha estudiado la coordinación de estibinas terciarias a aceptores de antimonio con la formación de un enlace Sb-Sb. Como ejemplos tenemos a los complejos de Me_3Sb con SbMeI_2 ⁽³⁹⁾, SbI_3 ⁽³⁹⁾ y Me_2Sb^+ ⁽⁴⁰⁾. En el compuesto $[\text{Me}_3\text{Sb-SbMeI}_2]$ ⁽³⁹⁾ el ligante trimetilestibina está coordinado al átomo de antimonio de la porción SbMeI_2 con forma de T (figura 2.4 a).

Un ejemplo de ligantes estibínicos coordinados a metales de transición se tiene con la estibina terciaria $(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{Sb}$ en el complejo $[(\text{CO})_5\text{CrSb}(\text{Me}_3\text{Si})_3]$ ⁽⁴¹⁾ (figura 2.4 b). La coordinación de $(\text{Me}_3\text{Si})_3\text{Sb}$ conlleva un incremento de los ángulos de enlace Si-Sb-Si de 99.2° en el ligante libre hasta 103.6° en el complejo, a causa de el uso de orbitales con carácter p predominante para el enlace en el ligante libre y orbitales sp^3 en el complejo. Con respecto a los ligantes puente se observa dicho comportamiento en complejos binucleares de rodio ⁽³⁶⁾ (figura 2.4 c).

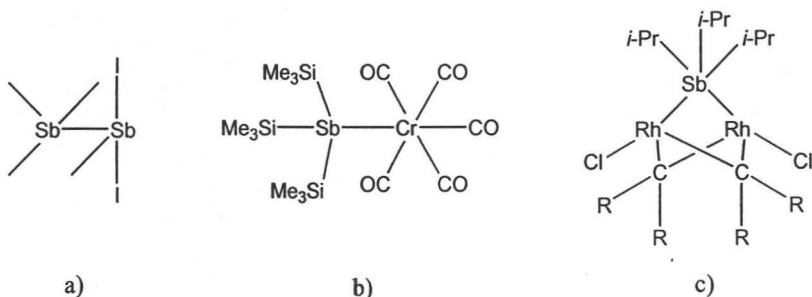


Figura 2.4: Estructuras de compuestos organoantimónicos: a) $[\text{Me}_3\text{Sb-SbMeI}_2]$; b) $[(\text{CO})_5\text{CrSb}(\text{Me}_3\text{Si})_3]$; c) complejo binuclear de rodio.

2.2 Química de coordinación de compuestos estibínicos.

Los compuestos de antimonio en estado de oxidación +3 poseen estructuras diversas debido al par de electrones libres de no enlace. Así, de acuerdo con el Modelo de repulsión de Pares Electrónicos de la Capa de Valencia (MRPECV) ⁽⁴²⁾, se pueden predecir estructuras piramidales: pirámide trigonal plana, bipirámide trigonal y pirámide de base cuadrada plana para números de coordinación tres, cuatro y cinco respectivamente. Para aquéllos compuestos que presentan número de coordinación de seis, pueden presentarse estructuras de bipirámide pentagonal, octaedro distorsionado y prisma trigonal distorsionado, encontrándose también algunos casos de compuestos con geometrías octaédricas regulares, en cuyo caso el par de electrones libre se encuentra residiendo en un orbital *s* puro, permaneciendo estereoquímicamente inactivo ⁽⁴²⁾. Si se pretende considerar la influencia del par de electrones en la estereoquímica del compuesto, debe usarse una estructura octaédrica regular en la que el par libre se localice hacia uno de los vértices, hacia una de las aristas o hacia una de las caras.

De acuerdo con la teoría de orbitales moleculares, el tamaño de los orbitales del átomo de antimonio hace que se observe un menor traslapamiento entre éstos y los orbitales del metal, convirtiendo a las estibinas en débiles donadores σ pero excelentes aceptores π . Considérese un campo octaédrico como el que se muestra en la figura 2.5, la propiedad de los ligantes estibínicos se explica con la existencia de orbitales π^* vacíos en el ligante capaces de interactuar con un orbital d_{xz} de un metal, al aceptar densidad de carga. Debido a que los orbitales π^* del ligante se encuentra a mayor energía que los orbitales *d* originales del metal, los orbitales moleculares resultantes (OM, t_{2g}) se encuentran por debajo de los orbitales *d* del metal (magnitud e_{π}) y los orbitales de antienlace (OM*) se encuentran a mayor energía (magnitud e_{σ}). Es así como se produce una fuerte separación (Δ_o) de los orbitales *d*, que lleva a considerar a este tipo de ligantes como de campo fuerte.

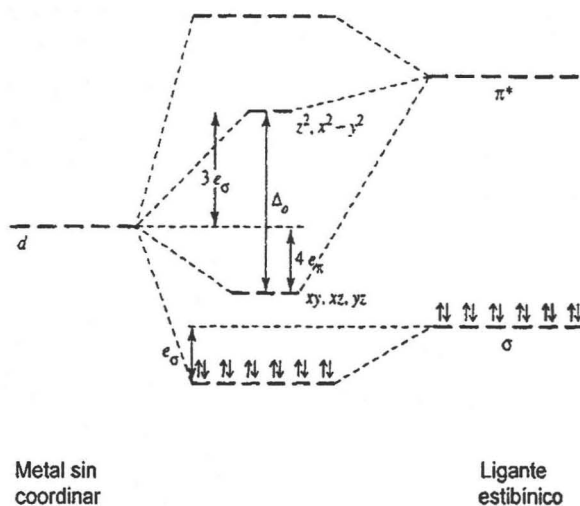


Figura 2.5: Energía de los orbitales en un campo octaédrico.

Se han realizado estudios cinéticos minuciosos acerca de las interacciones entre ligantes estibínicos y metales de transición, encontrándose que el efecto *trans* de los compuestos organoantimónicos es mucho mayor que el de los compuestos análogos de fósforo⁽⁴³⁾. Como se mencionó anteriormente, el tamaño mayor del átomo de antimonio hace que se observe un menor traslapamiento entre ellos y los orbitales del metal de transición en comparación con el fósforo, por lo que el antimonio se convierte en un débil donador σ , pero en un buen aceptor π . Antes de continuar, es importante distinguir entre los términos influencia *trans* y efecto *trans*.

La influencia *trans* es una medida de la capacidad que tiene un ligante de debilitar la habilidad de coordinación del ligante *trans* al mismo y está relacionado solamente con el estado basal del complejo. Por lo tanto, la labilización del estado basal se encuentra directamente relacionada con una alta influencia *trans* y, así, es una medida de las

propiedades de enlace σ de un ligante. El criterio más aceptado para la cuantificación de la influencia *trans* de los ligantes es la comparación de las distancias de enlace (entre los ligantes y el centro metálico obtenidas de una serie de estructuras cristalográficas relacionadas.

El efecto *trans* es definido como la habilidad que tienen ciertos ligantes para labilizar la sustitución del ligante *trans* al mismo y se encuentra relacionado con la reactividad de un complejo, por lo que es a la vez un efecto cinético dependiente de la diferencia de energía entre el estado basal y el estado de transición de una determinada reacción. Un efecto *trans* alto puede ser atribuido a la labilización del estado basal (los ligantes que muestran un alto efecto *trans* debido a sus propiedades de enlace σ muestran una influencia *trans* alta, en el caso de buenos donadores σ como H^- y CH_3^-) o a la estabilización del estado de transición por deslocalización de carga cuando se tienen ligantes que son buenos aceptores π .

2.2.1 Efecto *trans* debido a aceptores π ⁽⁴⁴⁾.

Si en el estado basal no se encuentran rasgos de influencia *trans*, la energía del estado de transición podría cambiarse para tener una menor diferencia de energía entre él y el estado basal y, así, producir un buen efecto *trans*.

En un complejo cuadrado plano, tres orbitales (d_{xy} , d_{xz} , y d_{yz} , también llamados orbitales de no enlace porque en ellos sólo residen los electrones de valencia del metal y no los del ligante) tienen simetrías adecuadas para tener una interacción de tipo π (es decir, una interacción con los orbitales moleculares π^* de antienlace del ligante derivados de los orbitales p de valencia pero sólo los orbitales d_{xy} y d_{yz} interactúan con ambos miembros de un par de ligantes *trans* uno al otro. Si se observa la figura 2.6, se puede ver que el orbital d_{xz} es compartido por un ligante (buen grupo saliente) y por otro ligante *trans* al primero.

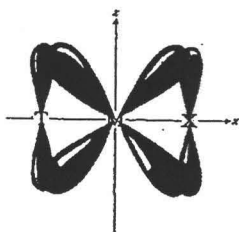


Figura 2.6: Interacción $p\pi-d\pi$.

Cuando se forma la estructura intermedia con geometría de bipirámide trigonal (Figura 2.7), cuatro orbitales d (xz , yz , x^2-y^2 y xy) tienen la simetría correcta para poder tener interacciones π .

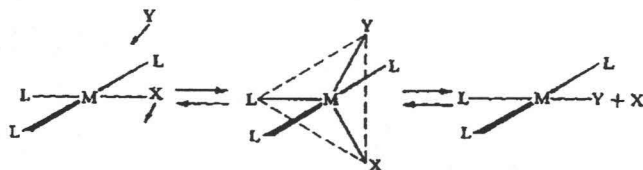


Figura 2.7: Mecanismo de una reacción de sustitución para un complejo cuadrado plano vía un intermediario con geometría de bipirámide trigonal.

Todos estos orbitales interactúan con los ligandos que se encuentran en el plano trigonal: el grupo entrante, el grupo saliente y el grupo *trans*. En complejos $d8$ con geometría cuadrada plana, todos los orbitales π^* del metal se encuentran llenos (figura 2.8).

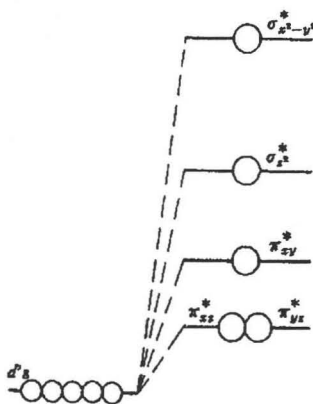


Figura 2.8: orbitales moleculares de antienlace derivados de los orbitales de valencia del metal.

Así, el estado de transición con geometría de bipirámide trigonal se estabiliza si el grupo *trans* posee orbitales de simetría π vacíos, debido a que la interacción entre estos orbitales y los orbitales π^* llenos del metal deslocaliza el exceso de carga electrónica (agregada al metal central por el ligante que se está uniendo) hacia el ligante *trans* y disminuye la energía del sistema. De ésta manera, el ligante *trans* ayuda a acomodar el exceso de carga electrónica. Por lo tanto, al no presentar una influencia *trans* superior a la de las fosfinas, las estibinas presentan un efecto *trans* mayor al de las fosfinas debido a que son mejores aceptores π y disminuyen la energía de activación estabilizando el estado de transición.

Finalmente, debido a que los orbitales de los ligantes aceptores π se encuentran a un nivel de energía mucho mayor que los orbitales d del metal y los orbitales moleculares formados tienen un mayor carácter d (por lo que poseen una energía ligeramente menor que la de los orbitales d), la diferencia de energía de transición (Δ_0) entre los orbitales se vuelve muy grande haciendo que este tipo de ligantes sea de campo fuerte (figura 2.9).

Con esto se confirma que las estibinas son ligantes de campo fuerte y tienden a formar complejos de bajo espín. De ésta manera la serie espectroquímica puede interpretarse de la siguiente forma:

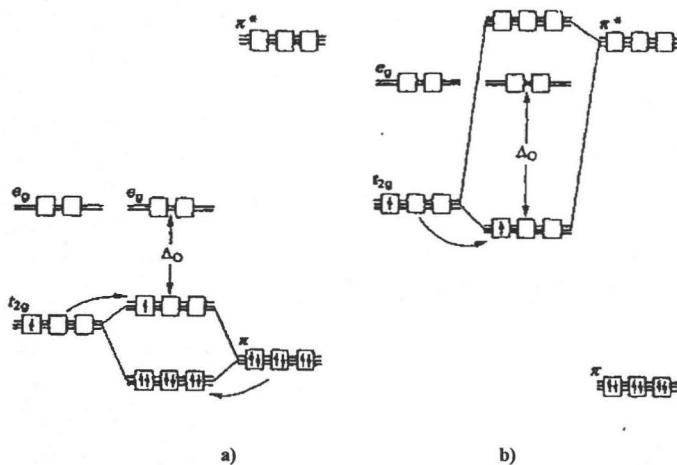
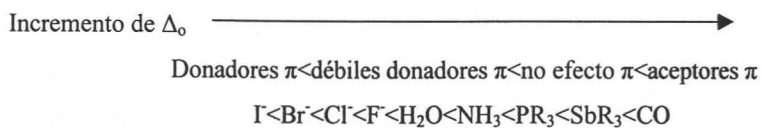


Figura 2.9: Efecto de interacciones π - d en complejos de transición: a) Ligantes que actúan como donadores π disminuyen el valor de Δ_o , b) ligantes que son buenos aceptores π incrementan el valor de Δ_o , por lo que son considerados de campo fuerte.

Ligando <i>trans</i>	Efecto <i>trans</i>	Ligando <i>cis</i>	Efecto <i>cis</i>
H ₂ O	1	H ₂ O	1
NH ₃	200	NH ₃	1
Cl ⁻	330	Cl ⁻	0.4
Br ⁻	3 000	Br ⁻	0.3
dmsO	2 × 10 ⁶	dmsO	5
C ₂ H ₄	10 ¹¹	C ₂ H ₄	0.05

Tabla 2.3: Serie de efectos relativos *trans* y *cis* que se basa en las velocidades de sustitución de H₂O por Cl⁻ en complejos de [PtCl₃L]ⁿ⁺.

En éste trabajo de investigación se muestra un complejo de platino (II) con una configuración *trans*. Ahora bien, una pregunta lógica es: ¿existe una serie semejante para ligantes *cis*?, es decir, ¿existe el efecto *cis*? La respuesta es afirmativa, pero es muy pequeño en comparación con el efecto *trans*. La tabla 2.3 muestra esto en detalle cuantitativo para una serie de ligantes que se clasifican según la eficacia de orientación *cis* o *trans* con respecto a un ligante H₂O que entra y desplaza al Cl⁻ en los complejos de platino (II) en solución acuosa. El efecto *trans* abarca muchos órdenes de magnitud en comparación con un simple factor de 100 para los ligantes *cis*. Cualquier mecanismo razonable debe tener en cuenta estas drásticas diferencias.

2.3 Coordinación intramolecular ⁽⁴⁵⁾.

Los compuestos organometálicos con coordinación intramolecular son, en un sentido general, aquellos que contienen al menos un enlace metal-carbono y al menos un grupo formando un enlace de coordinación intramolecular. El compuesto 1 en la figura 2.10 pertenece a ésta clase de compuestos. Sin embargo, existen compuestos que se rigen por la definición de Bähr en la que el grupo coordinante comprende el enlace metal-carbono y el átomo o grupo coordinante dentro de la misma molécula, formando el enlace de coordinación a través del uso de un par de electrones de un átomo o los electrones π de un multienlace como C=C ó fenilo (compuesto 2).

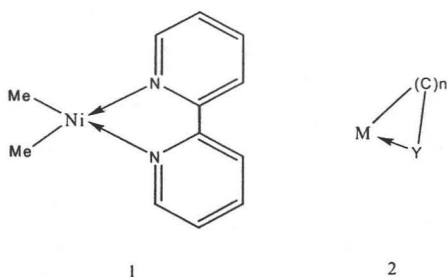


Figura 2.10: Esquemas generales de compuestos organometálicos con enlaces intramoleculares. M = metal, Y = grupo coordinante, $n \geq 1$.

En 1996, Matsuda y colaboradores reportaron los compuestos cuya fórmula general se presenta en la figura 2.11, de cuyo análisis propusieron la teoría de la estructura de cinco miembros ⁽⁴⁶⁾. La teoría es como sigue: los compuestos organometálicos con coordinación intramolecular tienden a formar estructuras anulares de cinco miembros debido a que éste tipo de anillo, en comparación con los anillos de otro número de miembros, puede generalmente ser formado libre de tensión estérica debido a las distancias y ángulos de enlace entre los miembros del anillo. Los metales enlazados con los átomos o grupos más electronegativos son capaces de formar un enlace intramolecular más fuerte

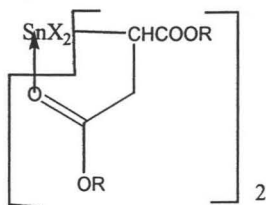
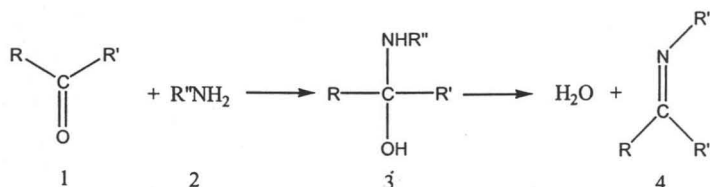


Figura 2.11: Esquema general de compuestos organometálicos con enlaces intramoleculares. R = grupo alquilo, X = halógeno.

2.4 Bases de Schiff.

La condensación de aminas primarias con aldehídos y cetonas da productos conocidos como iminas, las cuales contienen un doble enlace C=N. Éstos compuestos se descomponen o se polimerizan rápidamente, a menos que exista al menos un grupo arilo enlazado al átomo de nitrógeno o de carbono. Las iminas son conocidas como bases de Schiff, debido a que su síntesis fue reportada por primera vez por Schiff⁽⁴⁷⁾. El método más común para obtener una base de Schiff (4) consiste en una reacción de condensación entre un aldehído o una cetona (1) con una amina primaria (2) con la formación de un intermediario hemiaminal (3), como se presenta en el siguiente esquema:



Se cuenta con una amplia gama de compuestos con un grupo imino, que presentan características interesantes como ligantes acíclicos polidentados⁽⁴⁸⁾. Bases de Schiff conteniendo dos átomos de nitrógeno como donadores, son capaces de formar anillos quelato, que estabilizan el enlace metal-nitrógeno, pudiendo formar complejos mono y bis-quelato⁽⁴⁸⁾. Más aún, muchas iminas tridentadas han sido utilizadas como ligantes aniónicos, conteniendo sistemas donadores [N, N, O], [N, N, S], [N, O, O] y [N, S, O]⁽⁴⁸⁾, sin embargo, muy pocos compuestos de éste tipo han sido caracterizados como ligantes libres, y no se cuenta con ejemplos de ligantes antimónicos con sustituyentes imino.

2.5 Métodos de síntesis de compuestos organoantimónicos.

A continuación se presenta el método general de preparación de los compuestos organometálicos de nuestro interés.



Éste es probablemente el método más ampliamente usado de todos los métodos de laboratorio y es conocido como reacción de metátesis. Para poder entender la dirección en la que sucede la reacción, se deben considerar los datos termodinámicos proporcionados en el diagrama de la figura 2.12 ⁽⁴⁹⁾, en donde se muestra la diferencia entre las entalpías de formación del cloruro y del compuesto metilado de un compuesto dado en función del número atómico.

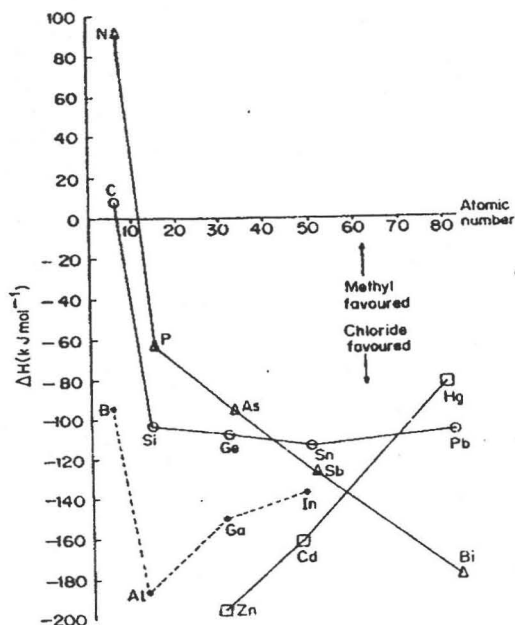


Figura 2.12: Gráfico de $1/n \{ \Delta H_f^0(\text{MCl}_n(\text{SS})) - \Delta H_f^0(\text{MMe}_n) \}$ en función del número atómico. (SS = Estado estándar a 298.15 °C/ 1 atm).

Para los elementos más abajo en el diagrama (Zn, Al por ejemplo) el cloruro está especialmente favorecido con respecto al metilado. Al descender a través del grupo 15 se observa el incremento de la estabilidad relativa del cloruro. Lo anterior también es cierto cuando se aumenta el carácter electropositivo de los elementos. Existe una buena correlación entre $\Delta H_f^\ominus (\text{MCl}_n) - \Delta H_f^\ominus (\text{MMe}_n)$ y los valores de electronegatividad de Pauling para M. Comenzando con la definición de Pauling, que esta basada en las energías de enlace, se puede mostrar que éstas dos cantidades son directamente proporcionales. En estas reacciones de intercambio, por ello, el efecto es combinar el halógeno con el elemento más electropositivo y el radical orgánico con el elemento más electronegativo del par.

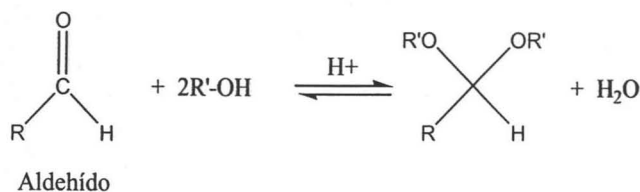
Por mucho, los agentes más usados en tales síntesis son los derivados orgánicos de Li y Mg. Éstos reaccionan rápida y exotérmicamente con los halogenúros de elementos más electronegativos, por ejemplo:



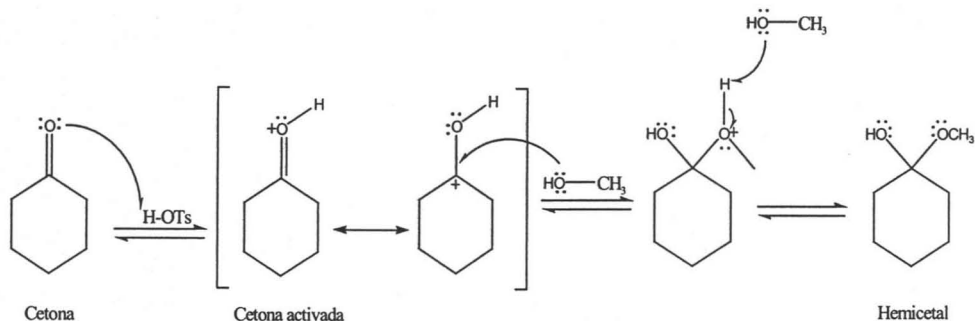
Los compuestos organolitiados son más reactivos que los compuestos de Grignard y en algunos casos permiten un mayor grado de sustitución. Por ejemplo, los compuestos de Grignard sólo substituyen dos de los átomos de cloro del tricloruro de talio en dietil éter como disolvente, mientras que un compuesto litiado substituye los tres.

2.6 Síntesis y liberación de acetales ⁽⁵⁰⁾.

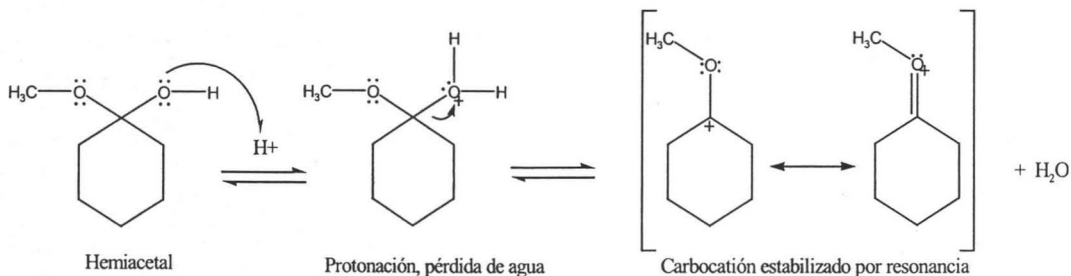
Las cetonas y los aldehídos reaccionan con los alcoholes para formar acetales. En la formación de un acetal, se agregan dos moléculas de un alcohol al grupo carbonilo y se elimina una molécula de agua mediante catálisis ácida.

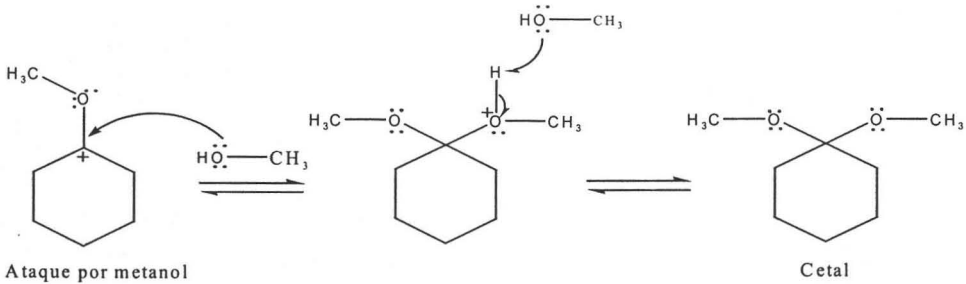


El primer paso es una adición típica al grupo carbonilo catalizada por ácido. El catalizador ácido protona al grupo carbonilo y el alcohol (que es un nucleófilo débil) ataca al carbonilo protonado y activado. La pérdida de un protón del intermediario cargado positivamente origina el hemiacetal.

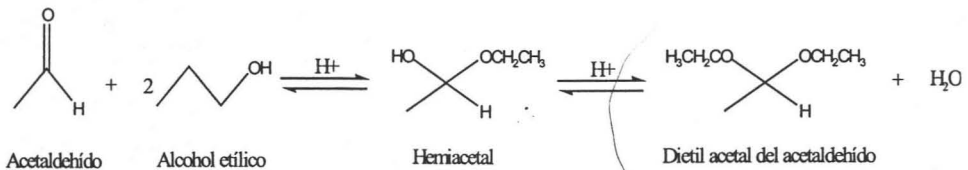


La segunda mitad del mecanismo convierte el hemiacetal al acetal más estable. La protonación del grupo hidroxilo, seguida por la pérdida de agua, da un carbocatión estabilizado por resonancia. El ataque de metanol al carbocatión, seguido por la pérdida de un protón, da el dimetil acetal.





Un mecanismo semejante explica la reacción catalizada por ácido entre un aldehído y un alcohol para formar un hemiacetal. La reacción ulterior con otro equivalente del alcohol produce un acetal.



Todas éstas reacciones son reversibles y sus constantes de equilibrio determinan las proporciones de reactivos y productos presentes en el equilibrio. Para los aldehídos simples, las constantes de equilibrio por lo general favorecen a los acetales. Con aldehídos impedidos y con la mayor parte de las cetonas, las constantes de reacción favorecen a los compuestos carbonílicos y no a los acetales. En esas reacciones, el alcohol se usa con frecuencia como disolvente para asegurar un gran exceso. El agua que se forma como subproducto se elimina por destilación para forzar el equilibrio hacia el acetal.

A la inversa, la mayor parte de los acetales se hidrolizan simplemente agitándolos con ácido diluido en agua. El gran exceso de agua impulsa el equilibrio hacia la cetona o el aldehído. El mecanismo simplemente es el inverso al de la formación del acetal.

III. PARTE EXPERIMENTAL

3.1 Técnicas preparativas.

La preparación de compuestos orgánicos, inorgánicos y organometálicos que presentan sensibilidad al aire requieren del uso de técnicas especiales que permitan el control y la manipulación de dichos compuestos, asegurando la preservación de los mismos. Debido a esto, se utiliza la técnica de vacío-gas inerte^(51,52), la cual consiste en el uso de un equipo de vidrio, del cual se ha intercambiado el aire por un gas inerte con la ayuda de una bomba de vacío. La técnica para desalojar de manera efectiva la atmósfera nociva para compuestos sensibles consiste en una serie de ciclos de evacuación y llenado del equipo con el gas inerte. Así pues, si f es la fracción de gas remanente después de la primera evacuación del equipo, y si no existen fugas en el sistema, n repeticiones del proceso reducirán la fracción remanente de gas de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$A_f = f^n$$

Las operaciones de evacuación y llenado requieren del uso de un gas inerte puro, generalmente nitrógeno, argón o helio, que fluye a través de una línea mixta de vacío-gas inerte, cuya función es distribuir y controlar el flujo del gas hacia el tubo de reacción Schlenk. Además es necesario que la línea cuente con burbujeadores de mercurio y de aceite mineral, que sirven como protección del equipo a presiones excesivas y como indicadores visuales de flujo del gas, así como una bomba de vacío mecánica y una trampa para disolventes.

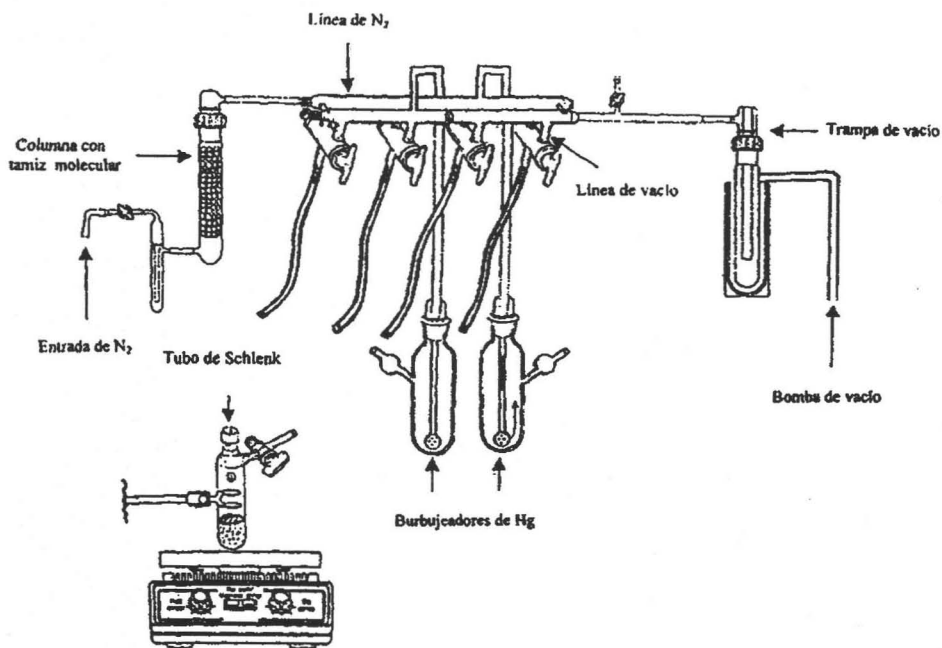


Figura 3.1: Línea de vacío-gas inerte. Se utiliza tamiz molecular con el fin de liberar el gas de trazas remanentes de H₂.

3.2 Reactivos utilizados

En la tabla 3.1 se proporciona una lista completa de todos los reactivos utilizados, incluyendo sus especificaciones de compra y algunas propiedades físicas.

Tabla 3.1: Lista de reactivos utilizados.

Compuesto	Especificaciones/Proveedor	Propiedades Importantes*
Diclorometano	HPLC, Aldrich Chem. Co.	d = 0.791, p.eb. = 56°C
Éter etílico	Anhído, , 99.7% , Aldrich Chem. Co.	d = 0.715, p. eb. = 34.6°C
Cloroformo	HPLC, Aldrich Chem. Co.	d = 1.500, p.eb. = 60.9°C
Cloroformo-d ₁ %	99.999%, Aldrich Chem. Co.	d = 1.500, p.eb. = 60.9°C
Tricloruro de antimonio	99.99+% Aldrich Chem. Co.	M = 228.11
n-Butillitio	Sol. 2.5M en hexano, Aldrich Chem. Co.	d = 0.693, M = 64.06
2-Bromobenzaldehído-dietil acetal	98%, Aldrich Chem. Co.	d = 1.285, p.eb. = 116°C
Etanol absoluto	Anhído 99.5% Aldrich Chem. Co.	d = 0.789, p.eb. = 78°C
Hexano	Anhído, Aldrich Chem. Co.	d = 0.66, p.eb. = 68-70°C
(R)-4, dimetil benzil amina	98%. Aldrich Chem. Co.	d = 0.919, p.eb. = 205°C
Borohidruro de sodio	Gránulos, 98.0% Aldrich Chem. Co.	M = 37.83
Tetracloro platinato (II) de potasio	99.9%-Pt, Strem. Chem.	M = 415.11

*Propiedades a condiciones normales de presión y temperatura; densidad (d) en g/mL y masa molar (M) en g/mol. % Disolvente deuterado para Resonancia Magnética Nuclear. HPLC: Disolvente para cromatografía de líquidos, al menos 99.8-99.9% de pureza. El hielo seco (CO_{2(s)}), el agua destilada, el ácido clorhídrico y el sulfato de sodio anhído fueron obtenidos del almacén del instituto de Química de la UNAM. El nitrógeno (N₂ 99.995%) utilizado se obtuvo de AGA Gas y se seco sobre tamiz molecular.

3.3 Instrumentación

La caracterización de los diversos compuestos sintetizados se llevó a cabo por diversas técnicas fisicoquímicas convencionales.

Los puntos de fusión fueron determinados en un equipo ESEVE y no están corregidos.

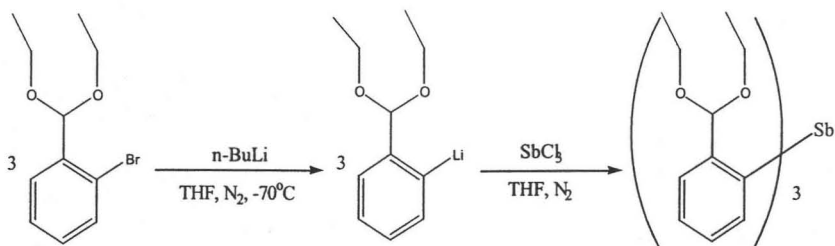
Los espectros de masas se realizaron en un espectrómetro JEOL JMS-AX505 HA a 70 eV por el método de impacto electrónico (IE) para pesos moleculares menores a 600, y en un espectrómetro JEOL de alta resolución modelo JMS-SX102A por el método de bombardeo atómico rápido positivo (FAB+) para pesos moleculares mayores a 600.

Los espectros de absorción en infrarrojo (IR) se obtuvieron en un espectrofotómetro marca Nicolet FTIR, modelo MAGNA 750, analizando el compuesto en disolución (CHCl_3 como disolvente).

Todos los compuestos fueron analizados por espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) utilizando cloroformo deuterado como medio de análisis. Las técnicas utilizadas fueron mononucleares: RMN- ^1H y RMN- ^{13}C ; y multinucleares o de correlación: COSY y HETCOR. Los espectros fueron obtenidos en un equipo JEOL ECLIPSE 300 (^1H : 300.5311 MHz; ^{13}C : 75.5757 MHz).

Los compuestos que generaron un monocristal fueron analizados por difracción de rayos X de monocristal en un Difractómetro Bruker Smart Apex CCD y se usó el método directo. El sistema de colección de datos usado es el xscans versión 2.1 (Siemens 1994). Las longitudes de onda de trabajo fueron Mo K α (0.7170 Å) y Cu K α (1.5418 Å).

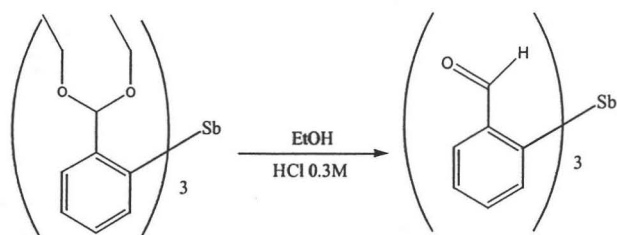
3.4 Síntesis de los compuestos

3.4.1 Síntesis de tris (*o*-Benzaldehído dietil acetal) estibina.

En un matraz Shlenk, previamente evacuado y con atmósfera inerte, se colocan 1.89 mL (9 mmol) de 2-bromobenzaldehído dietil acetal disueltos en THF anhidro (10mL), a los cuales se añaden 4ml de *n*-butillitio (2.5mol/L) por medio de una jeringa en un goteo lento a -70°C dejándose en agitación por una hora. Una vez transcurrido este tiempo se añaden a la mezcla de reacción 0.69 g (3 mmol) de SbCl_3 disueltos en THF anhidro (10 mL) por medio de una jeringa en un goteo lento, dejándose en agitación por otras dos horas.

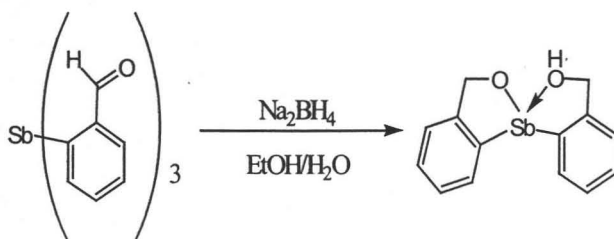
Pasado este tiempo, la mezcla de reacción es vertida sobre 100 mL de agua helada con el fin de hidrolizar el tricloruro de antimonio y el *n*-butillitio sin reaccionar. El compuesto es extraído de la fase acuosa por medio de tres extracciones sucesivas con 15 mL de cloroformo grado HPLC y es secado con sulfato de sodio anhidro. El compuesto se obtiene al eliminar el disolvente con ayuda de una línea doble de vacío, recuperado como un sólido cristalino de color blanco. Punto de fusión: $96\text{-}97^\circ\text{C}$

3.4.2 Síntesis de *tris* (o-Benzaldehído) estibina.



En un matraz bola de 250 mL se colocan 1.974 g (3 mmol) de *tris* (o-Benzaldehído dietil acetal) estibina. Posteriormente se añaden 10 mL de una solución 0.3M de ácido clorhídrico. Terminada la adición, la mezcla de reacción se deja agitando por 4 horas a temperatura ambiente. El compuesto es extraído de la fase acuosa por medio de tres extracciones sucesivas con cloroformo grado HPLC y es secado con sulfato de sodio anhidro. El compuesto se obtiene al desplazar el disolvente con ayuda de un rotavapor, recuperado como un sólido cristalino de color amarillo. Punto de fusión: 210-212 °C

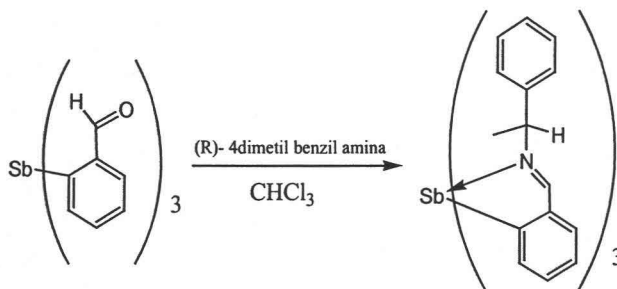
3.4.3 Síntesis de [2-(3*H*-benzo[*c*][1,2]oxastibol-1-il)-fenil]-metanol.



En un matraz bola de 250 mL se colocan 1.308 g (3 mmol) de *tris* (o-Benzaldehído) estibina en 20 mL de una mezcla etanol-agua (50-50). A la mezcla de reacción se le añade una disolución de 0.5 g (12 mmol) de borohidruro de sodio en una mezcla etanol-agua y se deja en agitación por 3 horas a temperatura ambiente. Pasado este tiempo, el compuesto es extraído de la fase acuosa por medio de tres extracciones sucesivas con cloroformo grado

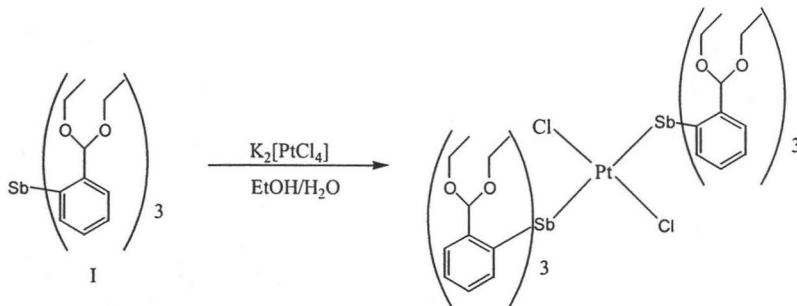
HPLC y es secado con sulfato de sodio anhidro. El compuesto es obtenido al desplazar el disolvente con ayuda de un rotavapor como un sólido cristalino de color blanco. Punto de fusión: 184-185 °C

3.4.4 Síntesis de 1-[2-(bis-{2-[(1-R-*p*-toliletilimino)metil]fenil}estibanyl)benz-E-ilideno)-(1-R-*p*-toliletil)amina.



En un matraz bola de 250 mL se colocan 1.308 g (3 mmol) de *tris* (o-Benzaldehído) estibina disueltos en 20 mL de cloroformo grado HPLC. A continuación se añade una disolución de 1.35 mL (9 mmol) de (R)- 4 dimetil benzil amina en 20 mL de cloroformo grado HPLC. La mezcla de reacción se deja en agitación por 4 horas a temperatura ambiente. El compuesto se obtiene al eliminar el disolvente del medio con ayuda de un rotavapor como un sólido cristalino de color amarillo-naranja. Punto de fusión:103-104 °C

3.4.5 Síntesis de trans-dicloro-bis[tris(*o*-Benzaldehído dietil acetal)estibina]platino(II).



En un matraz bola de 250 mL se colocan 0.436 g (1 mmol) de tris (*o*-Benzaldehído dietil acetal) estibina y se añade una disolución de tetracloroplatinato de potasio (0.207g; 0.5 mmol) en etanol-agua. La mezcla de reacción se deja en agitación por 12 horas. El compuesto es extraído de la fase acuosa por medio de tres extracciones sucesivas con cloroformo grado HPLC, quitando el remanente de agua con sulfato de sodio anhidro. El compuesto es obtenido al eliminar el disolvente con ayuda de un rotavapor como un sólido cristalino de color naranja. Punto de fusión: 92-95 °C

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

La tabla 4.1 muestra el color, punto de fusión, y rendimiento de los compuestos sintetizados. La fórmula de cada compuesto se muestra en la figura 4.1.

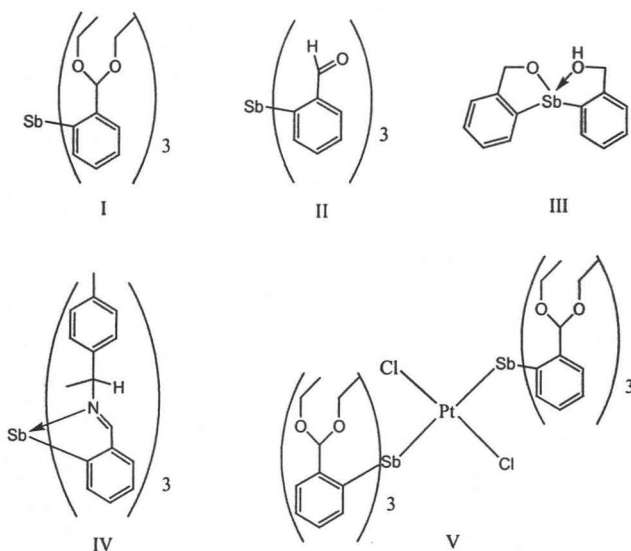


Figura 4.1: Compuestos sintetizados en el presente trabajo de investigación.

Compuesto	Rendimiento	Punto de fusión (°C)	Color
I	79.3%	96-97	Blanco
II	80.5%	210-212	Amarillo
III	76.5%	184-185	Blanco
IV	70.2%	103-104	Amarillo-Naranja
V	65.4%	92-95	Naranja

Tabla 4.1: Síntesis de estibinas conteniendo grupos aldehído protegidos y sus derivados.

Todos los compuestos son solubles en disolventes orgánicos polares, como por ejemplo: éter etílico, cloroformo, diclorometano. Las estibinas I a IV son insolubles en agua, y los compuestos I a V permanecen estables en el medio acuoso. Es importante mencionar que el enlace Sb-C no se rompe en disolución acuosa (aún en medio ácido), lo cual es de interés debido a que generalmente el enlace Sb-C se rompe en dichas condiciones. Todos los compuestos son estables y funden sin descomposición.

4.1 Espectroscopia IR.

Las posiciones de las bandas en el IR asignadas a los diversos compuestos sintetizados se presentan en la tabla 4.2.

Compuesto	Tipo de vibración	ν (vibración cm^{-1})
I	C-O-C	1057.60,1096.31
	C-H	2978.65
II	C=O	1693.77
	C-H longitudinal	2837.34,2742.67
	O-H libre	3597.23
III	Alcohol primario	1261.94,1442.61
	C-H	2929.90
IV	C=N-R	1643.91
	C-H	2972

Tabla 4.2: Bandas seleccionadas de IR (cm^{-1}) para estibinas con grupos aldehído protegidos y sus productos de reducción y complejación.

Para el compuesto I se observa la señal característica de la vibración C-O-C (1057.60 cm^{-1}), confirmándose la presencia de los grupos éter correspondientes a los sustituyentes aldehído protegidos.

Para el compuesto II se observan las vibraciones C-H longitudinales características de los grupos aldehído, además de la aparición de la señal C=O del carbonilo del aldehído en 1693.77 cm^{-1} , mostrando un corrimiento al rojo después de la formación de la base de Schiff (compuesto IV), en cuyo espectro aparece una banda en 1643.91 cm^{-1} que puede ser atribuida a la vibración C=N-R de la imina.

En el espectro del compuesto III se presentan las señales de O-H libre y las señales características del alcohol primario, información que concuerda perfectamente con el compuesto esperado para la reducción del aldehído.

4.2 Espectrometría de masas.

Todos los compuestos fueron analizados por espectrometría de masas. Debido a que la mayoría de los compuestos presentan un peso molecular mayor a las 600 unidades de masa atómica, se empleó como técnica primordial el bombardeo atómico rápido positivo (FAB+), sin embargo, también se utilizó la técnica de Impacto Electrónico en los compuestos II y III. En la tabla 4.2 se muestran los fragmentos representativos para los compuestos sintetizados.

Por lo general se observa el ión molecular del compuesto, junto con los fragmentos correspondientes a las pérdidas sucesivas de entidades orgánicas unidas al átomo de antimonio. El pico base de cada compuesto pertenece a la fragmentación de uno de los sustituyentes orgánicos (a excepción del compuesto III), sin embargo, los fragmentos propios generados a partir del sustituyente son menos importantes y no se presentan en el análisis.

En el compuesto I se observa el pico $m/z = 331$, cuyo peso corresponde a la pérdida total de un sustituyente y la fragmentación del acetal, perdiendo fragmentos $-\text{OC}_2\text{H}_5$ y $-\text{C}_2\text{H}_5$. Lo anterior también es cierto en el compuesto II, generándose el mismo pico a consecuencia de la pérdida de dos hidrógenos y el desprendimiento de un sustituyente. En el compuesto II, la señal generada para tales pérdidas corresponde al pico base del compuesto, mientras que para el aldehído protegido, el pico base es debido al fragmento $[\text{L}]^+$.

Fragmento	I	II	III	IV	V*
$[\text{M}]^+$	658 (3%)	436 (2%)	335 (29%)	787 (0.03%)	1577(0.3%)
$[\text{M-L}]^+$	479 (12%)	331 (100%)	227 (25%)	-	-
$[\text{M-L}_2]^+$	302 (5%)	226 (10%)	-	565 (33%)	-
$[\text{L}]^+$	179 (23%)	105 (13%)	107 (20%)	222 (7%)	658(3.7%)
$[\text{M+Pt+CL+L}]^+$	-	-	-	-	1777(1.5%)

Tabla 4.2: Fragmentos representativos para los compuesto sintetizados. *Para el compuesto V se observan las pérdidas características menos 4 unidades.

En el compuesto III se aprecia el ión molecular en $M/z = 335$, y la pérdida de un sustituyente en la molécula, así como la fragmentación característica del ligante. El compuesto V presenta un patrón de fragmentación peculiar, observándose los picos esperados para éste compuesto, pero con la pérdida adicional de cuatro unidades de masa. Lo anterior puede explicarse si se considera la ruptura y posterior ciclización de uno de los acetales de la estibina. Adicionalmente, se aprecia el pico $M/z = 1773$, que corresponde al fragmento $[\text{M+PtCL}_2\text{L}]^+$.

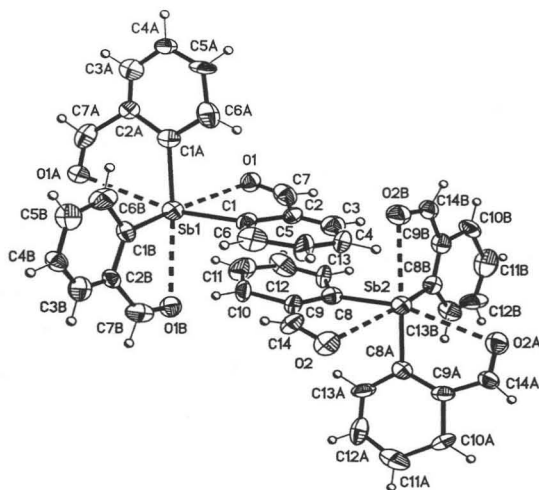
4.3 Difracción de rayos X de monocristal.

Las estructuras moleculares de los compuestos fueron confirmadas por medio de la técnica de difracción de rayos X de monocristal, a excepción del compuesto I, del cual no fue posible la obtención de un cristal adecuado para el análisis.

Todos los compuestos son monoméricos, observándose interacciones intramoleculares en el compuesto IV que resultan de interés debido a la geometría de bipirámide pentagonal adoptada por el antimonio, considerando el par de electrones libre que ocupa una posición axial en la estructura. Hay que hacer notar que un átomo de antimonio heptacoordinado no es muy común⁽⁵³⁾. En el compuesto III se observan puentes de hidrógeno intermoleculares en la celda unitaria.

Las estructuras moleculares, así como las celdas unitarias y los parámetros cristalográficos más importantes se encuentran a continuación.

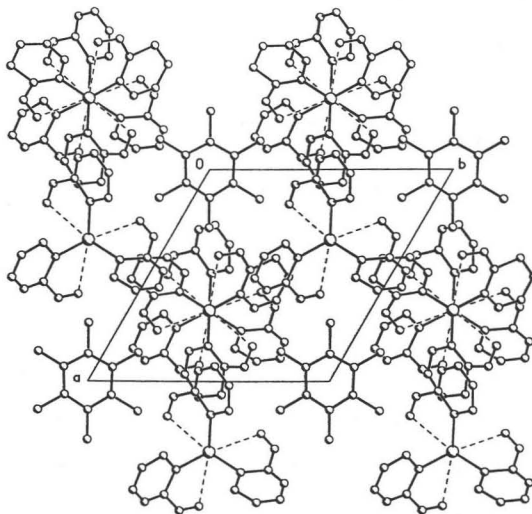
Estructura molecular del compuesto II:



Parámetros cristalográficos y refinamiento estructural para el compuesto II.

Datos		Datos	
Difractómetro	Bruker Smart Apex CCD	Reflexiones estándar	97 de cada 97
Temperatura	293 K	Intervalo de θ	2.06 a 24.98°
Tamaño del cristal	0.134 x 0.066 x 0.064 mm	Intervalo de índices	-14 ≤ h ≤ 14 -14 ≤ k ≤ 14 -30 ≤ l ≤ 31
Fórmula empírica	C ₂₁ H ₁₅ O ₃ Sb, 0.3*C ₇ H ₈	Reflexiones colectadas	9581
Peso molecular	467.12	Reflexiones independientes	2744
Sistema cristalino	Romboedral	Método de refinamiento	Métodos cuadrados matriz completa
Grupo espacial	R3	G. O. F.	1.007
Dimensiones de la celda unitaria	a = 12.3310 Å α = 90° b = 12.3310 Å β = 90° c = 26.517 Å γ = 120°	Coefficiente de absorción	1.202 mm⁻¹
Volumen	3491.8 Å³	R final	R1 = 0.0588 wR2 = 0.1735
Z	6		
Densidad teórica	1.333Mg/m³		

Celda unitaria del compuesto II:

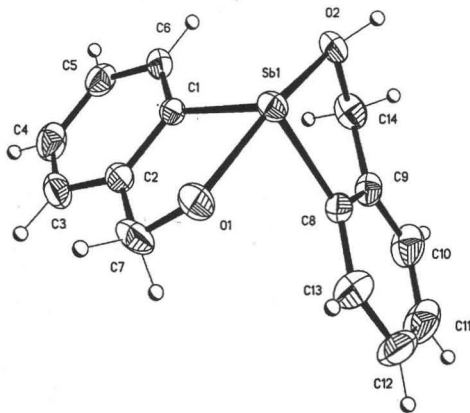


Distancias y ángulos de enlace representativos para el compuesto II.

Distancias de enlace	(Å)
Sb-C(1)	2.207
Sb-O(1)	2.899
Sb-O(2)	2.899

Ángulos de enlace	°	Ángulos de enlace	°
C(1)-Sb-C(1A)	96.1	C(1B)-Sb-O(1)	80.4
C(1)-Sb-C(1B)	96.1	C(1A)-Sb-C(1B)	96.1
C(1)-Sb-O(1)	68.4	C(7)-O(1)-Sb	101.0
C(1A)-Sb-O(1)	163.4	C(6)-C(1)-C(2)	113.7

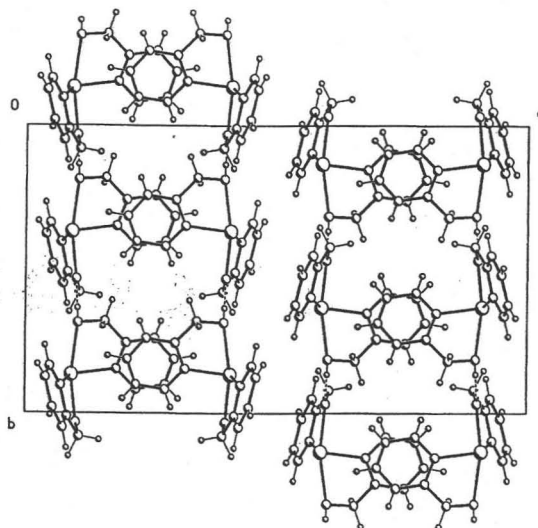
Estructura molecular del compuesto III:



Parámetros cristalográficos y refinamiento estructural para el compuesto III.

Datos		Datos	
Difractómetro	Bruker Smart Apex CCD	Reflexiones estándar	97 de cada 97
Temperatura	293 K	Intervalo de θ	1.75 a 24.99°
Tamaño del cristal	0.134 x 0.066 x 0.064 mm	Intervalo de índices	-10 ≤ h ≤ 10 -14 ≤ k ≤ 14 -27 ≤ l ≤ 27
Fórmula empírica	C ₁₄ H ₁₃ O ₂ Sb	Reflexiones colectadas	18822
Peso molecular	334.99	Reflexiones independientes	2195
Sistema cristalino	Ortorrómbico	Método de refinamiento	Métodos cuadrados matriz completa
Grupo espacial	P b c a	G. O. F.	0.990
Dimensiones de la celda unitaria	a = 8.6368 Å α = 90°	Coeficiente de absorción	2.202 mm ⁻¹
	b = 12.3974 Å β = 90°		
	c = 23.253 Å γ = 90°		
Volumen	2489.8 Å ³	R final	R1 = 0.0354 wR2 = 0.0621
Z	8		
Densidad teórica	1.787 Mg/m ³		

Celda unitaria del compuesto III:

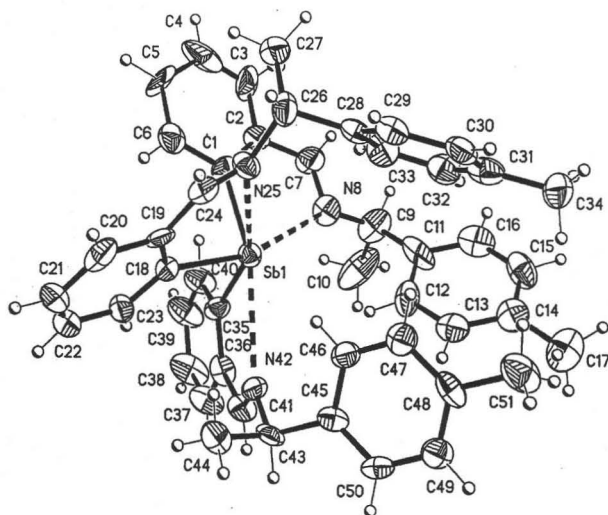


Distancias y ángulos de enlace representativos para el compuesto III.

Distancias de enlace	(Å)
Sb-C(1)	2.128
Sb-C(8)	2.145
Sb-O(1)	2.056
Sb-O(2)	2.458

Ángulos de enlace	°	Ángulos de enlace	°
O(1)-Sb-C(1)	80.45	C(1)-Sb-O(2)	81.46
O(1)-Sb-C(8)	90.97	C(8)-Sb-O(2)	73.55
C(1)-Sb-C(8)	96.56	C(7)-O(1)-Sb	113.8
O(1)-Sb-O(2)	154.60	C(14)-O(2)-Sb	109.2

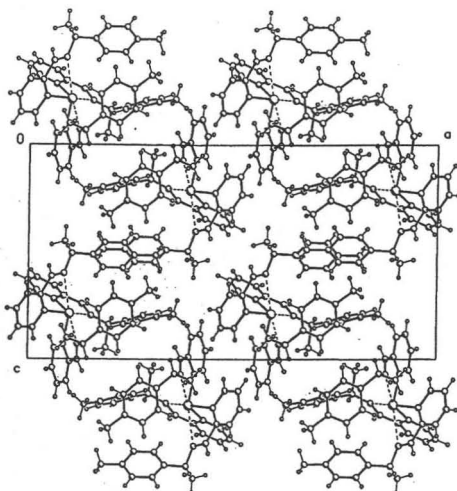
Estructura molecular del compuesto IV:



Parámetros cristalográficos y refinamiento estructural para el compuesto IV.

Datos		Datos	
Difractómetro	Bruker Smart Apex CCD	Reflexiones estándar	97 de cada 97
Temperatura	293 K	Intervalo de θ	1.43 a 25.07°
Tamaño del cristal	0.538 x 0.084 x 0.032 mm	Intervalo de índices	-33 ≤ h ≤ 33 -12 ≤ k ≤ 12 -16 ≤ l ≤ 16
Fórmula empírica	C ₄₈ H ₄₈ N ₃ Sb	Reflexiones colectadas	17409
Peso molecular	788.64	Reflexiones independientes	7409
Sistema cristalino	Monoclínico	Método de refinamiento	Métodos cuadrados matriz completa
Grupo espacial	C2	G. O. F.	1.009
Dimensiones de la celda unitaria	a = 28.482 Å α = 90° b = 10.5400 Å β = 90.2° c = 14.1301 Å γ = 90°	Coefficiente de absorción	0.685 mm ⁻¹
Volumen	4241.8 Å ³	R final	R1 = 0.0603 wR2 = 0.1034
Z	4		
Densidad teórica	1.235 Mg/m ³		

Celda unitaria del compuesto IV:

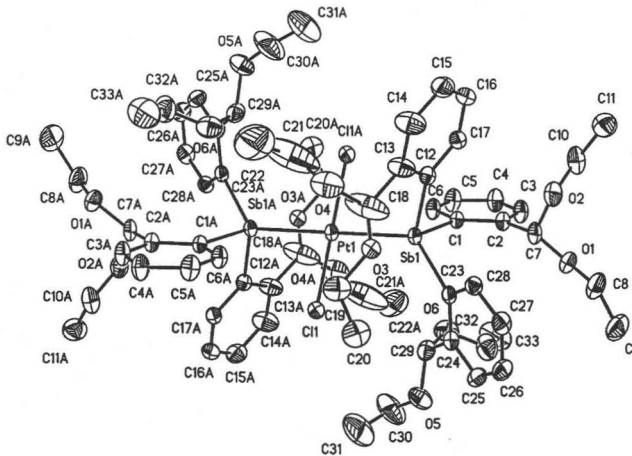


Distancias y ángulos de enlace representativos para el compuesto IV.

Distancias de enlace	(Å)
Sb-N	2.922 (promedio)
Sb-C(1)	2.189
Sb-C(18)	2.186
Sb-C(1)	2.235

Ángulos de enlace	°	Ángulos de enlace	°
C(1)-Sb-C(18)	96.6	C(35)-Sb-N(25)	158.0
C(1)-Sb-C(35)	93.1	N(42)-Sb-N(25)	117.8
C(18)-Sb-N(42)	78.1	C(1)-Sb-N(8)	65.3
C(35)-Sb-N(42)	68.1	C(18)-Sb-N(8)	160.5
C(1)-Sb-N(25)	77.0	C(35)-Sb-N(8)	81.3
C(18)-Sb-N(25)	68.8	N(25)-Sb-N(8)	111.1

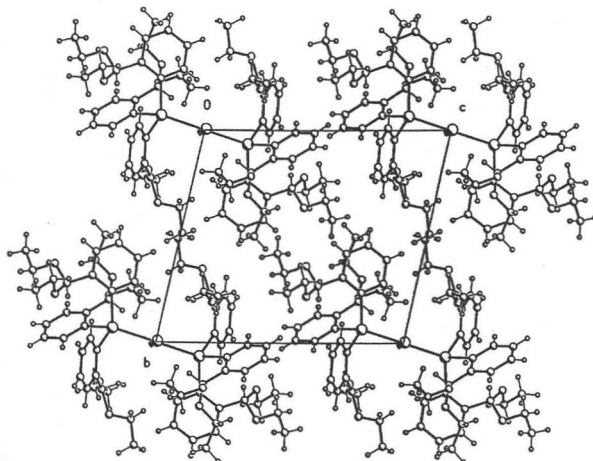
Estructura molecular del compuesto V:



Parámetros cristalográficos y refinamiento estructural para el compuesto V.

Datos		Datos	
Difractómetro	Bruker Smart Apex CCD	Reflexiones estándar	97 de cada 97
Temperatura	293 K	Intervalo de θ	1.78 a 32.52°
Tamaño del cristal	0.212 x 0.196 x 0.164 mm	Intervalo de índices	-16 ≤ h ≤ 16 -18 ≤ k ≤ 18 -21 ≤ l ≤ 21
Fórmula empírica	C ₆₆ H ₉₀ Cl ₂ O ₁₂ PtSb ₂	Reflexiones colectadas	33943
Peso molecular	1584.87	Reflexiones independientes	12248
Sistema cristalino	Triclinico	Método de refinamiento	Métodos cuadrados matriz completa
Grupo espacial	P-1	G. O. F.	0.992
Dimensiones de la celda unitaria	a = 10.7275 Å α = 101.5° b = 12.3149 Å β = 91.7° c = 14.2174 Å γ = 108.2°	Coefficiente de absorción	2.936 mm ⁻¹
Volumen	1723.7 Å ³	R final	R1 = 0.0527 wR2 = 0.0945
Z	1		
Densidad teórica	1.527 Mg/m ³		

Celda unitaria del compuesto V:



Distancias y ángulos de enlace representativos para el compuesto V.

Distancias de enlace	(Å)
Pt-Sb	2.582 (promedio)
Sb(1)-C(1)	2.153
Sb(1)-C(12)	2.151
Sb(1)-C(23)	2.143
Pt-Cl	2.293 (promedio)

Ángulos de enlace	°	Ángulos de enlace	°
Cl(1)-Pt-Cl(1*)	180.00	C(23)-Sb-C(12)	102.32
Cl(1)-Pt-Sb(1*)	84.40	C(23)-Sb-C(1)	103.82
Cl(1*)-Pt-Sb(1*)	95.60	C(12)-Sb-C(1)	102.84
Cl(1)-Pt-Sb(1)	95.60	C(23)-Sb-Pt	127.66
Cl(1*)-Pt-Sb(1)	84.40	C(12)-Sb-Pt	107.49
Sb(1*)-Pt-Sb(1)	180.00	C(1)-Sb-Pt	110.00

II. *tris* (o-Benzaldehído) estibina

La geometría alrededor del átomo de antimonio es bipirámide pentagonal distorsionada, con las posiciones axiales ocupadas por un átomo de oxígeno y por el par de electrones libre del antimonio. La celda unitaria contiene 3 moléculas cristalográficamente independientes. El promedio de las distancias de enlace Sb-C en II es de 2.207 Å, valor ligeramente mayor en comparación con otras estibinas⁽²⁷⁻³³⁾. El compuesto es tipo cis exo y presenta quiralidad helicoidal, sin embargo, a causa del empaquetamiento que adoptan las moléculas, se tiene presente una mezcla racémica de hélices tipo P(+) y tipo M(-), por lo que no se presenta actividad óptica.

III. [2-(3*H*-benzo[*c*][1,2]oxastibol-1-il)-fenil]-metanol.

El compuesto III presenta una geometría de bipirámide trigonal distorsionada alrededor del átomo de antimonio, considerando el par de electrones libre. La celda unitaria contiene ocho moléculas cristalográficamente independientes, presentando interacciones de puentes de hidrógeno. El promedio de las distancias de enlace Sb-C en III es 2.1365 Å, valor ligeramente menor comparado con el encontrado en otras estibinas⁽²⁷⁻³³⁾ como: 2.155 Å en Ph₃Sb; 2.1558 Å en (2-metilfenil) estibina; y 2.190 Å en tris (2,6-dimetil) estibina. La distancia del enlace Sb-O(1) es de 2.056 Å, mientras que para el enlace Sb-O(2) es de 2.458 Å, distancia que es mucho mayor que la distancia Sb-O reportada para el compuesto Me₃Sb(OH)₂ (2.027 Å)⁽⁵⁴⁾, observándose una clara interacción intramolecular entre el Sb y el oxígeno (2).

IV. 1-[2-(bis-{2-[(1-*R-p*-toliletilimino)metil]fenil}estibanil)benz-*E*-ilideno)-(1-*R-p*-toliletil)amina.

La molécula es monomérica, observándose giros en los anillos aromáticos unidos al átomo de antimonio. Cada una de las fracciones imina presentan una configuración E. La configuración absoluta de la fracción fenil etil imino es R. El diastereómero que parece

haber cristalizado es el que posee quiralidad tipo P (+), presentando rotación óptica con $[\alpha] = +0.721$.

La celda unitaria del compuesto IV contiene cuatro moléculas cristalográficamente independientes, presentando interacciones intramoleculares Sb...N cuyo valor promedio de longitud de enlace (2.922 Å) es menor que la suma de los radios de Van der Waals⁽⁵⁵⁾ (3.74 Å), pero éstas distancias son mayores que la longitud del enlace covalente de 2.11 Å⁽⁵⁵⁾, resultado que indica la formación de enlaces de hipervalencia entre el átomo de antimonio y el átomo de nitrógeno. Considerando el par de electrones del átomo de antimonio y los enlaces de coordinación intramolecular, la geometría alrededor de ese átomo en el compuesto IV es una bipirámide pentagonal [$C^1C^{18}C^{35}N^8N^{25}N^{42}$], en la que las posiciones axiales están ocupadas por un átomo de nitrógeno y por el par de electrones libre del antimonio.

V. *trans*-dicloro-bis (tris (*o*-Benzaldehído dietil acetal) estibina) platino (II).

En éste compuesto, la geometría alrededor del átomo de antimonio es tetraédrica distorsionada. El átomo de platino se encuentra en una geometría cuadrada plana distorsionada, en la que los dos átomos de cloro yacen en una configuración *trans*. El enlace Pt-Cl presenta una longitud de 2.293 Å y no es mayor a la longitud de enlace Pt-Cl reportada para el compuesto *cis*-[PtCl₂(SbPh₃)₂] (2.338 Å)⁽⁵⁶⁾. La longitud de enlace Pt-Sb (2.582 Å) es mayor a la longitud Pt-Sb observada para el complejo *trans*-[PtBrPh(SbPh₃)₂] (2.548 Å)⁽²¹⁾, lo cual podría atribuirse a la presencia del grupo fenilo, sin embargo, ésta información concuerda con la distancia Pt-Sb encontrada en el compuesto *trans*-[PtI₂(SbPh₃)₂]⁽¹⁹⁾, siendo su valor promedio de 2.552 Å.

4.4 Resonancia magnética nuclear

Los espectros de RMN-¹H de cada uno de los compuestos sintetizados muestran los desplazamientos químicos correspondientes a los protones aromáticos, además de las señales de las diversas porciones orgánicas que caracterizan a cada compuesto.

La asignación de las señales de los protones fue comprobada por experimentos de correlación bidimensional protón-protón (COSY) y protón-carbono (HETCOR). En la figura 4.2 se muestran los compuestos sintetizados con los átomos de hidrógeno y de carbono numerados. Dicha numeración es la empleada en las tablas 4.3 y 4.4, en las cuales se muestran los desplazamientos químicos de los átomos de carbono e hidrógeno más representativos.

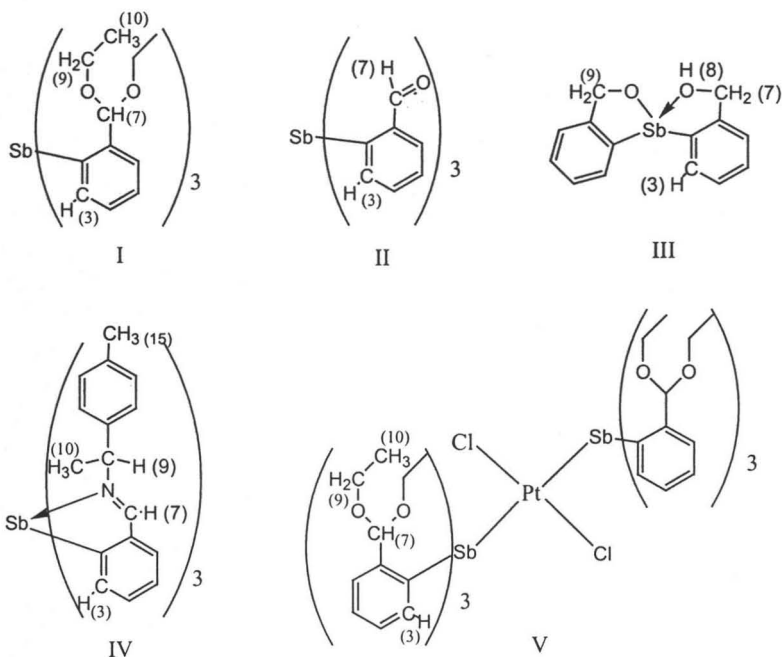


Figura 4.2: Protones seleccionados para el análisis de los compuestos.

Compuesto	Desplazamientos químicos representativos (ppm) de RMN- ¹ H para los compuestos sintetizados							
	H(3)	H(4),H(6)	H(5)	H(7)	H(8)	H(9)	H(10)	H(15)
I	7.5782(d)	7.2943(m)	7.0590(t)	5.7724(s)	-	3.4108(c)	1.1142(t)	-
II	7.5289(d)	7.2245(m)	7.0461(m)	10.1413(s)	-	-	-	-
III	7.9146(m)	7.9146-7.2879 (m)		4.6135(s)	4.9664(s)	4.7441(s)	-	-
IV	7.5690(d)	7.3263(m)	7.0819(m)	8.4664(s)	-	4.3503(c)	1.1197(s)	2.2131(s)
V	7.6954(d)	7.6011-7.0873		5.7037(s)	-	3.4300(c)	0.9540(t)	-

Tabla 4.3: Desplazamientos químicos en ppm de los protones más representativos de cada compuesto.

En la caracterización estructural se observa la interacción Sb-N, siendo posible detectar evidencias indirectas de tal interacción en los estudios de RMN-¹H del compuesto IV.

En el espectro de RMN-¹H del compuesto IV a temperatura ambiente ya no se observa el desplazamiento químico debido a la presencia del grupo -CHO, apareciendo en su lugar un singulete en 8.4664 ppm, señal que puede ser asignada al protón del grupo azometano. Una pequeña banda ancha con forma de cuarteto en 4.35 ppm es atribuida al protón (H9). Dos señales diferentes de metilo (H10) aparecen como señales simples en 0.7754 ppm y 1.4869 ppm, presentando una relación de integrales de 2:1, mostrando dos ambientes químicos diferentes para dichos grupos. También es posible observar dos señales dobles en 6.5791 ppm y 6.7925 ppm generadas por los protones aromáticos (H11).

La separación de señales de los protones (H9) y de los protones (H15) se observan a una temperatura de 10 °C con señales en 4.3155 ppm y 4.3879 ppm para los protones (H9), y de 2.1627 ppm y 2.2250 ppm para los protones (H15). Cuando el espectro es obtenido a una temperatura de 5 °C se obtiene una mayor definición, observándose la mayoría de las señales duplicadas en una relación 2:1. Sin embargo, aún se observa el ensanchamiento de las bandas. Al disminuir la temperatura y obtener el espectro a -20 y -40 °C se aprecia una

mayor separación en las señales, apareciendo dos cuartetos en 4.4172 ppm y 4.3118 ppm para los protones (H9), debido a que éstos grupos presentan un ambiente químico diferente.

De forma similar, aparecen señales de dos grupos metilo (H15) en 2.2414 ppm y 2.1169 ppm, con una relación de 2:1. La separación de los protones (H7) se observa en la temperatura de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, alcanzando la máxima separación de señales (8.5113 ppm y 8.4985 ppm) hasta una temperatura de $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, observándose claramente las separaciones de los protones aromáticos. A una temperatura de $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ se puede apreciar la equivalencia de los grupos al desaparecer las señales duplicadas, aunque aún se observa un ligero ensanchamiento en las señales de los protones del metilo (H10) y del protón (H9), situación que ya no se presenta a una temperatura de $55\text{ }^{\circ}\text{C}$, en donde se ve con claridad la señal cuádruple generada por el protón (H9). Lógicamente, si no existieran las interacciones Sb-N, los tres grupos imino presentarían el mismo desplazamiento químico y no las señales dobles presentes en el análisis, siendo esto una clara evidencia de dichas interacciones.

Además, también puede verse una mayor desprotección en el protón aromático (H3) (señal en 7.5690 ppm) en comparación con el compuesto de fósforo (*tris* {2-[(s)- α -metilbenzilimino]} trifeníl fosfina) en el que aparece una señal en 6.87 ppm⁽⁵⁷⁾, lo cual es un reflejo de la mayor interacción $d\pi-p\pi$ entre el antimonio y el carbono aromático. El análisis por difracción de rayos X de monocristal del compuesto IV revela la existencia de enlaces de coordinación intramolecular entre el átomo de antimonio y los átomos de nitrógeno, generando una geometría alrededor del átomo de antimonio de bipirámide pentagonal, con un grupo imino no equivalente ocupando una de las posiciones axiales, confirmándose así la información obtenida por RMN- ^1H .

Resultados y Discusión

Compu esto	Desplazamientos químicos representativos (ppm) de RMN- ¹³ C para los compuestos sintetizados					
	C(2)	C(3)	C(7)	C(9)	C(10)	C(15)
I	138.0390	132.8175	101.3817	62.4648	15.3035	-
II	137.3520	135.0466	194.6357	-	-	-
III	136.8023	133.4893	63.8084	65.7473	-	-
IV	138.5428	135.6115	161.1845	71.042	30.901	21.0288
V	144.3750	140.0085	102.7253	61.3198	14.8607	-

Tabla 4.4: Desplazamientos químicos en ppm de los carbonos más representativos de cada compuesto.

A pesar de que los compuestos I y II presentan quiralidad y se esperaría un ambiente químico diferente para cada sustituyente, se observan señales equivalentes, debido a una barrera energética rotacional muy pequeña que presentan los sustituyentes en disolución. Sin embargo, es posible apreciar el mayor desplazamiento químico de los protones aromáticos de dichos compuestos (7.9371 ppm para el compuesto (I) y 7.5289 ppm para el compuesto (II)) a consecuencia del enlace $d\pi-p\pi$ entre el metal y el carbono aromático comparados con los compuestos tris-[2-carboxaldehído] trifenil fosfina y tris-[2-(1,3-dioxolan-2-il)fenil] fosfina (7.6 ppm y 6.87 ppm, respectivamente)⁽⁵⁷⁾.

En el compuesto III se aprecia una señal simple en 4.6135 ppm correspondiente a los protones del metileno (H7), cuyo desplazamiento químico resulta ligeramente mayor en comparación con el observado en el compuesto de fósforo tris[2-(hidroximetil)fenil]-fosfano (4.584 ppm), además de presentarse nuevamente un mayor desplazamiento en el protón (H6) (7.9146 ppm) en comparación con la fosfina (7.619 ppm). También se presenta un acoplamiento entre los protones (H9) con el protón del grupo -OH (H8), ocasionado por el enlace Sb-O y por la interacción intramolecular encontrada en el análisis cristalográfico.

Por otra parte las señales de RMN- ^1H del complejo de platino aparecen en el mismo orden que las del ligante, pero presentando un ligero desplazamiento a campo bajo, provocado por una disminución en la densidad de carga presente en los anillos aromáticos ocasionada por la acción aceptora del metal central Pt (II).

Al igual que en RMN- ^1H , en RMN- ^{13}C se observa el mayor desplazamiento del carbono (C3), indicando la presencia del enlace $d\pi-p\pi$. La señal del carbono (C2) también se desplaza como consecuencia del átomo de antimonio (electropositivo) unido a él.

V. CONCLUSIONES.

Los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación aportan importantes conocimientos a la química de los compuestos organoantimónicos, continuando con el estudio de ligantes que presentan interacciones intramoleculares de hipervalencia Sb-N por medio de estudios de difracción de rayos X de monocristal. A continuación se presentan las conclusiones obtenidas a partir de la investigación realizada para el desarrollo de ésta tesis:

- a) Se logro la síntesis de una nueva imina conteniendo en su estructura un átomo de antimonio y que presenta interacciones intramoleculares Sb-N (compuesto IV), en donde el átomo de antimonio presenta un número de coordinación mayor del esperado, presentándose una estructura pseudo-heptacoordinada.
- b) La técnica de rayos x de monocristal revela que, en estado sólido, no existen enlaces intermoleculares y sólo una interacción por puentes de hidrógeno en el compuesto III, por lo que todos los compuestos sintetizados son monoméricos.
- c) La técnica de RMN-¹H revela la existencia de un ambiente químico distinto para uno de los sustituyentes imino en el compuesto IV, lo cual provoca una diferencia en los desplazamientos químicos de dicho sustituyente y genera una separación de señales en una relación 2 a 1. Además, lo anterior también es una evidencia indirecta de las interacciones intramoleculares Sb-N presentes en el compuesto IV. La contribución del enlace $d\pi-p\pi$ se hace evidente al observarse un mayor desplazamiento en las señales de los carbonos C2 y C3 en todos los compuestos.
- d) Se comprobó la eficacia de la estibina I como ligante monodentado, como puede observarse en el compuesto V.

- e) Las estibinas II y IV son tipo tripodales, ya que pueden coordinarse empleando el átomo de antimonio y los tres heteroátomos de los sustituyentes (O para el compuesto II y N para el compuesto IV).

Finalmente, las perspectivas que este trabajo ha planteado son muchas y se encuentran en áreas diversas. El estudio de las propiedades de los ligantes estibínicos en presencia de otros metales de transición, y en especial de su aplicación en sistemas de catálisis homogénea, constituirá un proyecto de gran interés.

En el área de la química de coordinación, será interesante estudiar las propiedades de los ligantes II y IV actuando de manera tripodal, de forma semejante en la que actúan algunos análogos de fósforo y arsénico.

El estudio de todos los compuestos por las distintas técnicas de análisis térmico será de vital importancia para la determinación de su posible utilidad como precursores en el desarrollo de materiales con aplicaciones en dispositivos electrónicos.

VI. REFERENCIAS.

1. Lowig, C.; Schweizer, E. *Liebigs Ann. Chem* **1850**, 75, 315.
2. Liu, yong-Hong; Liu, Xiao-Lan; Lei, Xin-You; Liu, Liiu; Wang, yun-Pu *Yingyoung Huaxue* **2001**, 18(2), 146; *Chemical Abstracts* **2001**, 134, 341802x.
3. Sharma, P.; Cabrera, A.; Arias, J.L.; Le Legadec, R.; Manzo, R.L.; Sharma, M. *Main Group Met. Chem.* **1999**, 22, 95.
4. Gómez, R. M.; Sharma P.; Arias, J.L.; Pérez, J. F.; Velasco, L.; Cabrera, A. J. *Molecular Catálisis (A)* **2001**, 170, 271.
5. Thayer, J. S. "Organometallic Compounds and living organisms", Academic Press, Orlando, **1984**.
6. Berry, A. *Polyhedron* **1999**, 18, 2690.
7. Stauf, G.T., Gaskill, D.K.; Bottka, N.; Gedridge Jr., R. W. *Appl Phys. Lett.* **1991**, 58, 1311.
8. Gedridge Jr., R.W.; Lee, K.E.; Lowe-Ma, C. *Chem Mater.* **1993**, 5,979.
9. Shin, J.; Hsu, W.; hsu, T. C.; Stringfellow, G. B.; Geddrige Jr.; R. W. *J. Electron Mater.* **1995**, 24, 1563.
10. David, A.; Cowley, A. H.; Ruiz, J. *Inorg. Chim. Acta* **1992**, 198, 271.
11. Murafuji, T.; Mutoh, T.; Satoh, K.; Tsunenary, K.; Azum, N.; Suzuki, H. *Orgenometallics* **1995**, 14, 3848.
12. Weimann, M.; Gehrig, A.; Schiemenz, B.; Huttner, G. Nuber, B.; Reinwald, G.; Lang, H. *J. Organomet. Chem.* **1998**, 563, 61.
13. Ikowa, M.; tomoda, S. *J. Org. Chem.* **1995**, 60, 5299.

14. Breunig, H. J.; Ghesner, I.; Ghesner, M. E.; Lork, E. *Inorg. Chem.* **2003**, *42*, 1751.
15. Tokunaga, T.; Seki, H.; Yasuike, S.; Ikoma, M.; Kurita, J. Yamaguchi, K. *Tetrahedron* **2000**, *56*, 8833.
16. Tokunaga, T.; Seki, H.; Yasuike, S.; Ikoma, M.; Kurita, J. Yamaguchi, K. *Tetrahedron Lett.* **2000**, *41*, 1031.
17. Carmalt, C. J.; Waslsh, D.; Cowley, A. H.; Norman, N. C. *Organometallics* **1997**, *16*, 3597.
18. Opris, L. M.; Silvestru, A.; Silvestru, C.; Breunig, H. J. ; Lork, E. *J. Chemical, Soc., Dalton Trans.* **2003**, 4367.
19. Wendt, O. F.; Elding, L. I. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1997**, 4725.
20. Wendt, O. F.; Scodinu, A.; Elding, L. I. *Inorg. Chim. Acta* **1998**, *277*, 237.
21. Sharma, P.; Cabrera, A.; Sharma, M.; Álvarez, C.; Arias, J. L.; Gómez, R. M.; Hernández, S. Z. *Anorg. Alleg. Chem.* **2000**, *626*, 2330-2334.
22. Cotton, F. A.; Wilkinson, G. "Química Inorgánica Avanzada" 4ta edición, Editorial Limusa, México, **1988**, pp 533- 541.
23. Gillespie, R. J. *J. Chem. Ed.* **1963**, *40*, 295.
24. Gillespie, R. J. *J. Chem. Ed.* **1970**, *47*, 18.
25. Norman, N. C. "Chemistry of Arsenic, Antimony and Bismuth" , primera edición, Ed. Academic Press, Londres, **1976**.
26. Kwuart, H.; King, K. "*d*-Orbital in the Chemistry of Silicon, Phosphorous and Sulfur", Springer-Verlag, **1977**.

27. Ates, A.; Breunig, H. J.; Ebert, K. H.; Kaller, R.; Drager, M.; Behrens, U. Z.;
Naturforsch B Chem. Sci. **1992**, *47*, 503.
28. Sobolev, A. N.; Romm, I. P.; Belsky, V. K.; Syufina, O. P.; Guryanova, E. N. J.
Organomet. Chem. **1979**, *209*, 49.
29. Sobolev, A. N.; Romm, I. P.; Belsky, V. K.; Syufina, O. P.; Guryanova, E. N. J.
Organomet. Chem. **1979**, *179*, 153.
30. Adams, E. A.; Collis, J. W.; Pennington, W. T. *Acta Cryst. C* **1990**, *C46*, 917.
31. Sharma, P.; Rosas, N.; Rama Shankar, A.; Toscano, A.; Hernández, S.; Cabrera, A.
Main Group Met. Chem. **1996**, *19*, 21.
32. Sharma, P.; Rosas, N.; Espinosa, G.; Cabrera, A. *Acta Cryst. C* **1996**, *C52*, 889
33. Sharma, P.; Cabrera, A.; Rosas, N.; Le Legadec, R.; Hernández, S.; Valdes, J.;
Arias, J. L.; Ambrouse, C. V. *Main Group Met. Chem.* **1998**, *21*, 303.
34. Baugman, E. C. "The Chemistry of Non-aqueous Solvents", Vol. 4 Academic Press,
Londres, **1976**, pp. 129.
35. Emsley, J. "The Elements" 3era edición, Ed. Oxford University Press, EUA, **1989**.
36. Breunig, H. J.; Ghesner, I. *Advances in Organomet. Chem.* **2003**, *49*, 95.
37. McAuliffe, C. A. "Transition Metal Complexes of Phosphorous, Arsenic and
Antimony Ligands", Macmillan Press, London, **1973**, pp. 207-255.
38. (a) Schwab, P.; Mahr, N.; Wolf, J.; Werner, H. *Angew. Chem, Ed. Engl.* **1994**, *33*,
97.
(b) Herber, U.; Weberndörfer, B.; Werener, H. *Angew. Chem, Ed. Engl.* **1999**, *38*,
1609.
39. Breunig H. J.; Denker, M.; Ebert, K. H. *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1994**, 875.

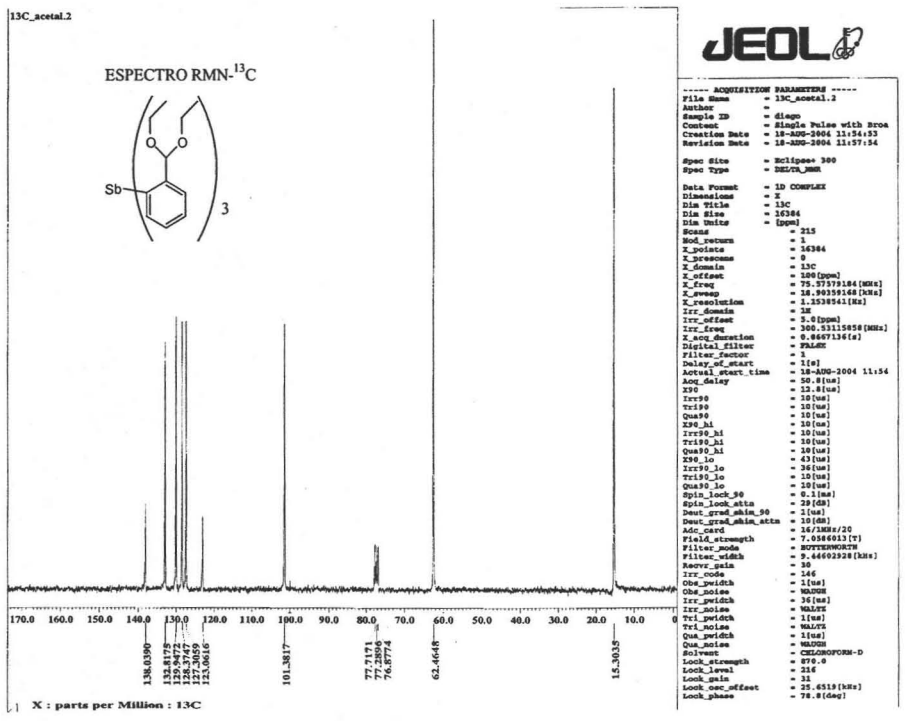
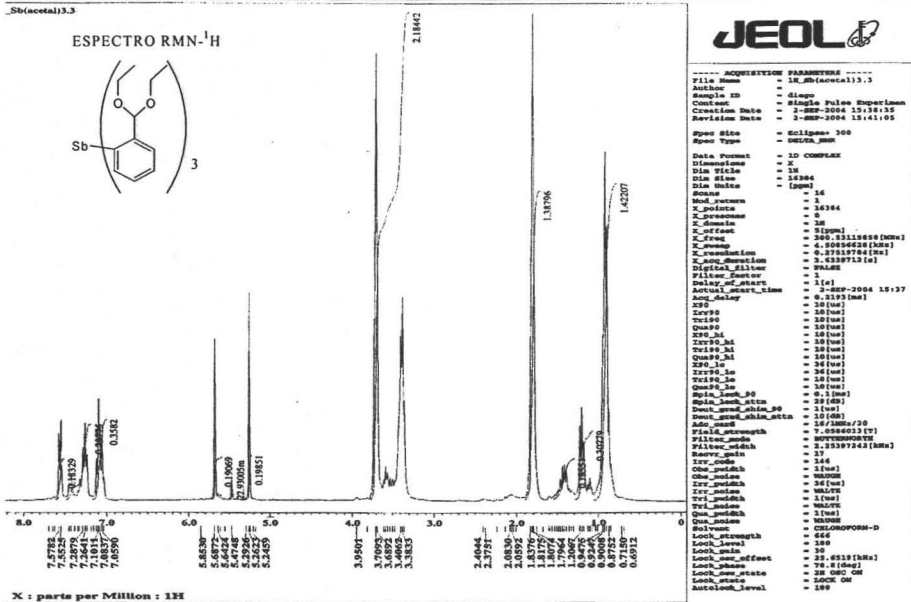
40. Althaus, H.; Breunig H. J.; Lork, E. *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1999**, 1971.
41. Breunig, H. J.; Jönsson, M.; Rösler, R.; Lork, E. *J. Organomet. Chem.* **2000**, *608*, 60.
42. Gillespie, R. J.; Hargittai, I. "The VSEPR Model of Molecular Geometry" Allyn and Bacon, Boston, MA. **1991**.
43. Wendt, O. F.; Elding, L. I. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1997**, 4725-4731.
44. Langford, C. H.; Gray, H. B. "Ligand Substitution Processes", W. A. Benjamin, New York, **1965**.
45. Omae, I. *Chem. Rev.* **1979**, *79*, 287.
46. Matsuda, S.; Kikkawa, S.; Omae, I. *Kogyo Kagaku Zasshi*, **1966**, *69*, 646; *Chem. Abstr.* **1966**, *65*, 18612e.
47. Schiff, H. *Ann. Chim. (Paris)*, **1864**, *131*, 118.
48. Wilkinson, G.; Gillard, R. D.; McLaverty, J. A. "Comprehensive Coordination Chemistry. The Synthesis, Reactions, Properties and Applications of Coordination Compounds" Vol. 2 Ligands, Pergamon Press, New York, **1987**, pp. 715-738.
49. Powell, P. "Principles of Organometallic Chemistry" 2da edición, Chapman and Hall, New York, **1988**, pp. 20-23.
50. Wade, L. G. Jr. "Química Orgánica" 2da edición. Prentice-Hall Hispanoamericana, S. A. México **1993**, pp. 855-858.
51. Angellucci, R. J. "Síntesis and Technique in Inorganic Chemistry", W. B. Saunders Company. Philadelphia, **1969**, pp. 9, 10.
52. Shriver, D. F.; Drezdson, M. A. "The Manipulation of Air-Sensitive Compounds" 2da edición, Pergamon Press, Gran Bretaña, **1998**.

Referencias

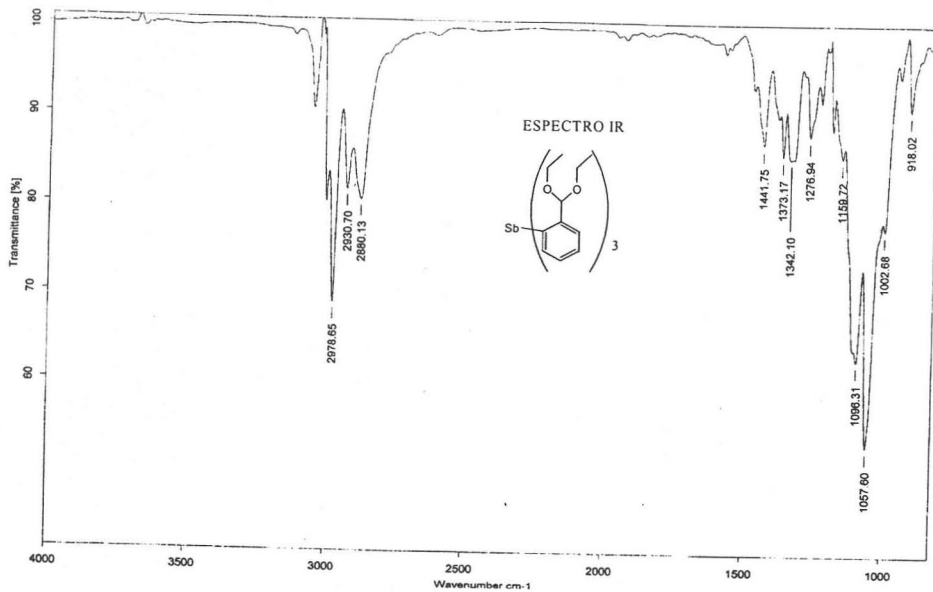
53. Sharma, P.; Castillo, D.; Rosas, N.; Cabrera, A.; Gómez, E.; Toscano, A.; Lara, F.; Hernández, S.; Espinosa, G. *J. Organomet. Chem.* **2004**, *689*, 2593-2600.
54. Westhoff, T.; Huber, F.; Ruther, R.; Preut, H. *J. Organomet. Chem.* **1988**, *352*, 107-113.
55. Emsley, J. "The Elements" 3ra edición, Clarendon, Oxford, **1998**.
56. Wendt, O. F.; Scodinu, A.; Elding, L. I. *Inorg. Chim. Acta.* **1998**, *227*, 237.
57. Whitnall, M. R.; Hii, K. K.; Thornton-Pett, M.; Kee, T. P. *J. Organomet. Chem.* **1997**, *529*, 35-50.

APÉNDICE

Referencias

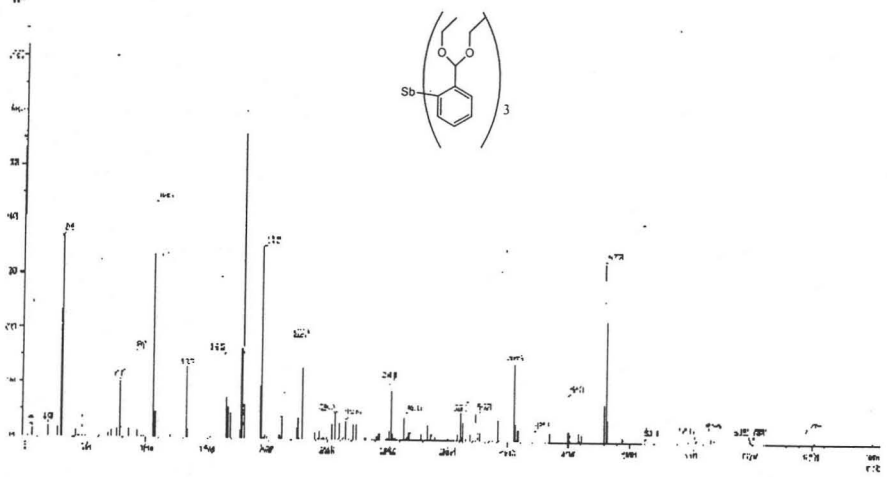


Referencias



: I-21-03-2014 /
 Lab. de Química Orgánica /
 Curso: 2013-14 /
 Tema: Síntesis Orgánica /
 Fecha: 03/03/14 /
 Alumno: [Nombre] /
 Profesor: [Nombre] /
 Título: [Título] /
 Fecha: [Fecha] /
 Hora: [Hora] /
 Lugar: [Lugar] /
 Profesor: [Nombre] /
 Fecha: [Fecha] /
 Hora: [Hora] /
 Lugar: [Lugar] /

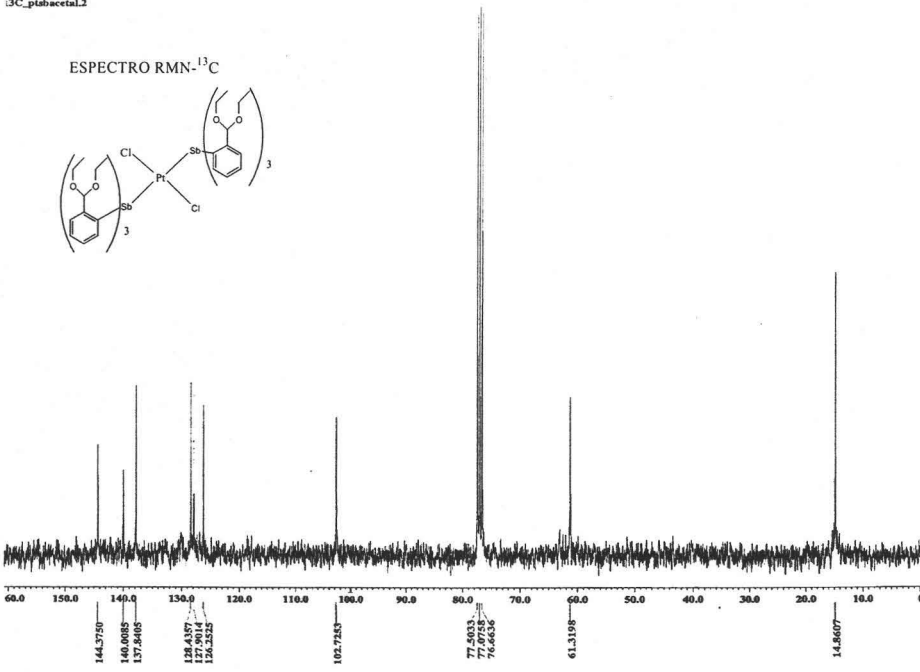
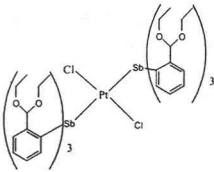
ESPECTROMETRÍA DE MASAS



Referencias

13C_ptabacetal.2

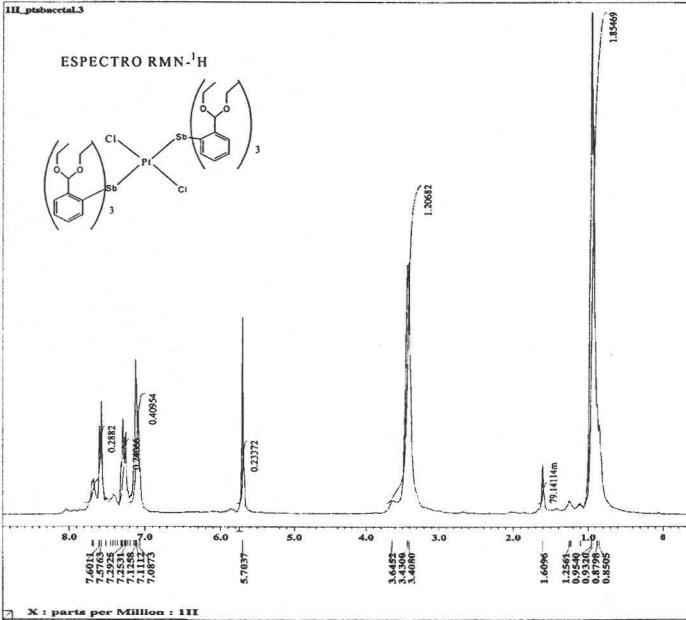
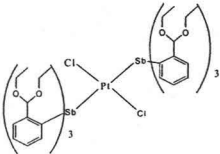
ESPECTRO RMN-¹³C



X : parts per Million : 13C

1H_ptabacetal.3

ESPECTRO RMN-¹H



X : parts per Million : 1H

JEOL

```

----- ACQUISITION PARAMETERS -----
File Name      = 13C_ptabacetal.2
Author        =
Sample ID     =
Content       = Single Pulse Experiment
Creation Date  = 7-FEB-2005 11:03:24
Revision Date  = 7-FEB-2005 11:14:09

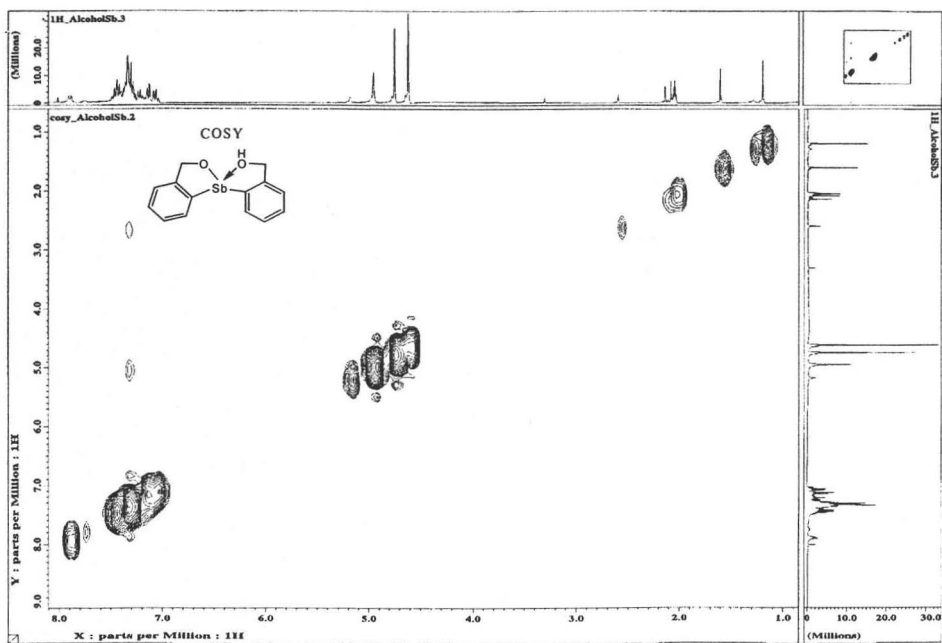
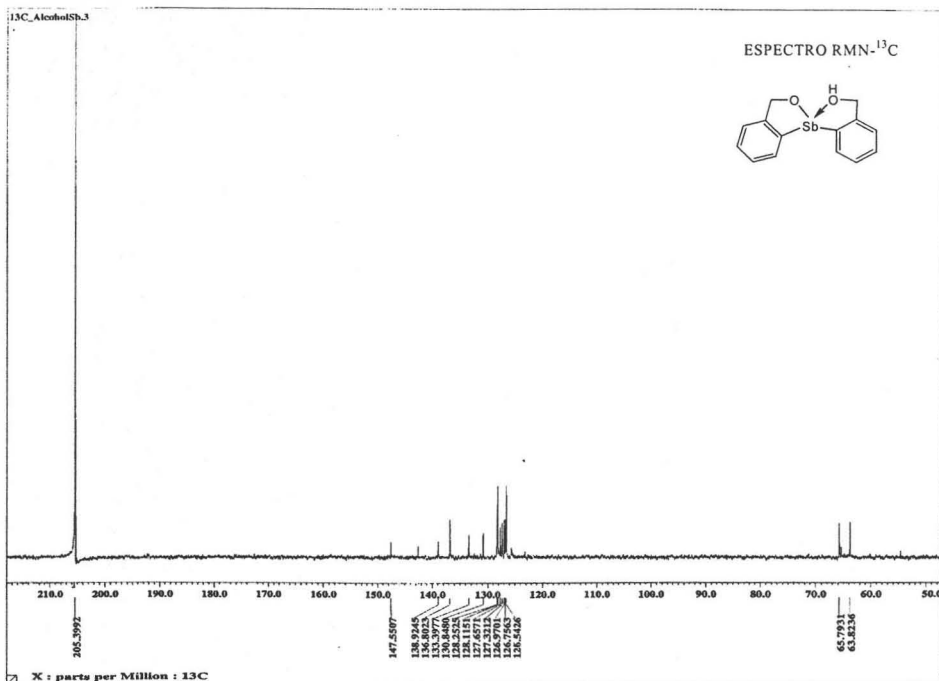
Spco Size     = Scilpex: 300
Spcn Type     = SQUA_SPC

Data Format    = ID COMPLEX
Dimensions    = 2
Dir Title     =
Dir Size      = 16384
Dir Date      = (ppm)
Scan         = 16
Mod_Return    = 2384
X_Posix      = 16
X_Domain     = (ppm)
X_Offset     = 0.000000000
X_Freq       = 125.7613558(MHz)
X_Sweep      = 4.50856428 (kHz)
X_Accuracy   = 0.215978 (Hz)
X_Reso       = 3.6339712 (Hz)
X_Nucleus    = 13C
Filter_Select =
Filter_Factor = 1
Delay_Before_Acquire =
Actual_Start_Time = 7-FEB-2005 11:03
Acq_Delay    = 0.215978 (sec)
ZPG          = 10 (um)
T1RHO       = 10 (um)
T2RHO       = 10 (um)
DQSRHO      = 10 (um)
T1RHO_H1    = 10 (um)
T2RHO_H1    = 10 (um)
DQSRHO_H1   = 10 (um)
T1RHO_L0    = 10 (um)
T2RHO_L0    = 10 (um)
DQSRHO_L0   = 10 (um)
SFO_Lock_On = 1 (Hz)
SFO_Lock_Off = 1 (Hz)
SFO_Grad_Min_Att = 10 (dB)
SFO_Grad_Max_Att = 10 (dB)
SFO_Min_Att = 0.215978 (dB)
Field_Strength = 7.0886013 (T)
Filter_Select = 0.000000000
Filter_Width = 2.53397242 (kHz)
Solve_Param = 146
F1r_Scale    = 146
Obs_Width    = W4000
F1r_Min      = 146
F1r_Max      = W4000
F1r_Min2     = 146
F1r_Max2     = W4000
Obs_Width2   = W4000
F1r_Min2     = 146
F1r_Max2     = W4000
Obs_Width3   = W4000
F1r_Min3     = 146
F1r_Max3     = W4000
Obs_Width4   = W4000
F1r_Min4     = 146
F1r_Max4     = W4000
Obs_Width5   = W4000
F1r_Min5     = 146
F1r_Max5     = W4000
Obs_Width6   = W4000
F1r_Min6     = 146
F1r_Max6     = W4000
Obs_Width7   = W4000
F1r_Min7     = 146
F1r_Max7     = W4000
Obs_Width8   = W4000
F1r_Min8     = 146
F1r_Max8     = W4000
Obs_Width9   = W4000
F1r_Min9     = 146
F1r_Max9     = W4000
Obs_Width10  = W4000
F1r_Min10    = 146
F1r_Max10    = W4000
Obs_Width11  = W4000
F1r_Min11    = 146
F1r_Max11    = W4000
Obs_Width12  = W4000
F1r_Min12    = 146
F1r_Max12    = W4000
Obs_Width13  = W4000
F1r_Min13    = 146
F1r_Max13    = W4000
Obs_Width14  = W4000
F1r_Min14    = 146
F1r_Max14    = W4000
Obs_Width15  = W4000
F1r_Min15    = 146
F1r_Max15    = W4000
Obs_Width16  = W4000
F1r_Min16    = 146
F1r_Max16    = W4000
Obs_Width17  = W4000
F1r_Min17    = 146
F1r_Max17    = W4000
Obs_Width18  = W4000
F1r_Min18    = 146
F1r_Max18    = W4000
Obs_Width19  = W4000
F1r_Min19    = 146
F1r_Max19    = W4000
Obs_Width20  = W4000
F1r_Min20    = 146
F1r_Max20    = W4000
Obs_Width21  = W4000
F1r_Min21    = 146
F1r_Max21    = W4000
Obs_Width22  = W4000
F1r_Min22    = 146
F1r_Max22    = W4000
Obs_Width23  = W4000
F1r_Min23    = 146
F1r_Max23    = W4000
Obs_Width24  = W4000
F1r_Min24    = 146
F1r_Max24    = W4000
Obs_Width25  = W4000
F1r_Min25    = 146
F1r_Max25    = W4000
Obs_Width26  = W4000
F1r_Min26    = 146
F1r_Max26    = W4000
Obs_Width27  = W4000
F1r_Min27    = 146
F1r_Max27    = W4000
Obs_Width28  = W4000
F1r_Min28    = 146
F1r_Max28    = W4000
Obs_Width29  = W4000
F1r_Min29    = 146
F1r_Max29    = W4000
Obs_Width30  = W4000
F1r_Min30    = 146
F1r_Max30    = W4000
Obs_Width31  = W4000
F1r_Min31    = 146
F1r_Max31    = W4000
Obs_Width32  = W4000
F1r_Min32    = 146
F1r_Max32    = W4000
Obs_Width33  = W4000
F1r_Min33    = 146
F1r_Max33    = W4000
Obs_Width34  = W4000
F1r_Min34    = 146
F1r_Max34    = W4000
Obs_Width35  = W4000
F1r_Min35    = 146
F1r_Max35    = W4000
Obs_Width36  = W4000
F1r_Min36    = 146
F1r_Max36    = W4000
Obs_Width37  = W4000
F1r_Min37    = 146
F1r_Max37    = W4000
Obs_Width38  = W4000
F1r_Min38    = 146
F1r_Max38    = W4000
Obs_Width39  = W4000
F1r_Min39    = 146
F1r_Max39    = W4000
Obs_Width40  = W4000
F1r_Min40    = 146
F1r_Max40    = W4000
Obs_Width41  = W4000
F1r_Min41    = 146
F1r_Max41    = W4000
Obs_Width42  = W4000
F1r_Min42    = 146
F1r_Max42    = W4000
Obs_Width43  = W4000
F1r_Min43    = 146
F1r_Max43    = W4000
Obs_Width44  = W4000
F1r_Min44    = 146
F1r_Max44    = W4000
Obs_Width45  = W4000
F1r_Min45    = 146
F1r_Max45    = W4000
Obs_Width46  = W4000
F1r_Min46    = 146
F1r_Max46    = W4000
Obs_Width47  = W4000
F1r_Min47    = 146
F1r_Max47    = W4000
Obs_Width48  = W4000
F1r_Min48    = 146
F1r_Max48    = W4000
Obs_Width49  = W4000
F1r_Min49    = 146
F1r_Max49    = W4000
Obs_Width50  = W4000
F1r_Min50    = 146
F1r_Max50    = W4000
Obs_Width51  = W4000
F1r_Min51    = 146
F1r_Max51    = W4000
Obs_Width52  = W4000
F1r_Min52    = 146
F1r_Max52    = W4000
Obs_Width53  = W4000
F1r_Min53    = 146
F1r_Max53    = W4000
Obs_Width54  = W4000
F1r_Min54    = 146
F1r_Max54    = W4000
Obs_Width55  = W4000
F1r_Min55    = 146
F1r_Max55    = W4000
Obs_Width56  = W4000
F1r_Min56    = 146
F1r_Max56    = W4000
Obs_Width57  = W4000
F1r_Min57    = 146
F1r_Max57    = W4000
Obs_Width58  = W4000
F1r_Min58    = 146
F1r_Max58    = W4000
Obs_Width59  = W4000
F1r_Min59    = 146
F1r_Max59    = W4000
Obs_Width60  = W4000
F1r_Min60    = 146
F1r_Max60    = W4000
Obs_Width61  = W4000
F1r_Min61    = 146
F1r_Max61    = W4000
Obs_Width62  = W4000
F1r_Min62    = 146
F1r_Max62    = W4000
Obs_Width63  = W4000
F1r_Min63    = 146
F1r_Max63    = W4000
Obs_Width64  = W4000
F1r_Min64    = 146
F1r_Max64    = W4000
Obs_Width65  = W4000
F1r_Min65    = 146
F1r_Max65    = W4000
Obs_Width66  = W4000
F1r_Min66    = 146
F1r_Max66    = W4000
Obs_Width67  = W4000
F1r_Min67    = 146
F1r_Max67    = W4000
Obs_Width68  = W4000
F1r_Min68    = 146
F1r_Max68    = W4000
Obs_Width69  = W4000
F1r_Min69    = 146
F1r_Max69    = W4000
Obs_Width70  = W4000
F1r_Min70    = 146
F1r_Max70    = W4000
Obs_Width71  = W4000
F1r_Min71    = 146
F1r_Max71    = W4000
Obs_Width72  = W4000
F1r_Min72    = 146
F1r_Max72    = W4000
Obs_Width73  = W4000
F1r_Min73    = 146
F1r_Max73    = W4000
Obs_Width74  = W4000
F1r_Min74    = 146
F1r_Max74    = W4000
Obs_Width75  = W4000
F1r_Min75    = 146
F1r_Max75    = W4000
Obs_Width76  = W4000
F1r_Min76    = 146
F1r_Max76    = W4000
Obs_Width77  = W4000
F1r_Min77    = 146
F1r_Max77    = W4000
Obs_Width78  = W4000
F1r_Min78    = 146
F1r_Max78    = W4000
Obs_Width79  = W4000
F1r_Min79    = 146
F1r_Max79    = W4000
Obs_Width80  = W4000
F1r_Min80    = 146
F1r_Max80    = W4000
Obs_Width81  = W4000
F1r_Min81    = 146
F1r_Max81    = W4000
Obs_Width82  = W4000
F1r_Min82    = 146
F1r_Max82    = W4000
Obs_Width83  = W4000
F1r_Min83    = 146
F1r_Max83    = W4000
Obs_Width84  = W4000
F1r_Min84    = 146
F1r_Max84    = W4000
Obs_Width85  = W4000
F1r_Min85    = 146
F1r_Max85    = W4000
Obs_Width86  = W4000
F1r_Min86    = 146
F1r_Max86    = W4000
Obs_Width87  = W4000
F1r_Min87    = 146
F1r_Max87    = W4000
Obs_Width88  = W4000
F1r_Min88    = 146
F1r_Max88    = W4000
Obs_Width89  = W4000
F1r_Min89    = 146
F1r_Max89    = W4000
Obs_Width90  = W4000
F1r_Min90    = 146
F1r_Max90    = W4000
Obs_Width91  = W4000
F1r_Min91    = 146
F1r_Max91    = W4000
Obs_Width92  = W4000
F1r_Min92    = 146
F1r_Max92    = W4000
Obs_Width93  = W4000
F1r_Min93    = 146
F1r_Max93    = W4000
Obs_Width94  = W4000
F1r_Min94    = 146
F1r_Max94    = W4000
Obs_Width95  = W4000
F1r_Min95    = 146
F1r_Max95    = W4000
Obs_Width96  = W4000
F1r_Min96    = 146
F1r_Max96    = W4000
Obs_Width97  = W4000
F1r_Min97    = 146
F1r_Max97    = W4000
Obs_Width98  = W4000
F1r_Min98    = 146
F1r_Max98    = W4000
Obs_Width99  = W4000
F1r_Min99    = 146
F1r_Max99    = W4000
Obs_Width100 = W4000
F1r_Min100   = 146
F1r_Max100   = W4000

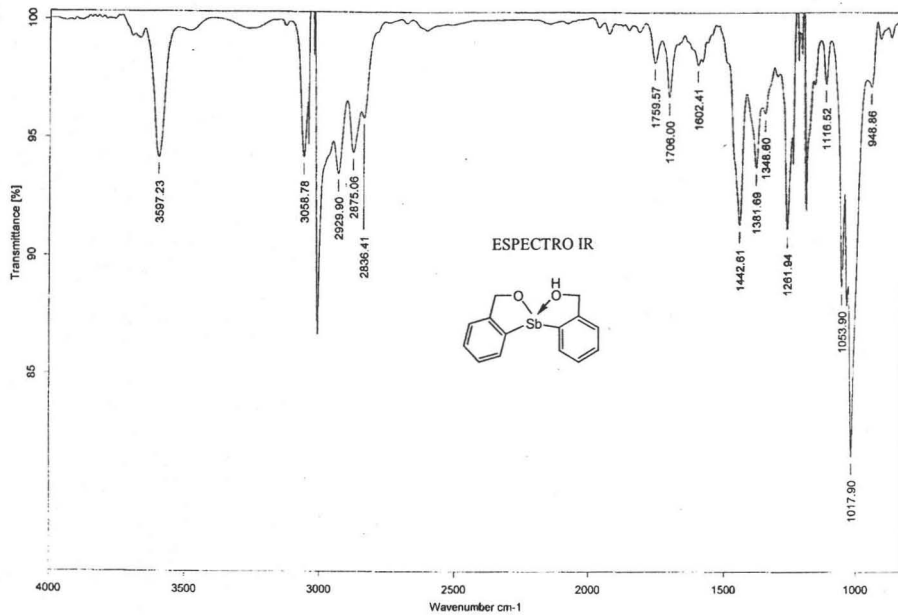
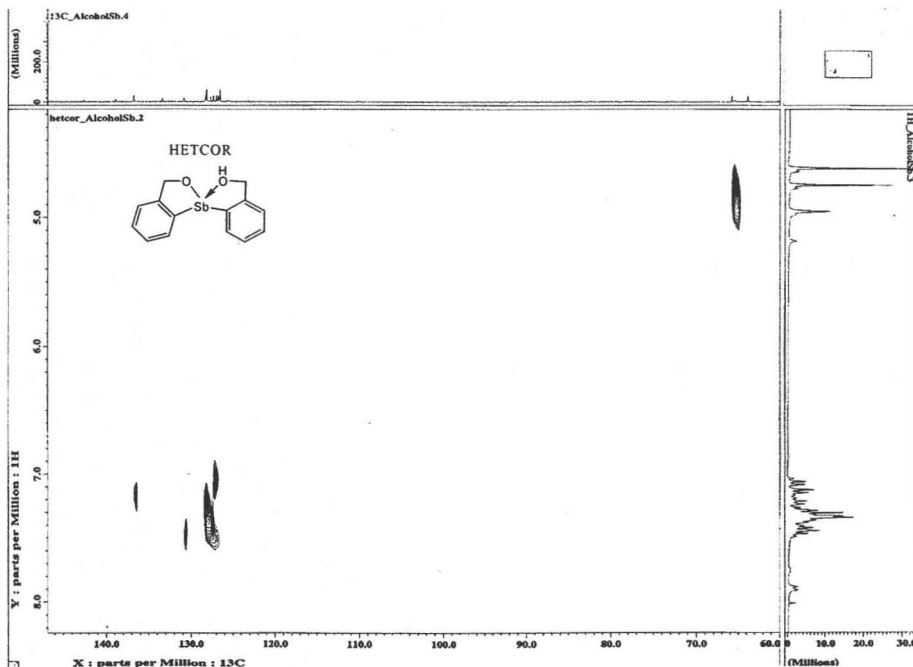
```

ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA

Referencias

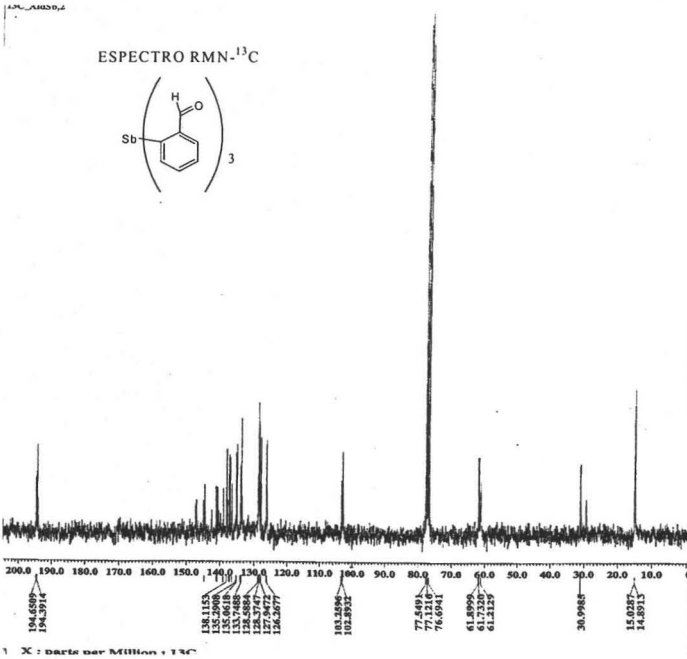
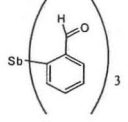


Referencias



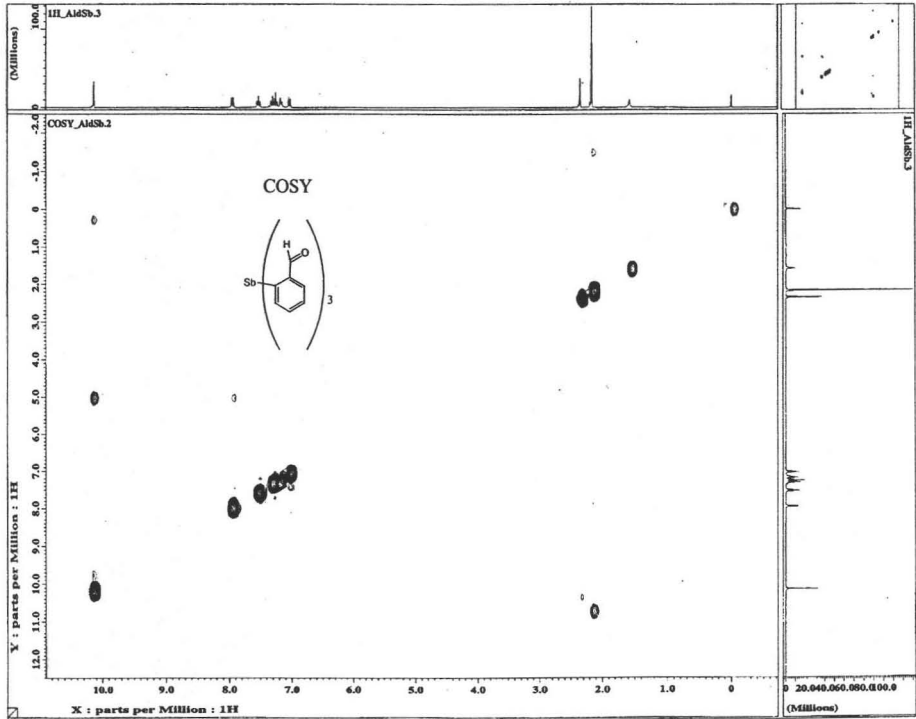
Referencias

ESPECTRO RMN-¹³C



JEOL

ACQUISITION PARAMETERS	
File Name	- 13C_A14Sb_3
Author	-
Sample ID	- A14sb
Content	- Single Pulse with Bros
Creation Date	- 4-NOV-2004 15:29:56
Revision Date	- 4-NOV-2004 15:30:47
Spoo Site	- Multipes 300
Spec Type	- DELTA_psm
Data Format	- ID COMPLEX
Dimensions	- X
Dir Title	- 13C
Dir Size	- 16384
Dir Date	- (ppm)
Scans	- 394
Mod return	- 1
K_polariz	- 16384
K_preampl	- 9
K_gain	- 13C
K_offset	- 100 (ppm)
K_freq	- 75.27579184 (MHz)
K_sweep	- 16.26355168 (ppm)
K_resolution	- 1.1338541 (Hz)
Tr_delay	- 20
Tr_offset	- 5.0 (ppm)
Tr_freq	- 300.311888 (MHz)
K_acceleration	- 0.866716 (g)
Digital Filter	- PALMS
Filter_factor	- 1
Delay_of_start	- 100
Actual_start_time	- 4-NOV-2004 15:29
Acq_delay	- 20.0 (us)
220	- 22.0 (us)
Tr90	- 10 (us)
Tr180	- 10 (us)
Qu90_r1	- 10 (us)
Qu180_r1	- 10 (us)
Qu90_r2	- 10 (us)
Qu180_r2	- 10 (us)
Tr90_r3	- 10 (us)
Tr180_r3	- 10 (us)
Qu90_r3	- 10 (us)
Qu180_r3	- 10 (us)
Spin_lock_90	- 0.3 (us)
Spin_lock_actn	- 29 (dB)
Dist_grad_spin_90	- 1 (us)
Dist_grad_spin_actn	- 10 (dB)
Acq_rate	- 167380/20
Pick_strength	- 7.9586013 (V)
Filter_mode	- SUPERNOISE
Filter_width	- 0.4660320 (MHz)
Recov_gain	- 10
Trx_mode	- 16
Obs_width	- 1 (us)
Obs_gain	- WARMUP
Trx_width	- 16 (us)
Trx_gain	- WARMUP
Trx_mode	- WARMUP
Obs_width	- 1 (us)
Obs_gain	- WARMUP
Obs_mode	- SUPERNOISE-D
Lock_strength	- 2653
Lock_level	- 20
Lock_gain	- 29.4318 (MHz)
Lock_rec_offset	- 29.8 (deg)
Lock_phase	-



Referencias

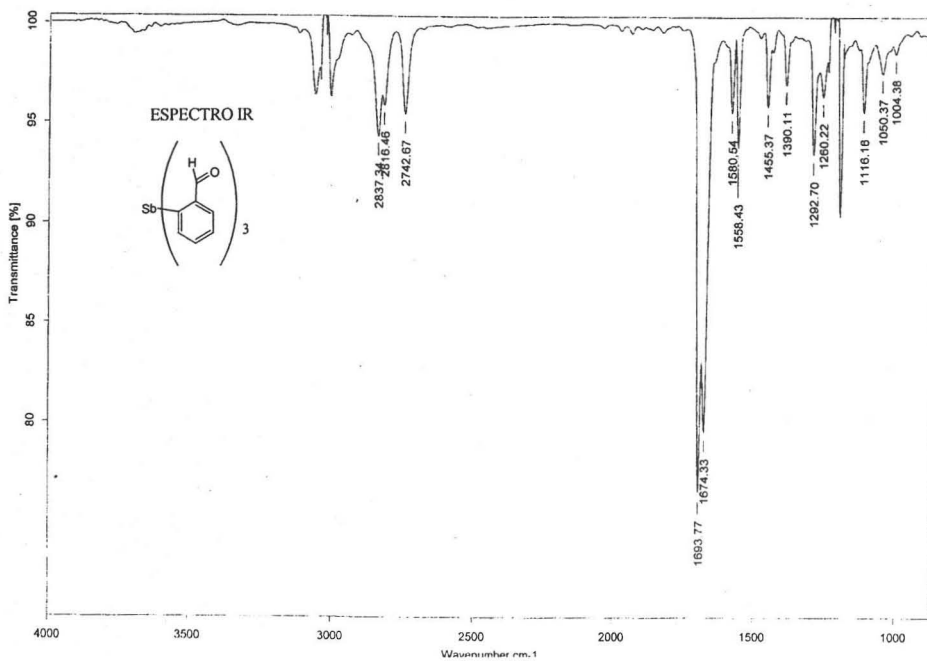
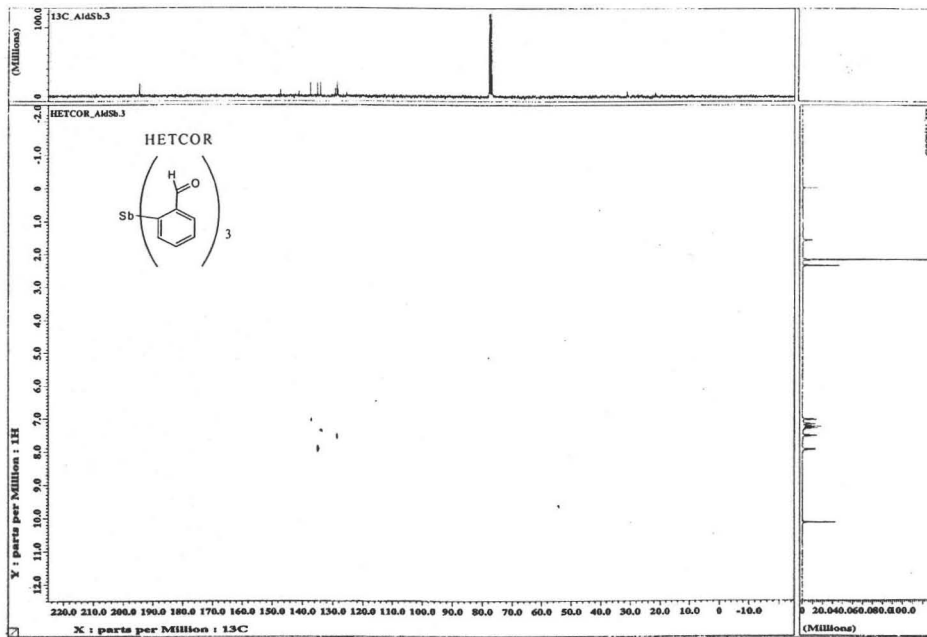
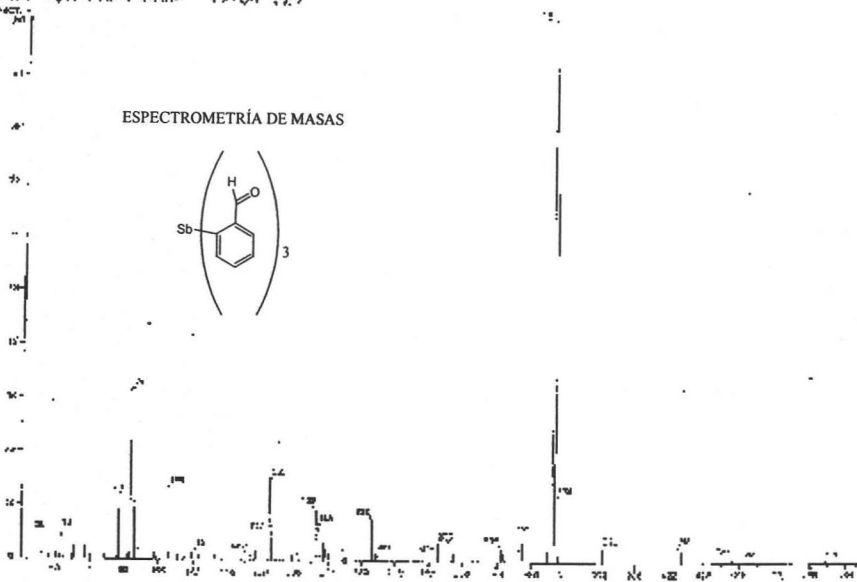
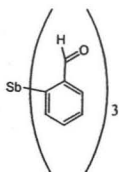


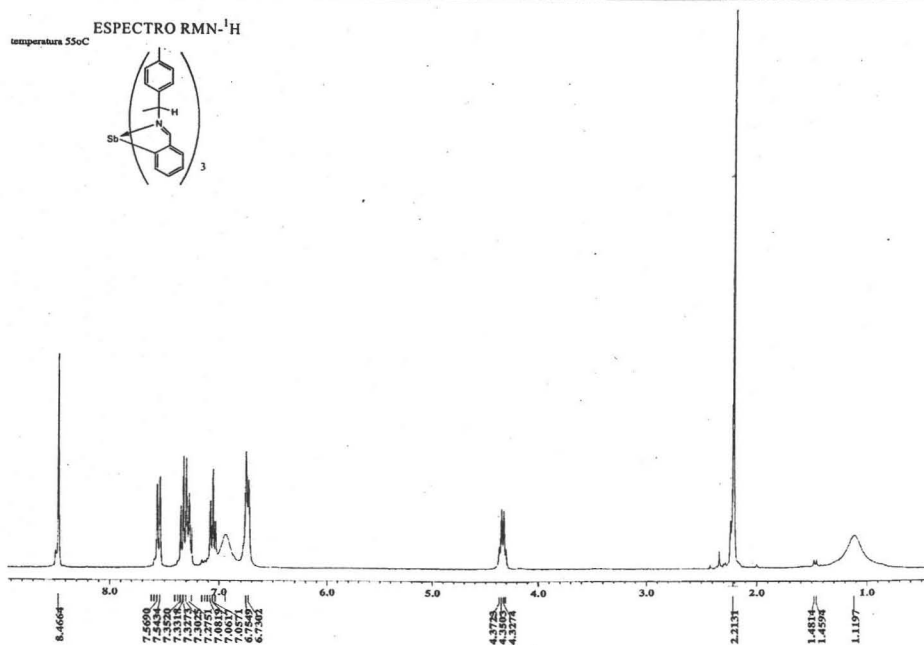
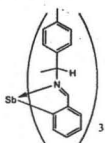
Fig. 11. Espectro de masas del compuesto 3. El eje vertical muestra la intensidad relativa (0-100) y el eje horizontal muestra la relación masa/carga (m/z) (0-100). El pico base está en m/z 104.

ESPECTROMETRÍA DE MASAS

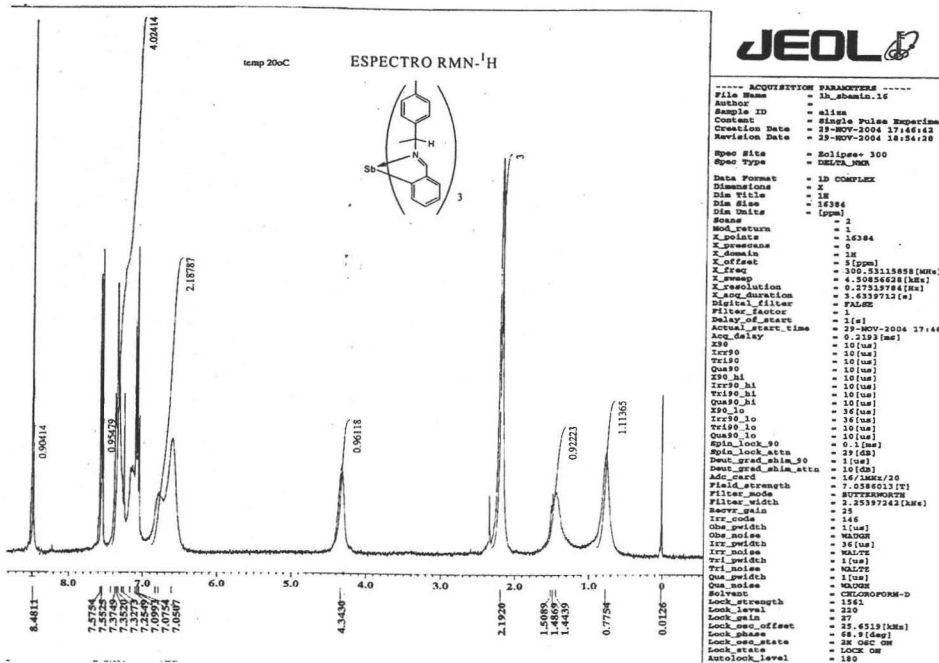
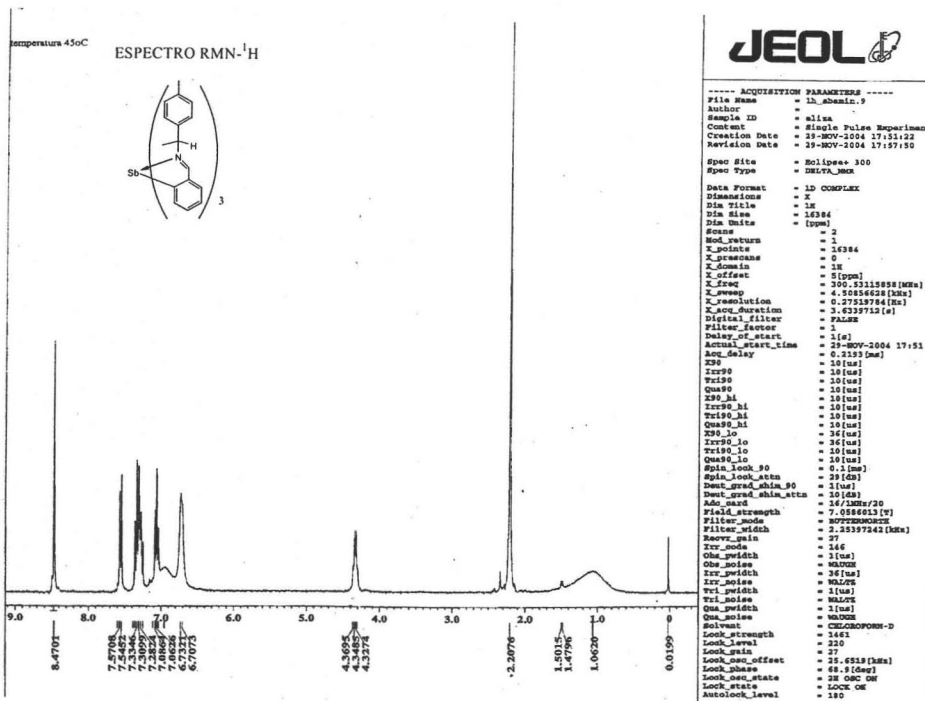


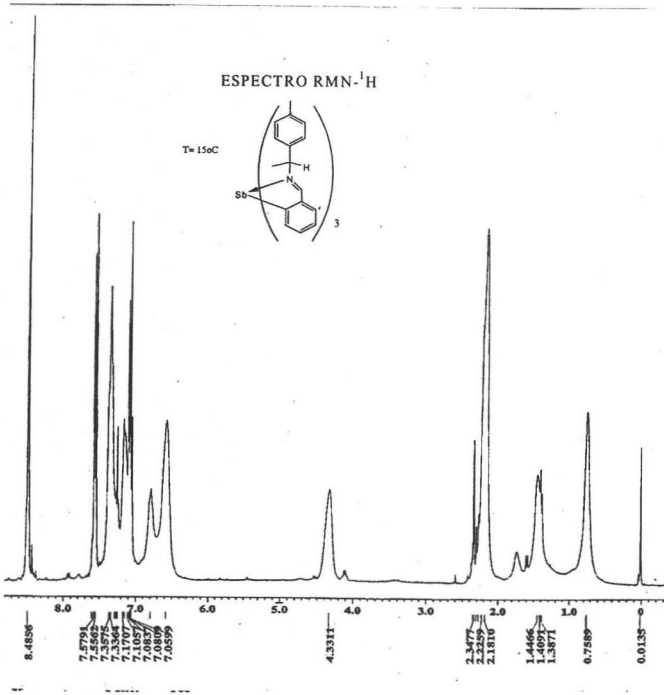
ESPECTRO RMN-¹H

temperatura 55oC



Referencias

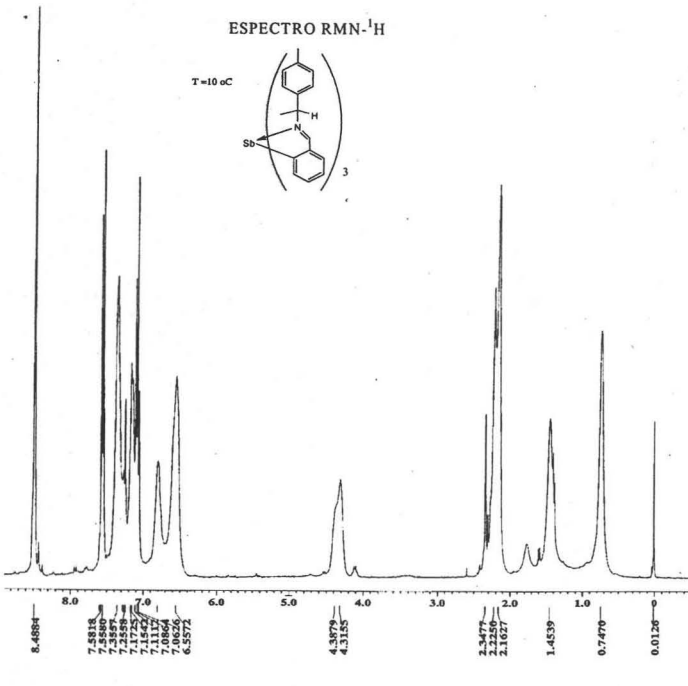




JEOL

----- ACQUISITION PARAMETERS -----

File Name	= 1h_schm.19
Author	= allanbach
Sample ID	= allanbach
Comment	= Sigma Pulse Experiment
Creation Date	= 10-DEC-2004 15:16:39
Revision Date	= 10-DEC-2004 15:16:14
Spec Site	= DELTA_300
Spec Type	= DELTA_NMR
Data Format	= ID COMPLEX
Dimensions	= 1
Dir Title	= 1H
Dir Size	= 16384
Dir Units	= (ppm)
Scans	= 4
Mod_return	= 1
X_points	= 16384
X_dimensions	= 1H
X_gain	= 1H
X_offset	= 0(ppm)
X_freq	= 305.3311858 [MHz]
X_sweep	= 4.5085628 [Hz]
X_resolution	= 0.7319784 [Hz]
X_acq_duration	= 3.6339713 [s]
Digital Filter	= PAD6
Filter_factor	= 1
Delay_of_start	= 1 [s]
Actual_start_time	= 10-DEC-2004 15:15
Acq_delay	= 0.2133 [sec]
X90	= 10 [usec]
IR90	= 10 [usec]
TR190	= 10 [usec]
Qua90	= 10 [usec]
IR90_A1	= 10 [usec]
TR190_A1	= 10 [usec]
Qua90_A1	= 10 [usec]
X90_I0	= 36 [usec]
IR90_I0	= 10 [usec]
TR190_I0	= 10 [usec]
Qua90_I0	= 10 [usec]
Spin_lock_90	= 0.1 [sec]
Spin_lock_attn	= 19 [dB]
Deut_grad_schh_90	= 1 [usec]
Deut_grad_schh_attn	= 10 [dB]
ADC_chan	= 16/32MHz/20
Field_strength	= 7.0586013 [T]
Filter_mode	= NOTTHERMSTY
Filter_width	= 3.6339713 [Hz]
Recvr_gain	= 23
IRV_mode	= 14
Obs_pwidth	= 1 [usec]
Obs_noise	= 31 [usec]
IRV_pwidth	= 36 [usec]
IRV_noise	= 31 [usec]
TR1_pwidth	= 1 [usec]
TR1_noise	= 31 [usec]
Qua_pwidth	= 1 [usec]
Qua_noise	= 31 [usec]
Stwert	= 5420
Lock_strength	= 388
Lock_level	= 28
Lock_gain	= 28
Lock_off_offset	= 16.4513 [Hz]
Lock_phase	= 84.4 [deg]
Lock_off_state	= LOCK_OFF
Lock_state	= LOCK_ON
AutoLock_Level	= 180



JEOL

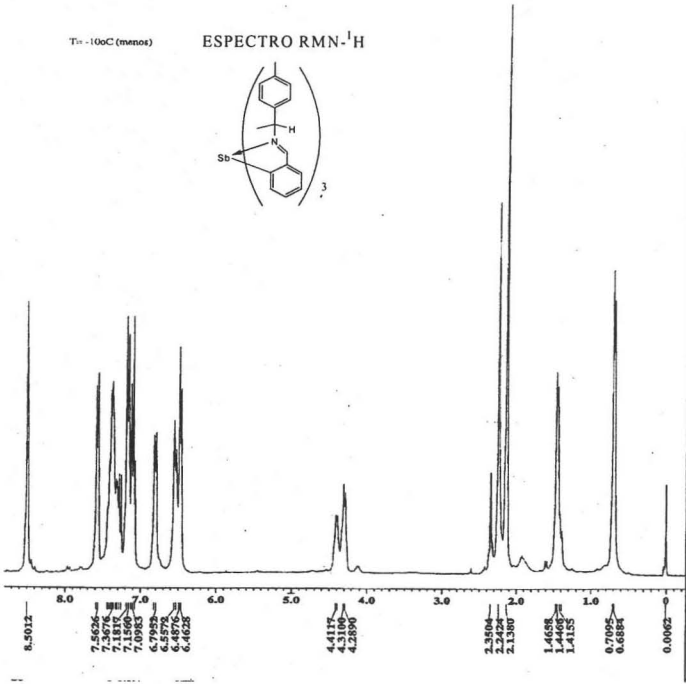
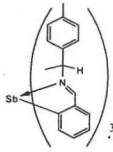
----- ACQUISITION PARAMETERS -----

File Name	= 1h_schm.14
Author	= allanbach
Sample ID	= allanbach
Comment	= Sigma Pulse Experiment
Creation Date	= 10-DEC-2004 15:10:00
Revision Date	= 10-DEC-2004 15:13:47
Spec Site	= DELTA_300
Spec Type	= DELTA_NMR
Data Format	= ID COMPLEX
Dimensions	= 1H
Dir Title	= 1H
Dir Size	= 16384
Dir Units	= (ppm)
Scans	= 4
Mod_return	= 1
X_points	= 16384
X_dimensions	= 1H
X_gain	= 1H
X_offset	= 0(ppm)
X_freq	= 305.3311858 [MHz]
X_sweep	= 4.5085628 [Hz]
X_resolution	= 0.7319784 [Hz]
X_acq_duration	= 3.6339713 [s]
Digital Filter	= PAD6
Filter_factor	= 1
Delay_of_start	= 1 [s]
Actual_start_time	= 10-DEC-2004 15:12
Acq_delay	= 0.2133 [sec]
X90	= 10 [usec]
IR90	= 10 [usec]
TR190	= 10 [usec]
Qua90	= 10 [usec]
IR90_A1	= 10 [usec]
TR190_A1	= 10 [usec]
Qua90_A1	= 10 [usec]
X90_I0	= 36 [usec]
IR90_I0	= 10 [usec]
TR190_I0	= 10 [usec]
Qua90_I0	= 10 [usec]
Spin_lock_90	= 0.1 [sec]
Spin_lock_attn	= 19 [dB]
Deut_grad_schh_90	= 1 [usec]
Deut_grad_schh_attn	= 10 [dB]
ADC_chan	= 16/32MHz/20
Field_strength	= 7.0586013 [T]
Filter_mode	= NOTTHERMSTY
Filter_width	= 3.6339713 [Hz]
Recvr_gain	= 23
IRV_mode	= 14
Obs_pwidth	= 1 [usec]
Obs_noise	= 31 [usec]
IRV_pwidth	= 36 [usec]
IRV_noise	= 31 [usec]
TR1_pwidth	= 1 [usec]
TR1_noise	= 31 [usec]
Qua_pwidth	= 1 [usec]
Qua_noise	= 31 [usec]
Stwert	= 5420
Lock_strength	= 388
Lock_level	= 28
Lock_gain	= 28
Lock_off_offset	= 16.4513 [Hz]
Lock_phase	= 84.4 [deg]
Lock_off_state	= LOCK_OFF
Lock_state	= LOCK_ON
AutoLock_Level	= 180

Referencias

Ti - (00C) (menos)

ESPECTRO RMN-¹H



JEOL

```

----- ACQUISITION PARAMETERS -----
File Name      - 1a_sbarc.16
Author
Sample ID      - alimabch
Contact
Creation Date   - 18-DEC-2004 15:12:44
Revision Date   - 18-DEC-2004 15:24:39

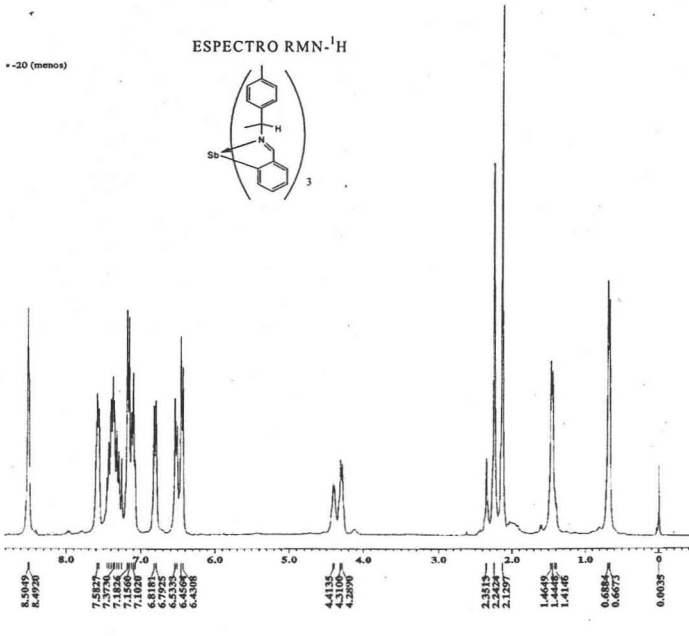
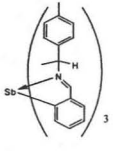
Spec Site      - Multipes 300
Spec Type      - DELTA_300

DATA FORMAT    - 1D COMPLEX
Dimensions     - X
Dir Title      - 18
Dir Size       - 16384
Dir Units     - (pps)

Scales
Mol_weight     - 0
X_posits      - 16384
X_dimensions   - 0
X_resolution   - 18
X_offset       - 5(ppm)
X_freq         - 360.311588[MHz]
X_sweep        - 4.5086628[MHz]
X_resolution   - 0.3753784[Hz]
X_acq_duration - 3.639713[s]
Digital Filter - FWHM
Filter_factor   - 1
Delay_of_start - 1[s]
Actual_start_time - 18-DEC-2004 15:12
Acq_delay      - 0.219[us]
ZPG            - 10[us]
XPR90         - 18[us]
TC190         - 18[us]
QNP90         - 18[us]
QNP90_M1      - 18[us]
XPR90_M1      - 18[us]
QNP90_M1      - 18[us]
TC190_M1      - 18[us]
XPR90_M1      - 18[us]
QNP90_M1      - 18[us]
TC190_M1      - 18[us]
QNP90_M1      - 18[us]
MPLA_lock_90  - 0.1[us]
MPLA_lock_atn - 28[us]
Dnest_grad_sbia_90 - 1[us]
Dnest_grad_sbia_atn - 10[us]
Adc_gain      - 16/18Me/20
Field_strength - 7.0886317[T]
Filter_mode    - SFTTSECRET5
Filter_width   - 3.3397242[Hz]
Recrv_gain    - 23
TCV_gain      - 1[s]
Obs_wdth      - 1[us]
Obs_pulse     - WALTZ
TCV_pulse     - WALTZ
TCV_wdth      - 1[us]
TCV_gain      - WALTZ
QNP_wdth      - 1[us]
QNP_pulse     - WALTZ
Solvent       - CDCl3/FORM-D
Lock_strength  - 172
Lock_level     - 18
Lock_gain     - 18
Lock_offs     - 25.6519[Hz]
Lock_sham     - 84.4[deg]
Lock_rec_state - 28 ONC ON
Lock_state     - 16C ON
Autolock_level - 180
    
```

-20 (menos)

ESPECTRO RMN-¹H



JEOL

```

----- ACQUISITION PARAMETERS -----
File Name      - 1a_sbarc.17
Author
Sample ID      - alimabch
Contact
Creation Date   - 18-DEC-2004 15:07:46
Revision Date   - 18-DEC-2004 15:11:59

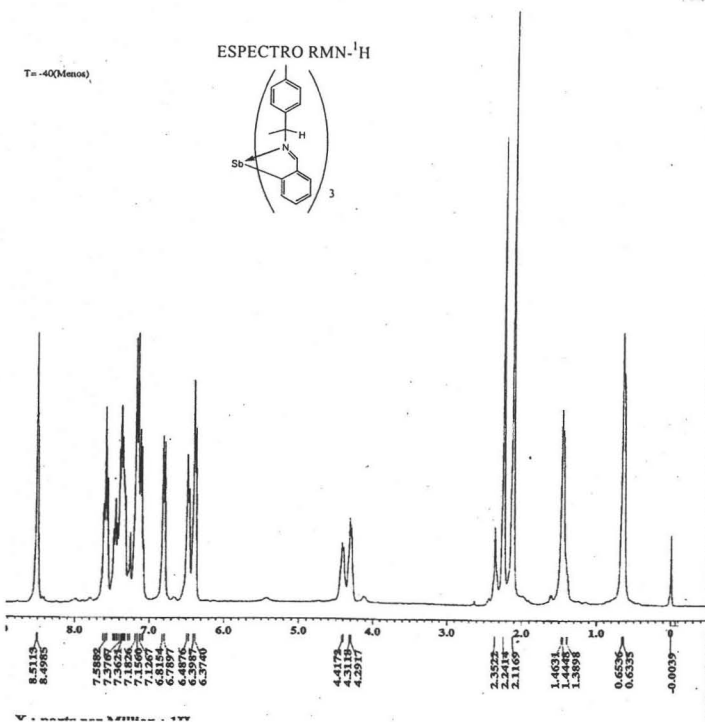
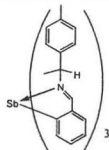
Spec Site      - Multipes 300
Spec Type      - DELTA_300

DATA FORMAT    - 1D COMPLEX
Dimensions     - X
Dir Title      - 18
Dir Size       - 16384
Dir Units     - (pps)

Scales
Mol_weight     - 0
X_posits      - 16384
X_dimensions   - 0
X_resolution   - 18
X_offset       - 5(ppm)
X_freq         - 360.311588[MHz]
X_sweep        - 4.5086628[MHz]
X_resolution   - 0.3753784[Hz]
X_acq_duration - 3.639713[s]
Digital Filter - FWHM
Filter_factor   - 1
Delay_of_start - 1[s]
Actual_start_time - 18-DEC-2004 15:07
Acq_delay      - 0.219[us]
ZPG            - 10[us]
XPR90         - 18[us]
TC190         - 18[us]
QNP90         - 18[us]
QNP90_M1      - 18[us]
XPR90_M1      - 18[us]
QNP90_M1      - 18[us]
TC190_M1      - 18[us]
XPR90_M1      - 18[us]
QNP90_M1      - 18[us]
MPLA_lock_90  - 0.1[us]
MPLA_lock_atn - 28[us]
Dnest_grad_sbia_90 - 1[us]
Dnest_grad_sbia_atn - 10[us]
Adc_gain      - 16/18Me/20
Field_strength - 7.0886317[T]
Filter_mode    - SFTTSECRET5
Filter_width   - 3.3397242[Hz]
Recrv_gain    - 23
TCV_gain      - 16
Obs_wdth      - 1[us]
Obs_pulse     - WALTZ
TCV_pulse     - 36[us]
TCV_wdth      - 1[us]
TCV_gain      - WALTZ
QNP_wdth      - 1[us]
QNP_pulse     - WALTZ
Solvent       - CDCl3/FORM-D
Lock_strength  - 160
Lock_level     - 18
Lock_gain     - 18
Lock_offs     - 25.6519[Hz]
Lock_sham     - 84 ONC ON
Lock_rec_state - 28 ONC ON
Lock_state     - 16C ON
Autolock_level - 180
    
```

T= -40(Memos)

ESPECTRO RMN-¹H



JEOL

```

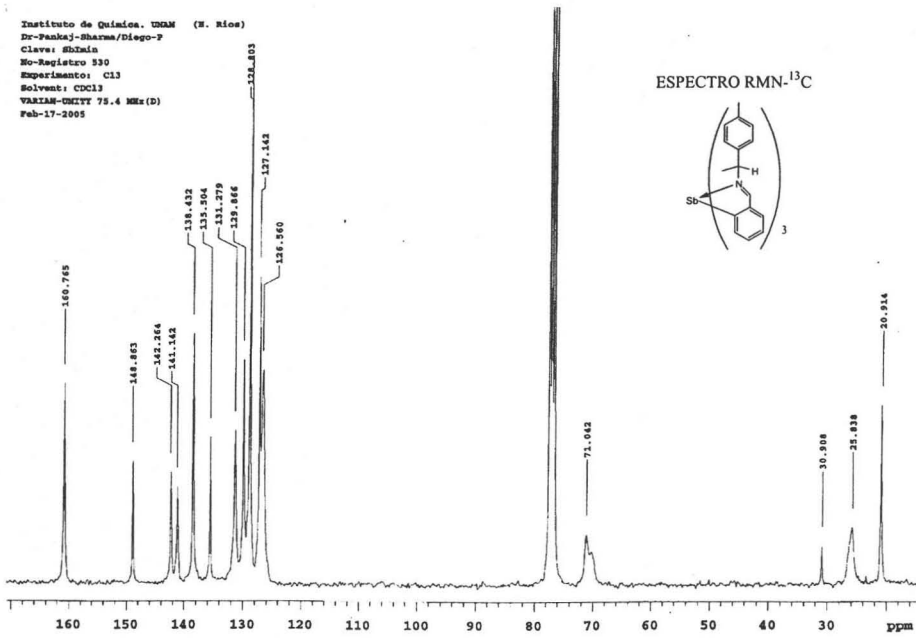
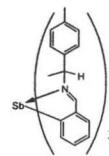
----- ACQUISITION PARAMETERS -----
File Name      = 2L_SHARMA_4
Author         = alihsbch
Sample ID      =
Content        = Single Pulse Experiment
Creation Date   = 10-DEC-2004 14:58:43
Revision Date  = 10-DEC-2004 15:05:53

Spec Site     = Kल्पसे 300
Spec Type     = DELTA_80K

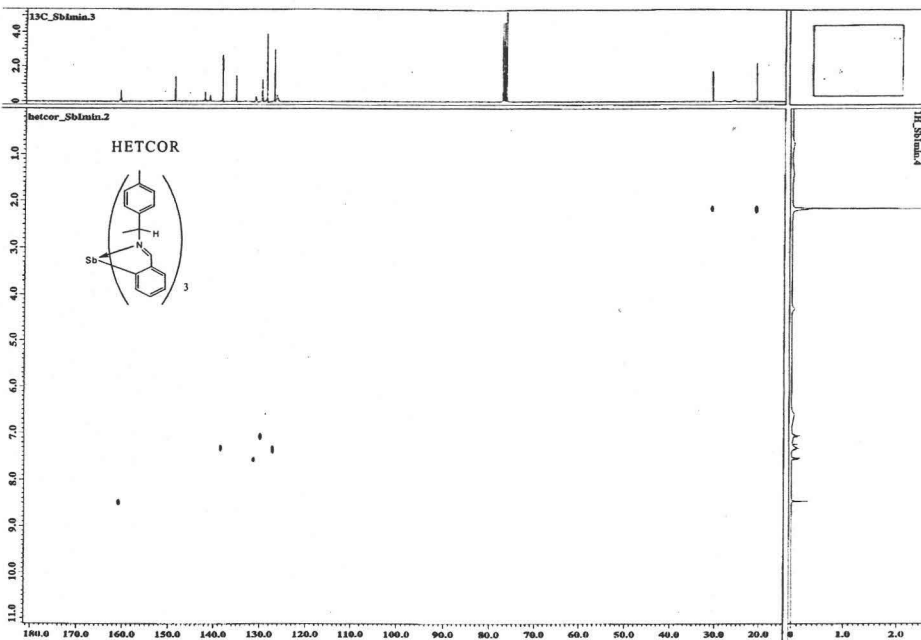
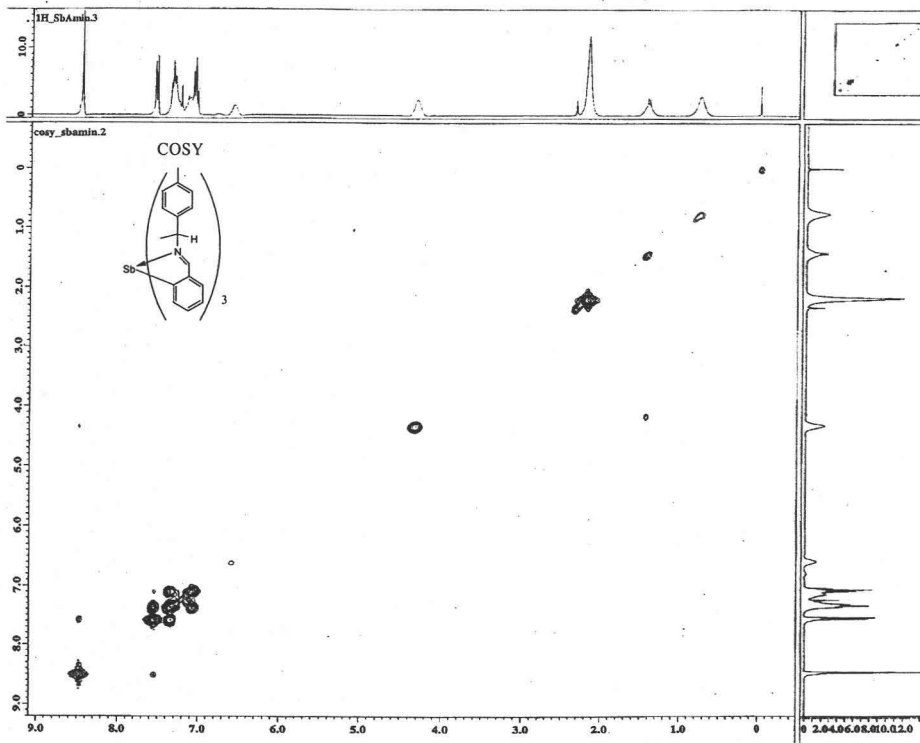
Data Format    = 1D COMPLEX
Dimensions    = X
Dir Title     =
Dir File      = 16384
Dir Units     = (ppm)
SOLMS         = 8
Mod_Return    = 1
X_points      = 16384
X_resolution  = 0
X_gain        = 1E
X_offset      = 0
X_freq        = 305.5115958(MHz)
X_sweep       = 4.50856628(Hz)
X_nuc1        = 0.7519794(Su)
X_acq_duration = 3.6339712(s)
Digital Filter = F2LMS
Filter_Factor = 1
Delay_of_start = 1(s)
Actual_start_time = 10-DEC-2004 14:57
Acq_delay     = 0.2193(ms)
F2F           = 10(us)
T1p90        = 10(us)
T2p90        = 10(us)
Q1p90        = 10(us)
M1p90        = 10(us)
T1p90_hl     = 10(us)
Q1p90_hl     = 10(us)
M1p90_lo     = 10(us)
Q1p90_lo     = 10(us)
M1p90_lo     = 10(us)
M1p90_lo     = 0.1(ms)
Spin_lock_atn = 29(dB)
Swept_grad_spin_90 = 1(us)
Swept_grad_spin_attn = 20(dB)
Sdc_grad      = 16.75Hz/20
Field_strength = 7.0586913(T)
Filter_mode   = SFTMSMSMSMS
Filter_width  = 2.28397343(Hz)
Nucor_gain    = 22
T1r           = 146
Obs_width     = 1(us)
Obs_noise     = 90000
T1r_width     = 36(us)
T2r           = 100.000
T1r_noise     = 1(us)
Q1r           = 1(us)
Q1r_noise     = 1(us)
Lock_strength = 190
Solvent       = CD3COFORM-D
Lock_level    = 180
Lock_gain     = 28
Lock_offset   = 25.651(Hz)
Lock_phase    = 84.4(deg)
Lock_offset   = 28.000(CM)
Lock_status   = LOCK ON
Autolock_level = 180
    
```

Instituto de Químicas, UFRJ (N. Rio)
 Dr-Fabrizio-Sharma/Diego-T
 Clave: sbDain
 No-Registro: 530
 Experimento: C13
 Solvente: CDCl3
 VARIAN-CP13X 75.4 MHz(D)
 Feb-17-2005

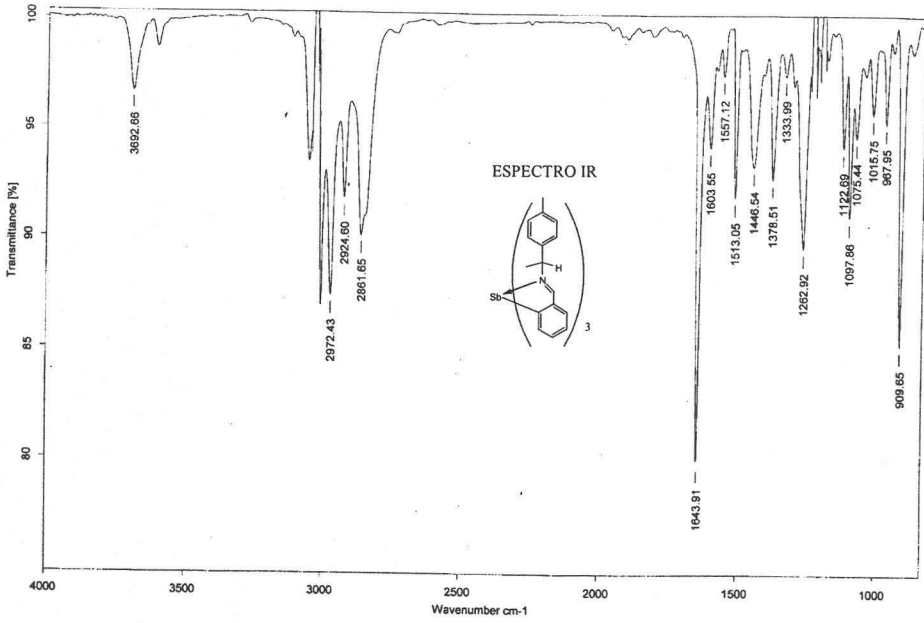
ESPECTRO RMN-¹³C



Referencias



Referencias



I Toner Escala 100
 Exp: 20-08-2004 10:00:00
 Cliente: SINC S.A. CIB-100-20-000000
 Fecha: 20-08-2004
 Operador: J. J. J. J.
 Nombre: SINC S.A. CIB-100-20-000000
 Nombre: SINC S.A. CIB-100-20-000000
 No. de muestra: 20-08-2004
 No. de lote: 20-08-2004

ESPECTROMETRÍA DE MASAS

