



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO

**PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS
QUÍMICAS**

**ARREGLOS SUPRAMOLECULARES DE COMPUESTOS DE COORDINACIÓN DEL
2,2'-BIS-(4,4',5,5'-DIMETILIMIDAZOL) CON METALES DE TRANSICIÓN**

TESIS
PARA OPTAR POR EL GRADO DE
MAESTRA EN CIENCIAS

PRESENTA

Q. ALMA LILIA GARCÍA ORTIZ



TUTOR: Dra. NORÁH Y. BARBA BEHRENS AÑO: 2010



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	Dr. Anatoly Yatsimirsky
Vocal	Dra. Silvia Elena Castillo Blum
Vocal	Dr. Ronan Marie Le Lagadec
Vocal	Dr. Herbert Hópfl Bachner
Secretario	Dra. Mónica Mercedes Moya Cabrera

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio 211, Departamento de Química Inorgánica

División de Estudios de Posgrado

Facultad de Química, UNAM

A S E S O R

Dra. Noráh Y. Barba Behrens

S U S T E N T A N T E

Alma Lilia García Ortiz

EL TRABAJO DESARROLADO EN ESTA TESIS
FUE PRESENTADO EN FORMA DE CARTEL EN EL CONGRESO:
POLYMAT 2009
CON EL TÍTULO:
SUPRAMOLECULAR SYSTEMS OF COORDINATIONS COMPOUNDS WITH
TRANSITION METAL IONS AND 2,2'-*BIS*-(4,4',5,5'-*dimethylimidazole*)

ÍNDICE

<i>Dedicatorias</i>	<i>VI</i>
<i>Agradecimientos</i>	<i>VII</i>
<i>Resumen</i>	<i>VIII</i>
<i>Introducción</i>	<i>1</i>
<i>Antecedentes</i>	<i>6</i>
<i>Objetivos</i>	<i>10</i>
<i>Características de bis-dimetilimidazol</i>	<i>11</i>
<i>Método experimental</i>	<i>16</i>
❖ <i>Compuestos trisquelatos</i>	<i>18</i>
❖ <i>Compuesto bisquelato</i>	<i>20</i>
❖ <i>Compuestos monoquelato</i>	<i>21</i>
<i>Resultados y discusión</i>	<i>23</i>
❖ <i>Trisquelatos de cobalto(II) y níquel(II)</i>	<i>23</i>
- <i>Caracterización</i>	<i>23</i>
- <i>Difracción de rayos-X</i>	<i>31</i>
- <i>Estructuras supramoleculares</i>	<i>46</i>

❖ <i>Bisquelatos de cobre(II)</i>	50
- <i>Caracterización</i>	51
- <i>Difracción de rayos-X</i>	52
- <i>Estructuras supramoleculares</i>	59
❖ <i>Monoquelatos de cobre(II) y zinc(II)</i>	63
- <i>Caracterización</i>	63
- <i>Difracción de rayos-X</i>	70
- <i>Estructuras supramoleculares</i>	73
<i>Conclusiones y perspectivas</i>	76
- <i>Conclusiones</i>	76
- <i>Perspectivas</i>	78
<i>Referencias</i>	79
<i>Anexo I: datos cristalográficos</i>	83
- $[Co(bis-dmiz)_3]Cl_2$	84
- $[Co(bis-dmiz)_3]Br_2$	89
- $[Co(bis-dmiz)_3](NO_3)_2$	96
- $[Ni(bis-dmiz)_3]Cl_2$	104
- $[Ni(bis-dmiz)_3]Br_2$	109
- $[Ni(bis-dmiz)_3](NO_3)_2$	114
- $[Cu(bis-dmiz)_2Cl]NO_3 \cdot H_2O$	119
- $[Zn(bis-dmiz)Cl_2] \cdot CH_3OH$	125
<i>Anexo II: Tabla de radios de van der Waals</i>	129

RESUMEN

En el trabajo que se presenta, se ha utilizado al 2,2'-bis-(4,4',5,5'-dimetilimidazol) (*bis-dmiz*) como ligante; se trata de una molécula neutra, que tiene la capacidad de coordinarse a un centro metálico como un ligante bidentado y al mismo tiempo, puede actuar como un donador en las interacciones de enlaces de hidrógeno para formar diferentes estructuras supramoleculares.

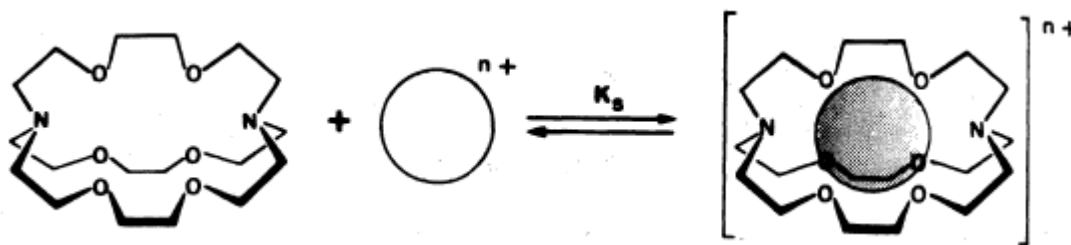
De esta forma, se han obtenido compuestos trisquelato de fórmula general $[M(\text{bis-dmiz})_3] \cdot (\text{X})_2$ con los iones metálicos Co^{2+} y Ni^{2+} y iones Cl^- , Br^- y NO_3^- , en donde se observa la formación de canales hidrofóbicos, presentando un arreglo de panal de abejas sobre el eje c , mientras que en los ejes a y b se tiene una organización huésped-anfitrión donde el anión es el huésped y los compuestos de coordinación forman al anfitrión. En estos casos el compuesto mononuclear tiene una geometría octaédrica.

Se obtuvo también, el compuesto bisquelato $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, con geometría de bipirámide trigonal y que presenta una estructura supramolecular de hoja- β con un arreglo de silla dada entre dos moléculas de agua y dos iones nitrato por medio de puentes de hidrógeno, además también se observan interacciones de apilamiento π entre anillos de ligante de moléculas vecinas.

Por último, se logró la síntesis de compuestos monoquelato de Cu^{2+} y Zn^{2+} con iones cloruro y bromuro, que se coordinan a cada centro metálico, dando una estructura tetraédrica; de éstos, sólo fue posible la obtención de cristales del compuesto $[\text{Zn}(\text{bis-dmiz})\text{Cl}_2] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$ y la estructura supramolecular observada en este compuesto, cuenta con interacción de apilamiento π entre los ligantes; así como puentes de hidrógeno y canales de MeOH.

1. INTRODUCCIÓN

La ingeniería de cristales, es una reciente área de investigación de la Química, que se encarga del diseño y la síntesis de estructuras supramoleculares en estado sólido, la cual comenzó con los éteres corona, también llamados corandos, sintetizados por Pedersen y Frensdorff y los criptandos sintetizados por Lehn en los cuales ya se hablaba de sitios de reconocimiento en la formación de una inclusión selectiva de cationes, aniones o moléculas (figura 1.1).^[1,2,3,4]



**Fig. 1.1. Representación de la inclusión de un catión,
anión o molécula**

Uno de los desafíos más importantes en la construcción de las estructuras supramoleculares, es la creación de estrategias de ensamble por medio del reconocimiento molecular, ya que no es fácil tener el control preciso de la conectividad de los diferentes componentes en las redes moleculares^[1]. A este respecto, la herramienta a la que los científicos han recurrido es la formación de interacciones moleculares como las covalentes. Sin embargo, las más utilizadas son las de tipo no covalente como los puentes de hidrógeno (figura 1.2) y las diferentes interacciones π - π (figura 1.3). Aunque recientemente algunos investigadores como Jan Reedijk han dedicado parte de sus investigaciones a determinar si las relaciones anión- π y par de electrones- π son o no interacciones supramoleculares.^[5,6]

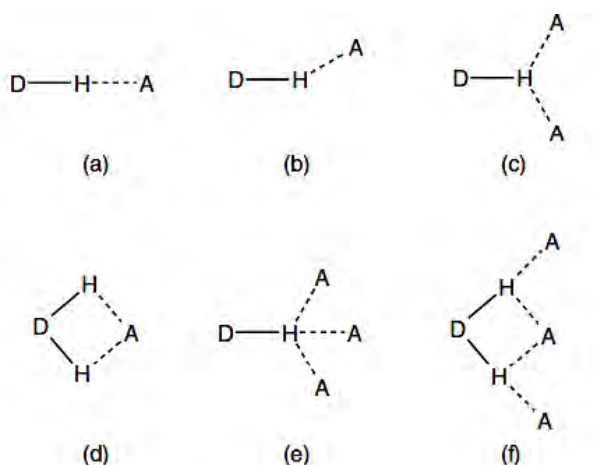


Fig. 1.2. Interacciones de puentes de hidrógeno
 a) Lineal, b) Angular, c) Donador bifurcado,
 d) Aceptor bifurcado e) y f) Tres centros

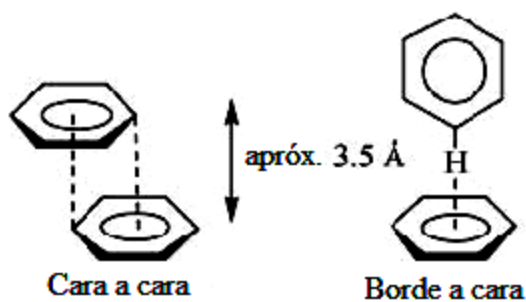


Fig.1.3. Tipos de interacciones π

Las interacciones de tipo π , son las responsables de la propiedad que posee el grafito de deslizarse. Mientras que; ambas interacciones (puentes de hidrógeno y apilamiento π) son observadas entre las bases nucleicas que construyen y le dan estabilidad a la estructura del ADN (ácido desoxiribonucleico) la cual se muestra en la figura 1.4.

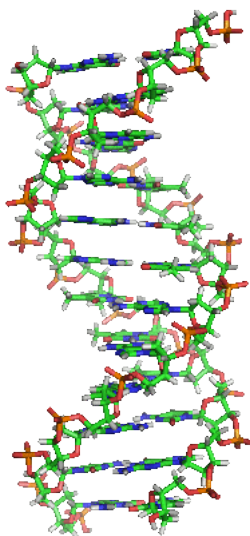


Fig. 1.4. DNA e interacciones moleculares.^[7]

La siguiente tabla 1.1 muestra la fuerza de algunas interacciones intermoleculares observadas.^[8]

Tabla 1.1. Fuerza de algunas interacciones intermoleculares.

<i>Interacción</i>	<i>Fuerza (kJ mol⁻¹)</i>
Ión-ión	200-300
Ión-dipolo	50-200
Dipolo-dipolo	5-50
Puente de hidrógeno	4-120
Catión- π	5-80
π - π	0-50
Van der Waals	<5*

* La fuerza de la interacción depende del área sobre la superficie.

El diseño de patrones que se unen a través de las diferentes interacciones, se da por el uso de iones y/o moléculas que tienen la función de bloques de construcción; los cuales, al contener los puntos o grupos funcionales de reconocimiento, han sido denominados por Wuest como *tectones*, uniéndose a través de lo que Desiraju nombró como *sintones* que en conjunto proporcionan el arreglo geométrico, es decir la topología de la estructura final.^[9,10]

Durante los inicios de la química supramolecular, la mayoría de ejemplos que podíamos encontrar en la literatura se trataban de compuestos orgánicos, por ejemplo Shuichi Hiraoka *et al.*, informaron la formación de una cápsula orgánica tetramérica, la cual puede contener dentro, moléculas anfifílicas^[11] o el grupo de Liang-jie Yuan quienes informaron recientemente, redes supramoleculares en 2D y 3D formadas con el ácido 1-amino-2-feniletano-1,1-difosfónico.^[12]

Sin embargo, existen numerosas razones importantes para la incorporación de iones metálicos a las redes supramoleculares. Por ejemplo, las diferentes geometrías de coordinación que puede presentar un ión metálico y que proporcionan una amplia gama de elementos estructurales que usualmente no se presentan en los compuestos puramente orgánicos. Además, al integrar iones metálicos a los arreglos se obtienen nuevas propiedades físicas, magnéticas, de conductividad, actividad catalítica, quiralidad, luminiscencia y porosidad como se muestra en la figura 1.5.^[9,13 - 18]

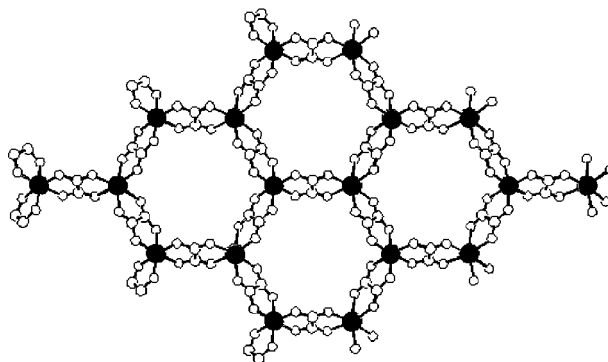


Fig. 1.5. Porosidad observada en un polímero de coordinación^[15]

Un claro ejemplo de esto es el gran auge que ha tenido el área de los polímeros de coordinación, los cuales, como su nombre lo indica son redes metal-ligante que se extienden de forma infinita en una, dos o tres dimensiones, presentando una o varias de las interacciones que ya se mencionaron y en la cuales el ligante utilizado es de gran importancia ya que se busca que sean multidentados.^[15]

Como ya se mencionó, entre las propiedades que se presentan en las estructuras supramoleculares, la quiralidad es una de ellas, la cual también es observada de forma individual en los compuestos de coordinación monoméricos que forman las construcciones, principalmente en los compuestos de coordinación trisquelatos.

En forma general, como es sabido, un *enantiómero* es una molécula no superponible con su imagen especular, representado de forma común con la imagen de nuestras manos y lo cual significa que se trata de moléculas quirales. (figura 1.6)

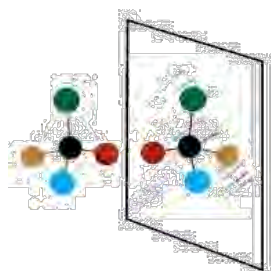


Fig. 1.6. Representación de moléculas quirales

Los enantiómeros pueden coexistir en cualquier composición; sin embargo, si se encuentran en una misma proporción se les denomina mezcla racémica y en particular los compuestos trisquelatos (geometría octaédrica), presentan isomería la cual se denota con los símbolos Δ ó Λ , la cual se compara con las hélices de tres palas (figura 1.7), en el primer caso la hélice avanzará en el sentido de las manecillas del reloj (hacia la derecha); mientras que en el segundo caso, el giro será en sentido contrario (hacia la izquierda).^[19]

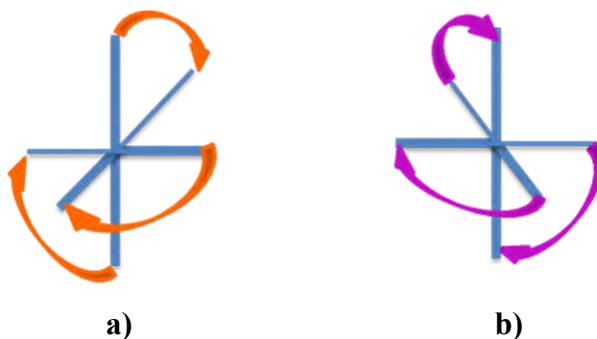


Fig. 1.7. a) Isómero Δ , b) Isómero Λ

2. ANTECEDENTES

En este capítulo se hará la revisión de compuestos que presentan estructuras similares a los que se obtuvieron durante el desarrollo de este trabajo.

En nuestro grupo de investigación se ha desarrollado la síntesis de compuestos de coordinación con el ligante tiabendazol (tbz) que presenta la estructura mostrada en la figura 2.1.^[20]

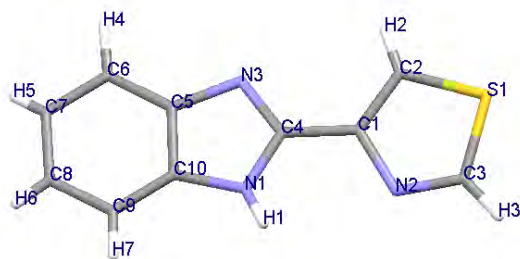


Fig. 2.1. Estructura del ligante tiabendazol (tbz)

Este ligante se comportó como bidentado en los compuestos sintetizados,^[21] similar al observado por el 2,2'-bis(4,4',5,5'-dimetilimidazol) (*bis-dmiz*), que es el ligante que se utilizó para el desarrollo de este trabajo. El tbz se coordina por medio de los nitrógenos N1 y N2, después de perder el equilibrio tautomérico observado en la molécula libre entre los nitrógenos N1 y N3.

Los compuestos sintetizados a partir de este ligante, mostraron estructuras variables con los diferentes iones metálicos de trabajo, entre las que podemos encontrar octaedros distorsionados y trisquelatos (figura 2.2), bipirámides trigonales y tetraedros.^[21]

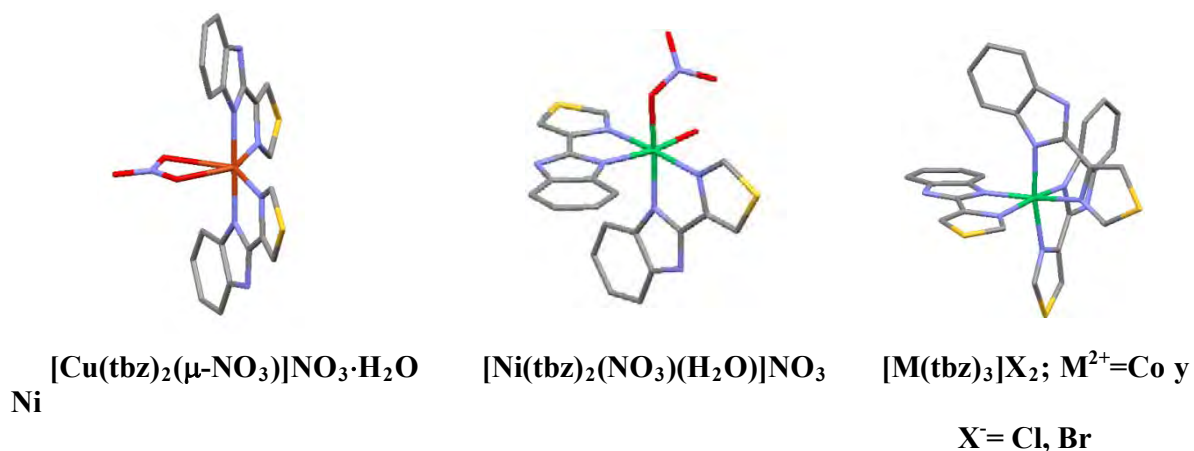


Fig. 2.2. Algunos compuestos obtenidos con el ligante tbz ^[21]

Por otro lado, en la literatura se informan compuestos de coordinación, que contienen al ligante bis-imidazol (*bis-iz*) o al bis-dimetilimidazol (*bis-dmiz*) y algunos de los cuales se mencionarán a continuación, mientras que otros se utilizarán para efectos de comparación en capítulos posteriores.

Beauchamp y colaboradores reportaron la síntesis de compuestos con el bis-imidazol, entre las cuales se observan arreglos de construcciones supramoleculares como se muestran en la figura 2.3 que exhiben interacciones de puentes de hidrógeno e interacciones π . ^[22]

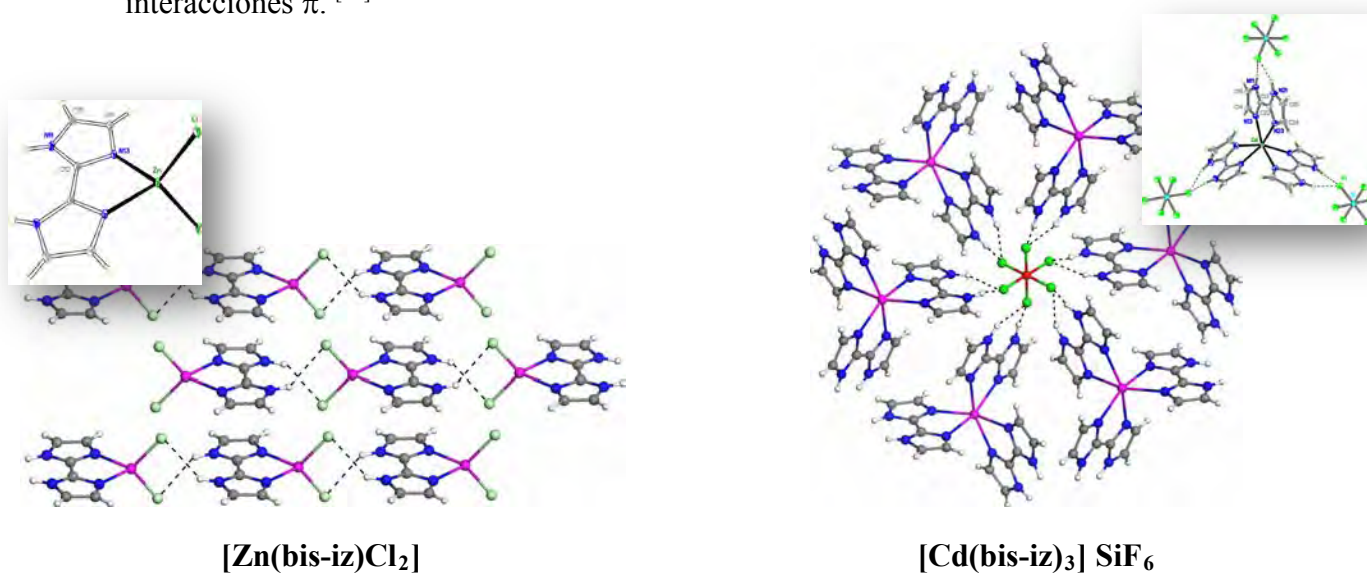


Fig. 2.3. Arreglos supramoleculares con el *bis-imidazol* ^[22]

De otra forma Ru-Qiang *et. al.* informan el compuesto trisquelato de zinc y iones nitrato (figura 2.4) en donde las distancias entre los nitrógenos y el centro metálico Zn-N están en el intervalo de 2.149 (3) – 2.208 (2). Además el compuesto presenta la formación de una arquitectura en 3D, a través de puentes de hidrógeno del tipo N-H---O y C-H---O.^[23]

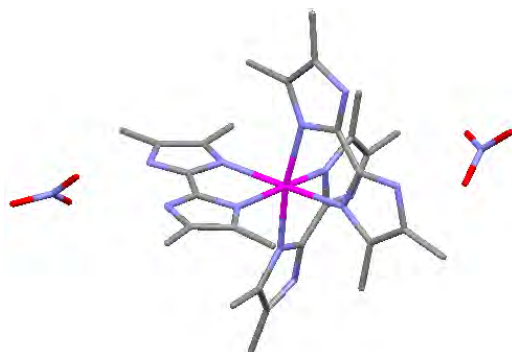


Fig. 2.4. Compuesto trisquelato de Zn(II) con el *bis-dmiz* ^[23]

Por último, Morsali *et al.* informa en 2008 de s c ompuestos de coordinación con Hg^{2+} y Pb^{2+} , los cuales presentan interacciones de puentes de hidrógeno, así como interacciones de apilamiento π , que forman cadenas en 2D. (figuras 2.5a y 2.5b) ^[24]

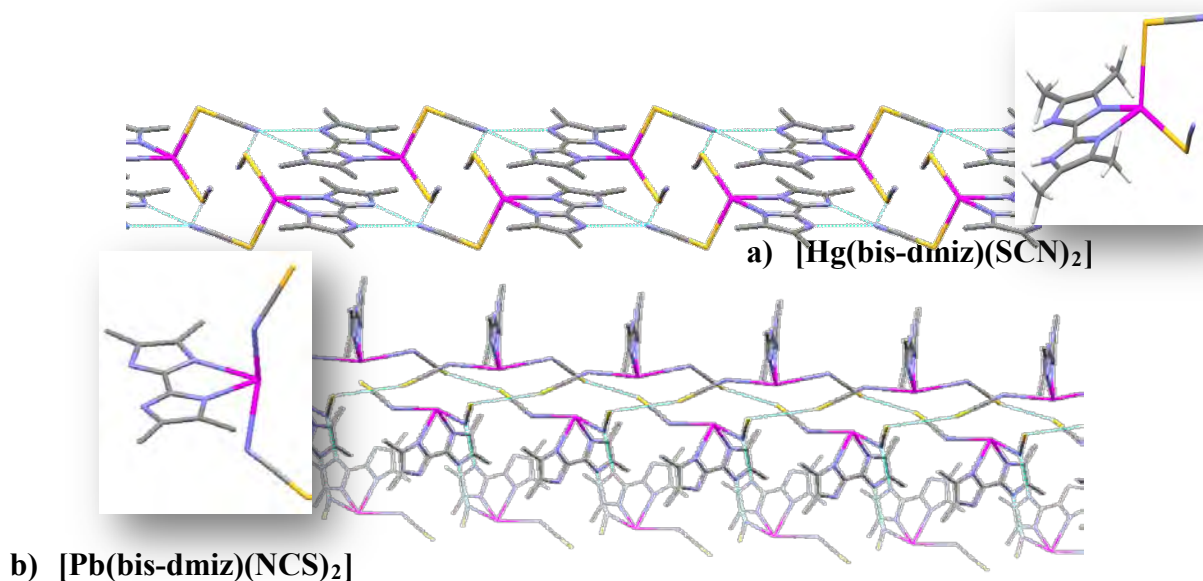


Fig. 2.5. Estructuras supramoleculares de los compuestos del *bis-dmiz* con a) Hg^{2+} y b) Pb^{2+} ^[24]

Dadas las posibilidades del ligante *bis-dmiz*, que se han observado en este capítulo, para actuar como sintón en la formación de construcciones supramoleculares en compuestos con metales de transición; en este trabajo se plantea el estudio de su comportamiento frente a diferentes iones metálicos en presencia de diversos contraiones.

3. OBJETIVOS

Objetivo general

- ⊕ Sintetizar compuestos de coordinación con el ligante 2,2'-bis-(4,4',5,5'-dimetilimidazol) (*bis-dmiz*) y los iones metálicos Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} y Zn^{2+} , variando las condiciones de la reacción tales como: las relaciones estequiométricas y temperatura, con el fin de promover la formación de compuestos, los cuales den lugar a diferentes arreglos supramoleculares.

Objetivos específicos

- ⊕ Caracterizar los compuestos de coordinación obtenidos, mediante las técnicas analíticas y espectroscópicas, descritas en el método experimental.
- ⊕ Determinar el comportamiento del ligante frente a las diferentes sales metálicas de cloruros, bromuros y nitratos.
- ⊕ Promover la presencia de puentes de hidrógeno para la formación de cristales, mediante el uso de metanol como medio de reacción.
- ⊕ Realizar el análisis estructural de los arreglos supramoleculares obtenidos, así como las interacciones intermoleculares que se presenten.

4. CARACTERÍSTICAS DEL BIS-DMIZ

De forma general, las moléculas orgánicas biimidazólicas se pueden usar como ligantes quelatos ya que cuentan con varios grupos donadores de pares de electrones y al desprotonar las moléculas, el número de átomos donadores es mayor; además, tiene varios sitios donadores de protones y la capacidad de coordinarse a los centros metálicos como moléculas neutras, mono-desprotonadas ó bi-desprotonadas como se muestra en la figura 4.1.

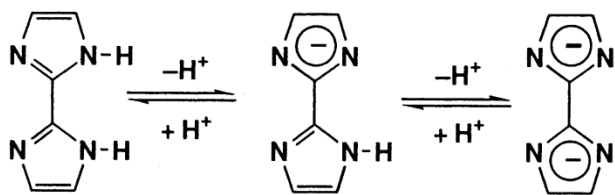


Fig. 4.1. Protonación y desprotonación de las moléculas biimidazólicas.

Por otro lado, estas moléculas también presentan asociación de enlaces de hidrógeno (figura 4.2), las cuales se deben romper para que la coordinación se pueda llevar a cabo. ^[25-29]

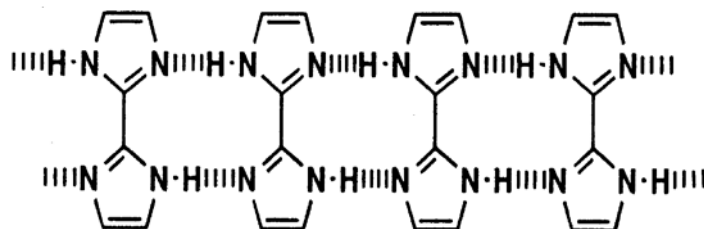


Fig. 4.2. Asociación de puentes de hidrógeno en las moléculas biimidazólicas

En la figura 4.3 se muestra un ejemplo de la asociación de puentes de hidrógeno que se presenta en una molécula biimidazólica ^[30] la cual genera una estructura en forma de hélice.

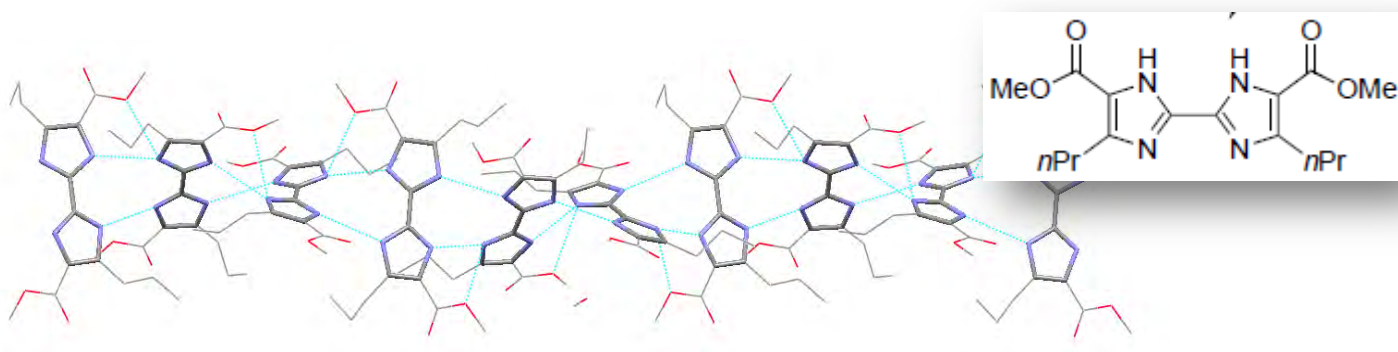
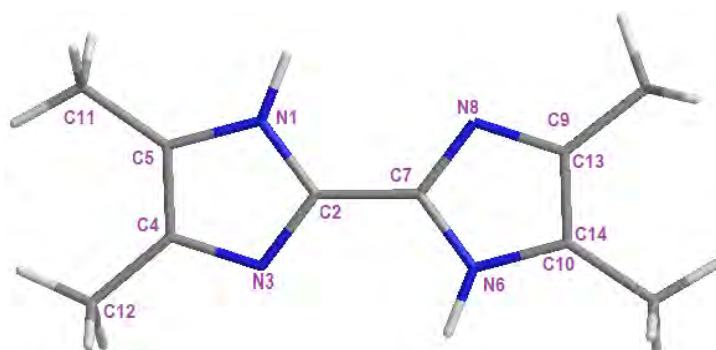


Fig. 4.3. Estructura en forma de hélice de una molécula biimidazólica. ^[30]

PROPIEDADES DEL BIS-DMIZ

El 2,2'-bis(4,4',5,5'-dimetilimidazol) (*bis-dmiz*), es una molécula orgánica biimidazólica simétrica, sustituida en las posiciones 5, 4, 13 y 14 por grupos metilo, con las características de los imidazoles de presentar tautomerismo en los nitrógenos 1, 3, 6 y 8; su estructura numerada se muestra en la figura 4.4.



4.4. Estructura numerada del 2,2'-bis(4,4',5,5'-dimetilimidazol) (*bis-dmiz*)

Es un polvo de color amarillo tenue, con peso molecular de 190.24 g/mol y fórmula molecular $C_{10}N_4H_{14}$, moderadamente soluble en disolventes como acetona y metanol y poco soluble en agua, etanol y DMSO.

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

El espectro en la figura 4.5 muestra el IR del *bis-dmiz* en donde se puede ver la asignación correspondiente de las vibraciones representativas de los grupos funcionales presentes en la molécula. (tabla 4.1)

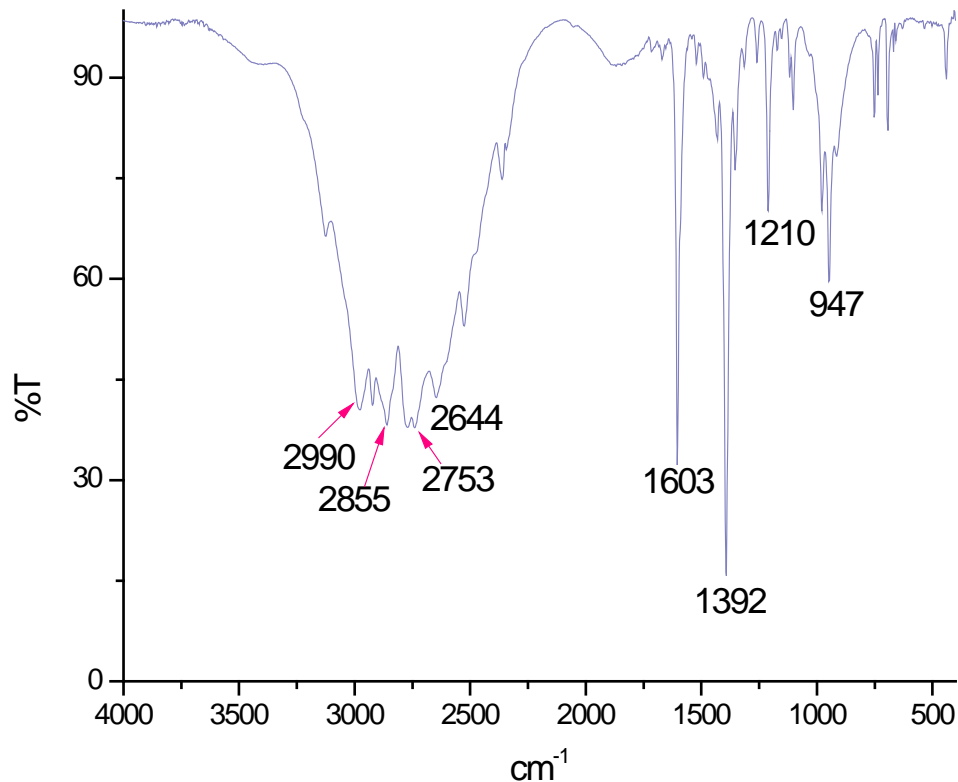


Fig. 4.5. Espectro IR del *bis-dmiz*

Tabla 4.1. Asignación de las principales bandas del *bis-dmiz* ^[31]

<i>Vibraciones cm⁻¹</i>				
CH₃	$\nu(C=C),$ $\nu(C=N)$	$\nu(C-N) + \delta(NH)$	$\nu(C-N)$	$\nu(N=CR-N)$
3000-2500	1603	1392	1210	947

Como se observa en el espectro de IR de esta molécula orgánica se presenta una composición de bandas en la región que comprende de 3000-2500 cm⁻¹, las cuales corresponden a las vibraciones de los grupos CH₃. Así mismo, se observan las vibraciones de los anillos aromáticos, la primera en 1603 cm⁻¹ para $\nu(C=C)$ y $\nu(C=N)$, la segunda en 1392 cm⁻¹, debida a $\nu(C-N) + \delta(NH)$; mientras que en 1210 cm⁻¹ está la correspondiente a C-N y por último $\nu(N=CR-N)$ ubicada en 947 cm⁻¹. ^[31]

ANÁLISIS ELEMENTAL

En la tabla 4.2 se muestran los resultados del análisis elemental del ligante.

Tabla 4.2. Análisis elemental del *bis-dmiz*

	<i>Calculado</i>	<i>Experimental</i>
<i>%C</i>	63.13	62.02
<i>%N</i>	29.44	29.22
<i>%H</i>	7.41	7.26

ESPECTROSCOPIA ELECTRÓNICA (REFLECTANCIA DIFUSA)

El espectro electrónico del *bis-dmiz*, obtenido por medio de la técnica de reflectancia difusa, (figura 4.6) exhibe dos bandas en 30468 y 25858 cm^{-1} que se deben a las transiciones electrónicas permitidas $\pi^* \leftarrow \pi$, debida a las dobles ligaduras conjugadas de los anillos imidazólicos.^[32]

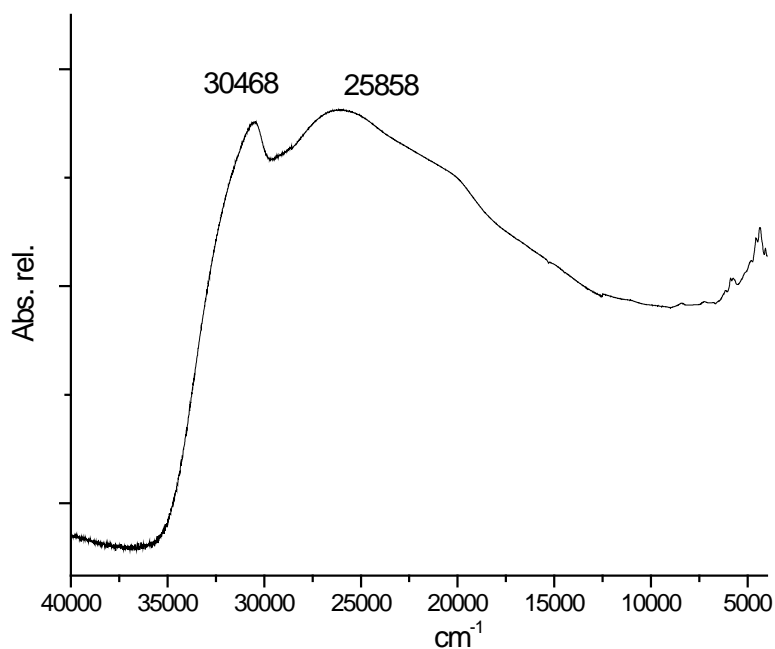


Fig. 4.6. Espectro electrónico del *bis-dmiz*



5. MÉTODO EXPERIMENTAL

REACTIVOS

Las materias primas, ligante y sales metálicas, utilizadas en las reacciones que se presentan en esta tesis fueron obtenidas de *Sigma – Aldrich*. El disolvente usado fue metanol de grado analítico, *J. T. Baker*. Tanto los reactivos como los disolventes se utilizaron sin previa purificación.

INSTRUMENTACIÓN

Los espectros de infrarrojo se determinaron en el intervalo de 4000-400 cm^{-1} utilizando un equipo Nicolet FT-IR 740, empleándose en todos los casos, pastillas de KBr.

Los análisis elementales se llevaron a cabo en un microanalizador Fison EA1108, utilizando acetanilida como patrón de referencia.

En el caso de los espectros de Resonancia Paramagnética Electrónica, se realizaron en sólido a temperatura ambiente (298.15 K) y baja temperatura (77 K) en disolución de metanol, en un equipo Bruker Elexsys E-500 a una frecuencia de 9.45 GHz (banda X).

Los equipos anteriores, se encuentran en la USAI de la Facultad de Química de la UNAM.

Los espectros electrónicos se realizaron mediante la técnica de reflectancia difusa (estado sólido), en un espectrofotómetro CARY 5000 UV-Vis-NIR, en el intervalo de 250-2500 nm ($40000-4000\text{ cm}^{-1}$).

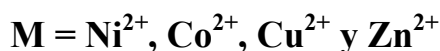
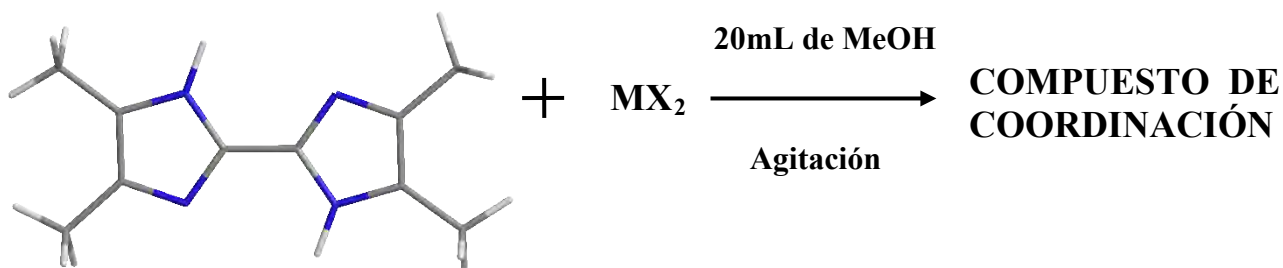
Las medidas de susceptibilidad magnética de las muestras en polvo se llevaron a cabo en una balanza Johnson-Matthey, utilizando el método de Gouy. Ambos equipos se ubican en el laboratorio 211 de Química Inorgánica, Posgrado de la Facultad de Química de la UNAM.

La difracción de rayos-X se llevó a cabo en un difractómetro Oxford Diffraction Gemini "A" a temperatura ambiente y bajas temperaturas (130K), empleándose la radiación Mo-K α . La estructura se resolvió utilizando el programa SHELXLS-97 (Sheldrick, 1997) y se refinó con SHELXL-97. El equipo se encuentra en la USAI en la Facultad de Química, UNAM.

Los parámetros de colección de las estructuras de rayos-X presentadas en esta tesis se condensan en el apéndice I.

La caracterización de los compuestos obtenidos en este trabajo se da mediante: análisis elemental, momento magnético, resonancia paramagnética electrónica (RPE), espectroscopía infrarroja (IR), espectroscopía electrónica UV-Vis-NIR (reflectancia difusa) y difracción de rayos-X.

MÉTODO DE SÍNTESIS DE LOS COMPUESTOS

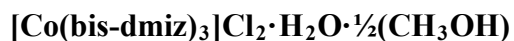


Es importante hacer mención de que el estudio de análisis elemental de los compuestos presentados, se llevó a cabo en los cristales extraídos del seno de la reacción, por lo que en algunos casos se observan moléculas de agua o del disolvente de reacción (metanol) ya que no se llevaron a sequedad, las cuales no se observan en la difracción de rayos – X, por lo que estas moléculas no están contenidas en las redes cristalinas.

Se llevaron a cabo series de reacciones en diferentes condiciones; variando las relaciones estequiométricas de los reactivos, 1:1, 1:2 y 2:1 (metal : ligante), y variando la temperatura de reacción, en reflujo de 2h y 12h, así como a temperatura ambiente, encontrándose que las condiciones óptimas para la obtención de los compuestos es la que se describe a continuación.

Los cálculos de rendimiento de las reacciones se realizaron con base en el ligante, ya que es el reactivo limitante.

COMPUESTOS TRISQUELATO



Se pesaron 0.2379 g (1mmol) de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja/café; la cual se guarda para la evaporación lenta del disolvente a temperatura ambiente; 1 semana después se observa la aparición de cristales de color naranja, los cuales se extraen del medio de reacción antes de llegar a sequedad. Rendimiento 90%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 49.87 /49.56, %N 22.88/22.36, %H 6.31/6.32.

[Co(bis-dmiz)₃]Br₂·3H₂O

Se pesaron 0.2187 g (1mmol) de CoBr₂·H₂O y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja/café; ésta se guarda para la evaporación lenta del disolvente, a temperatura ambiente; 1 semana después se observa la aparición de cristales de color naranja, los cuales se extraen del medio de reacción antes de llegar a sequedad. Rendimiento 98%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 42.71 /42.14, %N 19.92/19.49, %H 5.73/4.93.

[Co(bis-dmiz)₃](NO₃)₂

Se pesaron 0.2910 g (1mmol) de Co(NO₃)₂·6H₂O y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja/café; ésta se guarda para la evaporación lenta del disolvente a temperatura ambiente; 3 días después se observa la aparición de cristales de color naranja, los cuales se extraen del medio de reacción antes de llegar a sequedad. Rendimiento 96%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 47.80 /47.46, %N 26.01/25.35, %H 5.61/5.65.

[Ni(bis-dmiz)₃]Cl₂·1½H₂O

Se pesaron 0.2377 g (1mmol) de NiCl₂·6H₂O y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja; ésta se guarda para la evaporación lenta del disolvente a temperatura ambiente; 1 semana después, se observa la aparición de cristales de color verde, los cuales se extraen del medio de reacción antes de llegar a sequedad. Rendimiento 88%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 49.54 /49.81, %N 23.11/23.88, %H 6.24/5.85.

[Ni(bis-dmiz)₃]Br₂ · H₂O

Se pesaron 0.2185 g (1mmol) de NiBr₂·3H₂O y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja; ésta se guarda para la evaporación lenta del disolvente a temperatura ambiente; 2 semanas después se observa la aparición de cristales de color verde, los cuales se extraen del medio de reacción antes de llegar a sequedad. Rendimiento 64%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 44.63 /44.65, %N 20.82/21.01, %H 5.49/5.16.

[Ni(bis-dmiz)₃](NO₃)₂ · H₂O

Se pesaron 0.2908 g (1mmol) de NiNO₃·6H₂O y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja; la cual se guarda para la evaporación lenta del disolvente a temperatura ambiente, aproximadamente 4 semanas después, se observa la aparición de cristales de color verde, los cuales se extraen del medio de reacción antes de llegar a sequedad. Rendimiento 83%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 46.71 /46.81, %N 25.42/25.29, %H 5.75/5.42.

COMPUESTO BISQUELATO

[Cu(bis-dmiz)₂Cl]NO₃ · H₂O

Este compuesto se obtuvo como subproducto de la reacción de Cu(NO₃)₂ con el ligante, en forma de cristales de color morado, los cuales, aunque fueron adecuados para difracción de rayos-X, no fueron suficientes para su análisis elemental y por lo mismo no se ha calculado el rendimiento.

La reacción de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ se realizó de la siguiente manera, se pesaron 0.0604g de la sal metálica (0.25mmol) la cual se contaminó con trazas de la sal de CuCl_2 y se disolvieron en 10mL de MeOH, por separado se pesan 0.0951g de ligante (0.5mmol) y colocan en la misma cantidad de disolvente, ambas soluciones se mezclan y colocan a reflujo por 5 horas al final se observa una solución verde/ café oleosa y se guarda para evaporación lenta del disolvente en refrigeración, después de 3 semanas se observa la formación de algunos cristales de color morado, los cuales se extraen de la mezcla de reacción que no se lleva a sequedad.

COMPUESTOS MONOQUELATOS

$[\text{Zn}(\text{bis-dmiz})\text{Cl}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Se pesaron 0.1362 g (2mmol) de ZnCl_2 y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja; la cual se guarda para la evaporación lenta del disolvente en refrigeración; 6 semanas después, se observa la aparición de cristales incoloros los cuales se extraen del medio antes de llegar a sequedad. Rendimiento 52%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 33.13/33.68, %N 15.45/15.69, %H 5.00/3.70.

$[\text{Zn}(\text{bis-dmiz})\text{Br}_2] \cdot \frac{1}{2}\text{CH}_3\text{OH}$

Se pesaron 0.2251 g (2mmol) de ZnBr_2 y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se le agregaron lentamente y con agitación constante, 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla se torna de color naranja; la cual se guarda para la evaporación lenta del disolvente en refrigeración; 6 semanas después, se observa la aparición de cristales incoloros los cuales se extraen del medio antes de que llegue a sequedad. Rendimiento 41%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 29.23/29.20, %N 12.99/13.45, %H 3.74/3.27.

[Cu(bis-dmiz)Br₂] · 5H₂O

Se pesaron 0.2233 g (1mmol) de CuBr₂ y se disolvieron en 20 mL de metanol a temperatura ambiente, a esta disolución se agregaron lentamente con agitación contante 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla de reacción toma un color café/verdoso, después de 2 meses de evaporación lenta del disolvente, a temperatura ambiente, se observa la formación de un precipitado de color verde pasto. Rendimiento 69%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 23.84/23.51, %N 11.12/11.10, %H 4.82/2.84.

[Cu(bis-dmiz)Cl₂]

Se pesaron 0.1704 g (1mmol) de CuCl₂ · 2H₂O, los cuales se disolvieron en 20 mL de MeOH a temperatura ambiente, a esta solución se agregaron lentamente y con agitación constante 0.1902 g (1mmol) de bis-dmiz, la mezcla de reacción toma un color café/verdoso, después de 2 meses de evaporación lenta del disolvente, a temperatura ambiente, se observa la formación de un precipitado de color verde pasto. Rendimiento 51%. Análisis elemental, (Calculado/Experimental): %C 36.99/36.34, %N 17.25/17.32, %H 4.35/4.18.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Durante el desarrollo del trabajo de investigación se obtuvieron diversos compuestos de coordinación a partir del ligante *2,2'-bis-(4,4',5,5'-dimetilimidazol) (bis-dmiz)*; la caracterización de éstos, así como la descripción de las estructuras supramoleculares obtenidas y algunos datos cristalográficos relevantes son descritos en el presente capítulo.

6.1. COMPUESTOS TRISQUELATOS

Al realizar la caracterización analítica y espectroscópica de los compuestos de coordinación obtenidos a partir de las sales de cloruro, bromuro y nitrato de los iones metálicos Co^{2+} y Ni^{2+} , se observó que en todos los casos se obtuvieron compuestos trisquelato, por lo que a continuación se discutirán conjuntamente ambas series de compuestos.

6.1.1 CARACTERIZACIÓN

Espectroscopía infrarroja

En las figuras 6.1 y 6.2 se pueden observar los espectros infrarrojos de $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot \frac{1}{2}\text{CH}_3\text{OH}$ y $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ respectivamente, los cuales son ejemplos de los compuestos que se discuten en esta parte.

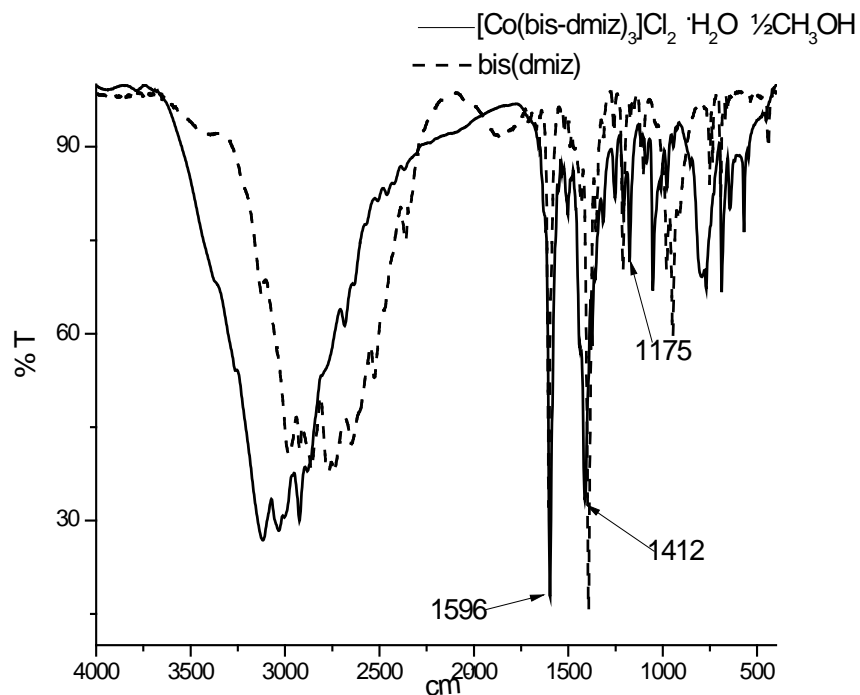


Fig. 6.1. Espectro infrarrojo del compuesto
 [Co(bis-dmiz)₃]Cl₂H₂O·½CH₃OH

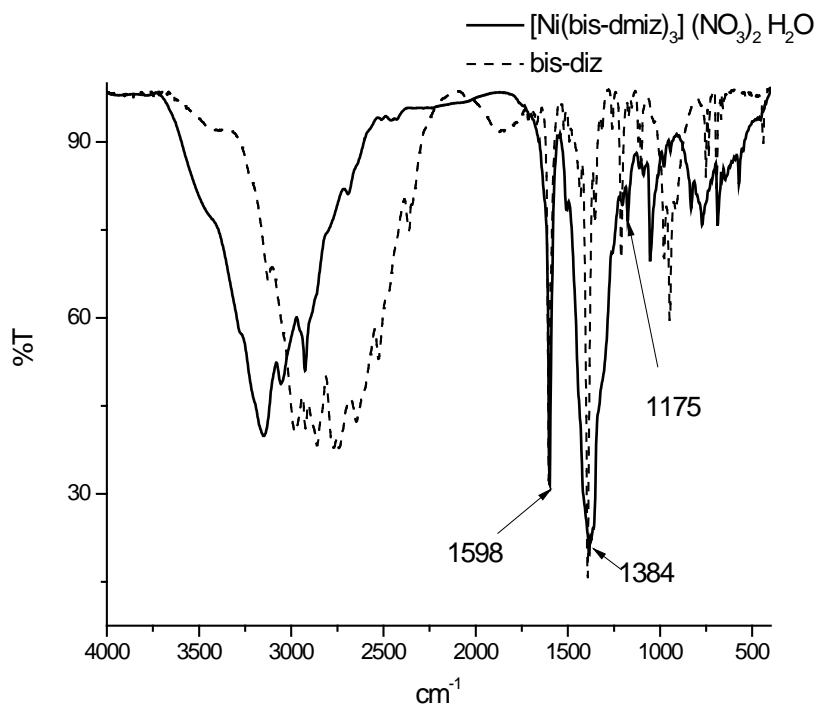


Fig. 6.2. Espectro infrarrojo del compuesto
 [Ni(bis-dmiz)₃](NO₃)₂·H₂O

En la tabla 6.1, se muestran los valores de las bandas más relevantes de los compuestos, aquellas que indican la coordinación del ligante hacia los compuestos de coordinación, así como las del ligante libre, con el fin de realizar la comparación de los desplazamientos de dichas bandas. [33,29,23]

Tabla. 6.1. Bandas de IR seleccionadas para los compuestos de coordinación y el ligante bis-dmiz

COMPUESTOS	IR (cm ⁻¹)		
	$\nu(C=C)$ $\nu(C=N)$	$\nu(C-N) + \delta(N-H)$	$\nu(C-N)$
<i>bis-dmiz</i>	1603	1392	1210
<i>[Co(bis-dmiz)₃] Cl₂·H₂O· ½CH₃OH</i>	1596	1412	1175
<i>[Co(bis-dmiz)₃] (NO₃)₂</i>	1599	1392*	1174
<i>[Co(bis-dmiz)₃] Br₂·2H₂O</i>	1598	1416	1175
<i>[Ni(bis-dmiz)₃] Cl₂·1 ½H₂O</i>	1596	1407	1175
<i>[Ni(bis-dmiz)₃] (NO₃)₂·H₂O</i>	1598	1384*	1175
<i>[Ni(bis-dmiz)₃] Br₂·H₂O</i>	1596	1410	1175

*Banda ancha debida al ión nitrato

Se puede observar que las bandas asignadas en los espectros IR a las vibraciones $\nu(C=C)$ y $\nu(C=N)$, así como a la banda $\nu(C-N)$ en los compuestos de coordinación se desplazan a menor energía, con valores entre 1596 - 1599 cm⁻¹ y 1174 - 1175 cm⁻¹ respecto a las del ligante en 1603 y 1210 cm⁻¹. Lo anterior indica la coordinación de éste hacia el centro metálico a través de los nitrógenos imidazólicos y lo cual se corrobora mediante el desplazamiento hacia mayor energía de la banda correspondiente a $\nu(C-N) + \delta(N-H)$ en los compuestos (1416 - 1407 cm⁻¹) con respecto a la del ligante (1392 cm⁻¹). Esto debido a que el equilibrio tautomérico del ligante se pierde al estar coordinado a los átomos metálicos. Esta última banda no se puede apreciar en los compuestos de nitrato ya que la banda que corresponde a éste grupo funcional se encuentra ubicada alrededor de 1390 cm⁻¹ es ancha y cubre la región.

Análisis elemental

En la tabla 6.2 se presentan los análisis elementales de los compuestos

Tabla. 6.2. Análisis elemental para los compuestos trisquelato de Co(II) y Ni(II)

COMPUESTO	C	N	H
	Encontrado / Calculado		
$[Co(bis-dmiz)_3]Cl_2 \cdot H_2O \cdot \frac{1}{2}CH_3OH$	49.56 / 49.87	22.36 / 22.88	5.32 / 6.31
$[Co(bis-dmiz)_3](NO_3)_2$	47.46 / 47.80	25.35 / 26.01	5.65 / 5.61
$[Co(bis-dmiz)_3]Br_2 \cdot 3H_2O$	42.14 / 42.71	19.49 / 19.92	4.93 / 5.73
$[Ni(bis-dmiz)_3]Cl_2 \cdot \frac{1}{2}H_2O$	49.81 / 49.54	23.88 / 23.11	5.85 / 6.24
$[Ni(bis-dmiz)_3](NO_3)_2 \cdot H_2O$	46.81 / 46.71	25.29 / 25.42	5.42 / 5.75
$[Ni(bis-dmiz)_3]Br_2 \cdot H_2O$	44.65 / 44.63	21.01 / 20.82	5.16 / 5.49

Como ya se mencionó en el capítulo en donde se describe el método experimental, el estudio de análisis elemental de los compuestos presentados, se llevó a cabo en los cristales extraídos del seno de la reacción, por lo que en algunos casos se observan moléculas de agua o del disolvente de reacción (metanol) ya que no se llevaron a sequedad, las cuales no se observan en la difracción de rayos – X, por lo que estas moléculas no están contenidas en las redes cristalinas.

Para continuar con la caracterización de los compuestos se realizó el estudio de los espectros electrónicos de UV-Vis-NIR, por medio de la técnica de reflectancia difusa.

Espectroscopía electrónica

En las figuras 6.3 y 6.4, se muestran los espectros de reflectancia difusa de los compuestos $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, como ejemplos de los obtenidos para todos los compuestos trisquelato de cobalto(II) y níquel(II), ya que son muy similares.

La asignación de las transiciones electrónicas ν_1 , ν_2 y ν_3 , así como las transferencias de carga (TC) se muestran en los espectros correspondientes.

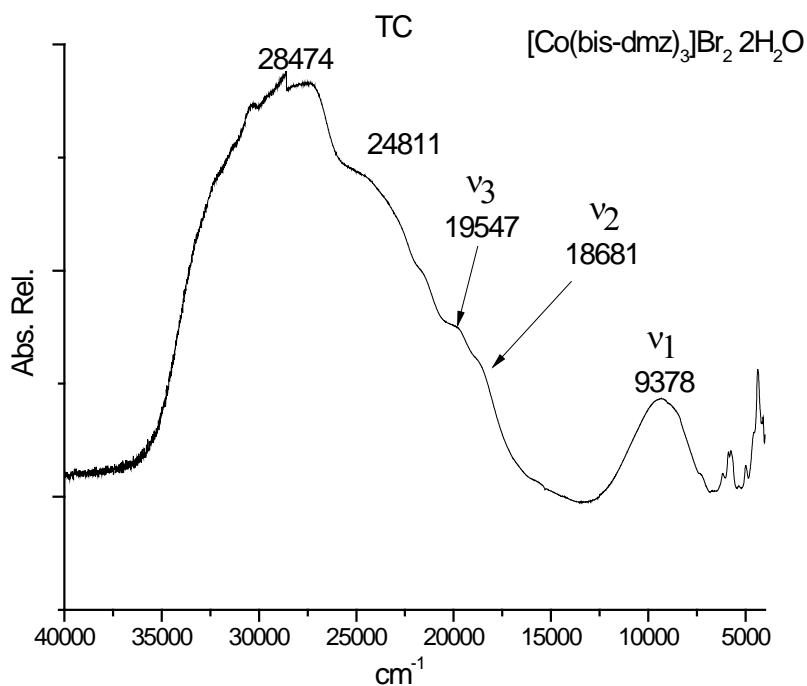
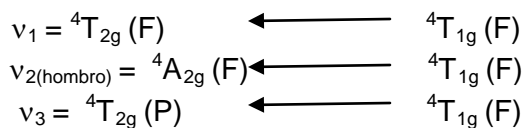


Fig. 6.3. Espectro electrónico de $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (reflectancia difusa) y asignación de las transiciones



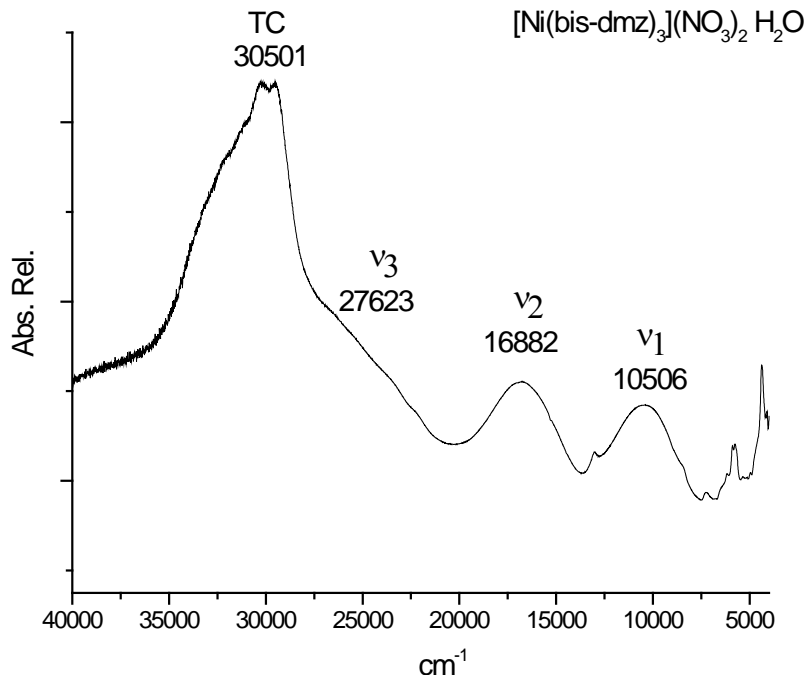
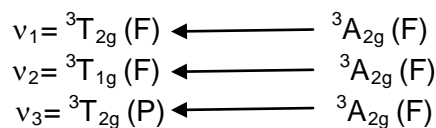


Fig. 6.4. Espectro electrónico de $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (reflectancia difusa) y asignación de las transiciones



En estos espectros, se observaron bandas anchas debidas a transferencia de carga de los orbitales del centro metálico al ligante,^[34] por lo que la asignación no es completamente clara y es por lo ello que se decidió realizar el estudio de los espectros electrónicos en disolución. En las figuras 6.5 y 6.6 se muestran los espectros de estos compuestos en metanol.

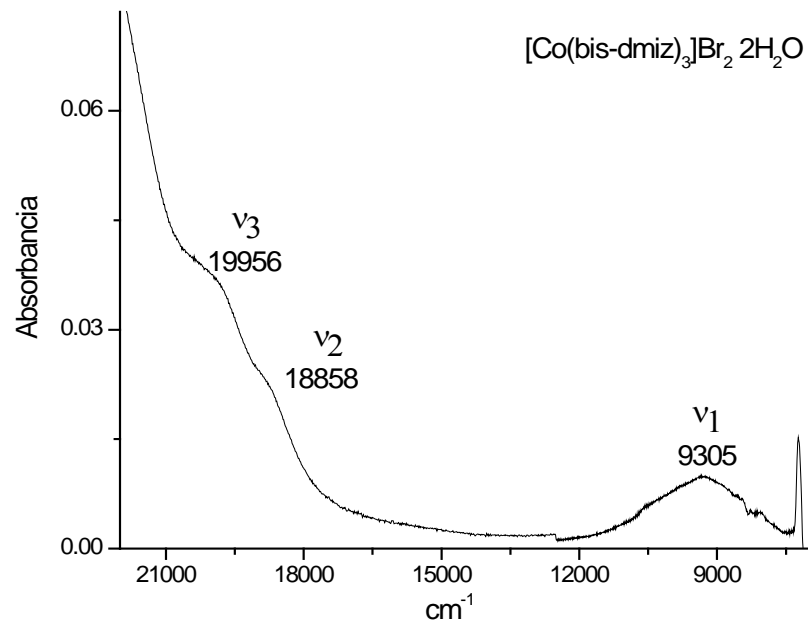


Fig. 6.5. Espectro electrónico de [Co(bis-dmiz)₃]Br₂·2H₂O (disolución en MeOH [2mg/mL])

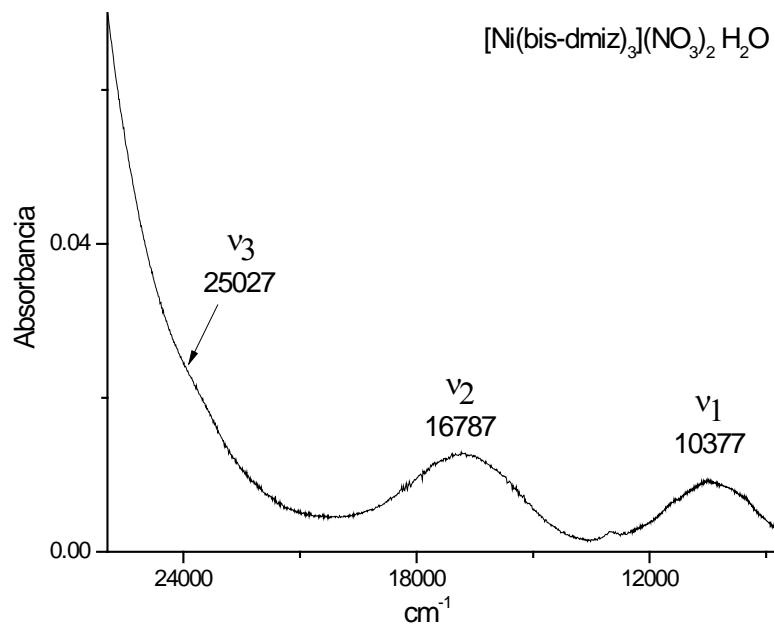


Fig. 6.6. Espectro electrónico de [Ni(bis-dmiz)₃](NO₃)₂·H₂O (disolución en MeOH [2mg/mL])

Todos los compuestos de Co^{2+} y Ni^{2+} obtenidos, muestran tres bandas que representan las transiciones ($d-d$) para los centros metálicos, que corresponden a una geometría octaédrica, como lo indica la literatura.^[32]

En los espectros en disolución se observan las tres bandas de las transiciones electrónicas en la misma región que en los espectros en estado sólido, lo cual nos indica que los compuestos de coordinación son estables, es decir que la geometría de cada centro metálico se mantiene.

Los valores de las bandas para el resto de los compuestos se encuentran sintetizados en la tabla 6.3.

Tabla. 6.3. Transiciones electrónicas para los compuestos de Co(II) y Ni(II) y sus momentos magnéticos

COMPUESTOS	UV-Vis-NIR (cm^{-1})			μ_{ef} (MB)
	ν_1	ν_2	ν_3	
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot \frac{1}{2}\text{CH}_3\text{OH}$	9182	18681	19547	5.18
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$	9313	18762	19629	5.27
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	9378	18681	19547	5.10
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$	10359	16752	26920	3.15
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	10506	16882	27623	3.01
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	10294	16752	26643	2.91

Para el caso de los compuestos de cobalto(II) se tienen las bandas centradas en las regiones : $9182 - 9378 \text{ cm}^{-1}$ (ν_1), $18681 - 18762 \text{ cm}^{-1}$ (ν_2) y $19547 - 19629 \text{ cm}^{-1}$ (ν_3), mientras que para los compuestos de níquel(II) son: $10294 - 10506 \text{ cm}^{-1}$ (ν_1), $16752 - 16882 \text{ cm}^{-1}$ (ν_2) y $26643 - 27623 \text{ cm}^{-1}$ (ν_3).

Susceptibilidad magnética

Se determinaron los momentos magnéticos efectivos (μ_{ef}) de cada uno de los compuestos, los cuales se pueden consultar en la tabla 6.3; estos valores se encuentran en los intervalos esperados para compuestos monoméricos de Co^{2+} de configuración electrónica d^7 , con tres electrones desapareados y Ni^{2+} , de configuración electrónica d^8 , con dos electrones desapareados,^[34] lo que indica que no existe interacción magnética entre los centros metálicos.

Fue posible la obtención de cristales adecuados para realizar el estudio de difracción de rayos-X de monocristal de cada uno de los compuestos antes caracterizados, estos resultados se discuten en la siguiente sección.

6.1.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS-X

Se llevó a cabo el estudio por difracción de rayos-X de monocristal de los compuestos de cobalto(II) y níquel(II) obtenidos, observándose que no contienen las moléculas de agua de hidratación y/o de disolvente que se presentan en el análisis elemental, como ya se mencionó con anterioridad.

En la figura 6.7 se muestra la estructura del compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$ como ejemplo de las estructuras obtenidas.

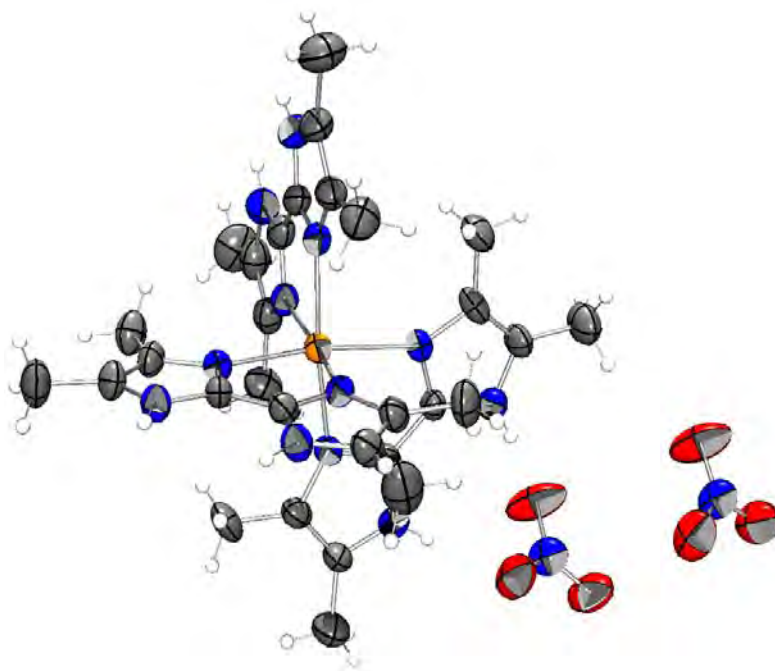


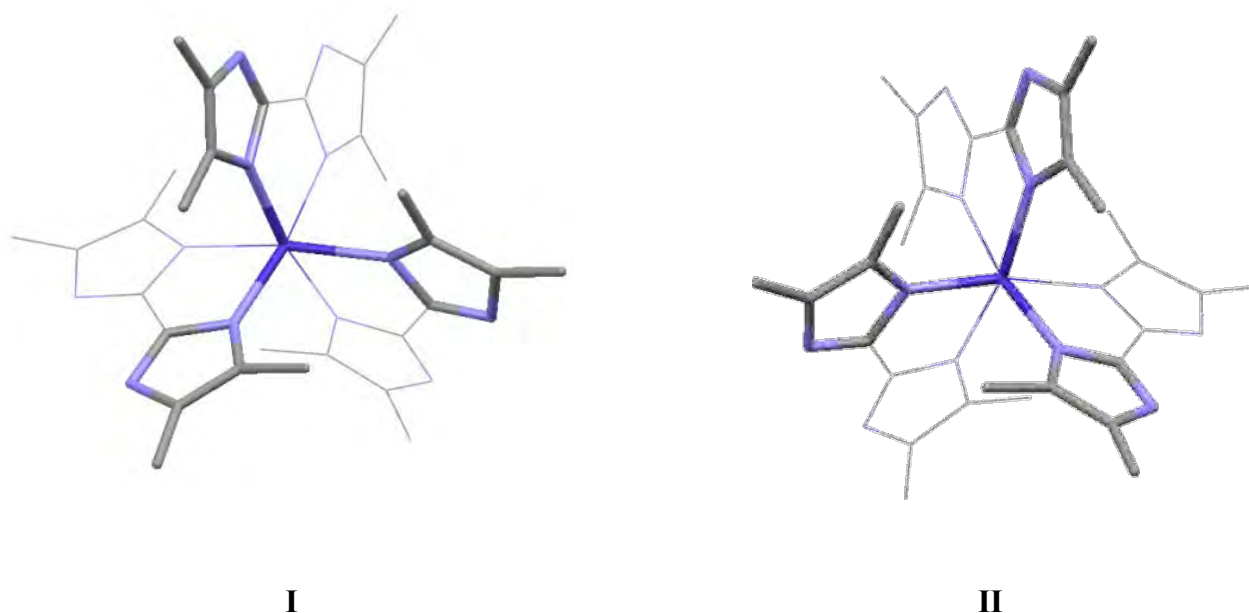
Fig. 6.7. Diagrama ORTEP, del compuesto trisquelato [Co(bis-dmiz)₃](NO₃)₂ (probabilidad 30%)

En esta estructura se puede ver que el centro metálico se encuentra hexacoordinado presentando una geometría octaédrica distocionada; éste se encuentra unido a tres ligantes, cada uno, coordinado de forma bidentada por medio de dos átomos de nitrógeno de los anillos imidazólicos, dando la formación de un anillo quelato de cinco miembros, con los contraiones (cloruro, bromuro o nitrato) fuera de la esfera de coordinación.

El estudio de difracción de rayos-X de monocristal, concuerda con los resultados obtenidos en la caracterización analítica y espectroscópica de los compuestos que se discutió previamente.

Los compuestos trisquelato octaédricos pueden dar lugar a isómeros ópticos quirales (Δ , delta ó Λ , lambda),^[36] por lo que se llevó a cabo un análisis de cada una de las estructuras obtenidas con el objeto de determinar el tipo de isomería que presentan.

Se encontró que cada cristal analizado es enantioméricamente puro, es decir que estos compuestos de coordinación estabilizan un solo isómero, ya sea Δ (delta) ó Λ (lambda), aunque esto no tiene correlación con la rotación óptica que pueden presentar ya que cualquiera de los isómeros pueden desviar la luz polarizada hacia la derecha (+) o hacia la izquierda (-). En la figura 6.8 se representan las estructuras de ambos isómeros.



**Fig. 6.8. Isomería observada en los compuestos trisquelato
I isómero Λ (lambda); II isómero Δ (delta). Se han eliminado los H
para una mejor visualización**

En las tablas 6.4 y 6.5, se muestra el tipo de isomería que se estabiliza para cada uno de los cristales analizados de los compuestos trisquelatos de cobalto(II) y níquel(II) respectivamente; estos resultados se comprobaron con el valor del parámetro de Flack, el cual al presentar valores cercanos a cero, indica que la configuración absoluta del compuesto fue asignada correctamente y por lo tanto, se asume que cada cristal analizado es enantioméricamente puro ya que si el valor obtenido fuera cercano a 1 indicaría que la configuración absoluta del enantiómero es la opuesta, de otra forma, si el parámetro mostrara un valor próximo 0.5, indicaría que el cristal contiene a ambos isómeros en una mezcla racémica, mientras que si se tiene otro valor en el intervalo de 0 a 1, significa que ambos isómeros se encuentran en el cristal en diferentes proporciones.^[37]

Sin embargo, con este análisis no se puede determinar si todos los cristales obtenidos de una misma reacción corresponden a un sólo isómero o son la mezcla de ambos y si este último fuera el caso; tampoco se puede determinar la relación estequiométrica que exista entre ambos isómeros. Estudios como dicroísmo circular o polarimetría no son factibles a realizarse para determinar lo anterior, ya que en disolución los isómeros tienden a racemizarse, por lo tanto dejarían de ser ópticamente activos.

En las tablas, se incluyen otros datos cristalográficos representativos de los compuestos; mientras que el resto de la información cristalográfica se puede consultar en el apéndice I al final del presente trabajo.

Tabla. 6.4. Información cristalográfica de los trisquelatos de cobalto(II)

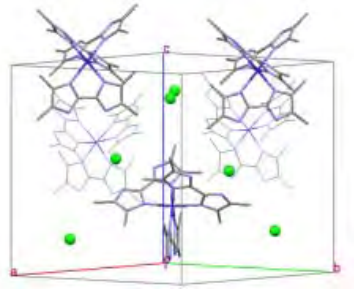
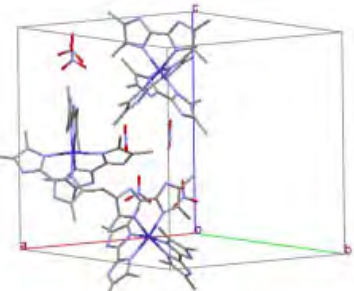
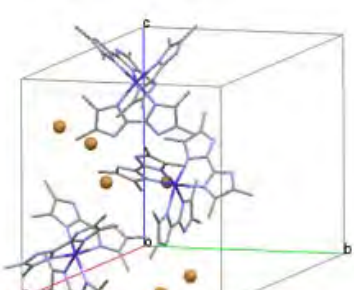
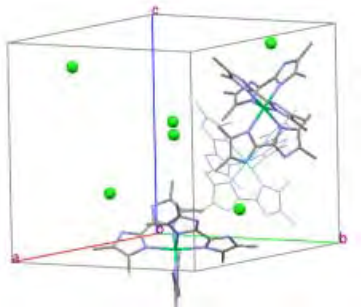
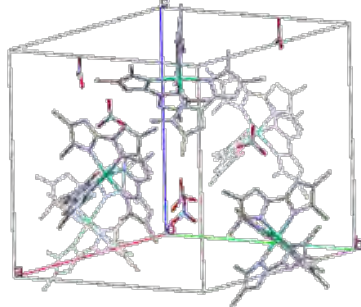
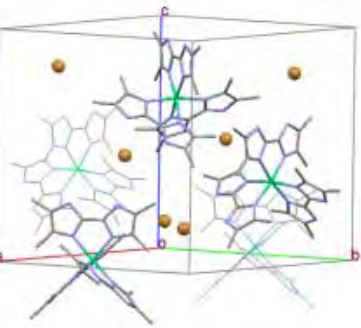
<i>COMPUESTOS</i>	<i>Grupo espacial</i>	<i>Isómero</i>	<i>Parámetro de Flack</i>	<i>Z</i>	<i>Celda unitaria</i>
$[Co(bis-dmiz)_3]Cl_2$	P6 ₂	Λ	0.09(16)	3	
$[Co(bis-dmiz)_3](NO_3)_2$	P3 ₂	Λ	0.01(3)	3	
$[Co(bis-dmiz)_3]Br_2$	P3 ₁	Δ	0.083(14)	3	

Tabla. 6.5. Información cristalográfica de los trisquelatos de níquel(II)

<i>COMPUESTOS</i>	<i>Grupo espacial</i>	<i>Isómero</i>	<i>Parámetro de Flack</i>	<i>Z</i>	<i>Celda unitaria</i>
$[Ni(bis-dmiz)_3]Cl_2$	P3 ₂	Λ	-0.03(5)	3	
$Ni(bis-dmiz)_3(NO_3)_2$	P6 ₂	Δ	0.00 (2)	3	
$[Ni(bis-dmiz)_3]Br_2$	P6 ₂	Λ	0.04(2)	3	

En la refinación de los datos de cristalográficos de los compuestos se tuvieron dos comportamientos, en el primer caso, se tienen compuestos con el grupo espacial $P6_2$ los cuales se generan (figura 6.9, I); mientras que en el segundo caso se tienen compuestos con grupos espaciales $P3_1$ y $P3_2$, los cuales en el proceso de refinamiento, no se generan por simetría (figura 6.9, II) y por lo tanto la numeración de ambos tipos es diferente, esto se ejemplifica con los compuestos $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$ y $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$ respectivamente.

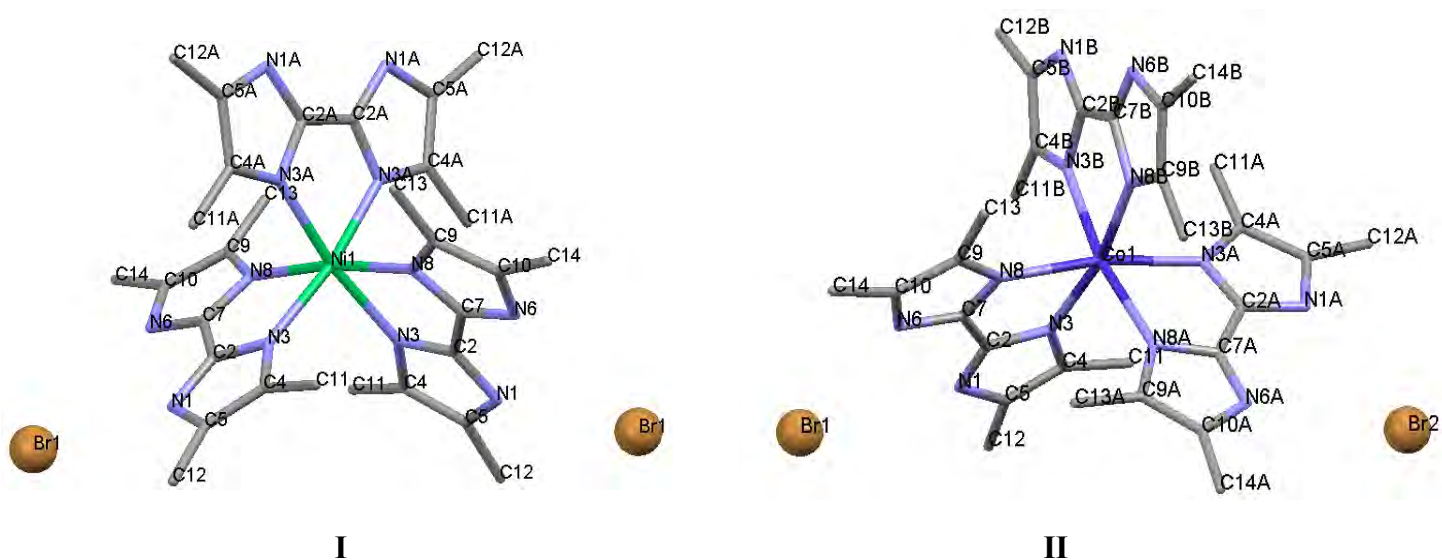


Fig. 6.9. Ejemplos de la numeración de los compuestos con grupo espacial $P6_2$ (I) y para los grupos espaciales $P3_1$ y $P3_2$ (II)

Es importante puntualizar lo anterior ya que, a continuación se realizará la discusión de las distancias intramoleculares y ángulos, así como los puentes de hidrógeno presentes en cada compuesto. En esta discusión primero se analizarán aquellos compuestos que presentan un grupo espacial $P6_2$ $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2$, $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$ y $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$ y después aquellos que poseen grupos espacial $P3_1$ y $P3_2$ $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$, $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$ y $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2$.

Ángulos, distancias y puentes de hidrógeno (grupo espacial $P6_2$)

En la figura 6.10, se muestra el compuesto $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$ para ejemplificar las estructuras para los tres compuestos octaédricas de grupo espacial $P6_2$. Como se puede observar, la geometría se encuentra ligeramente distorsionada ya que el ángulo N3-Ni-N3A es de 172° ; el cual debería ser de 180° para un octaedro regular, esta distorsión se observa en los tres compuestos, además de que los ángulos quelato se encuentran entre 79 y 82° . Los datos para estos compuestos se pueden consultar en la tabla 6.6.

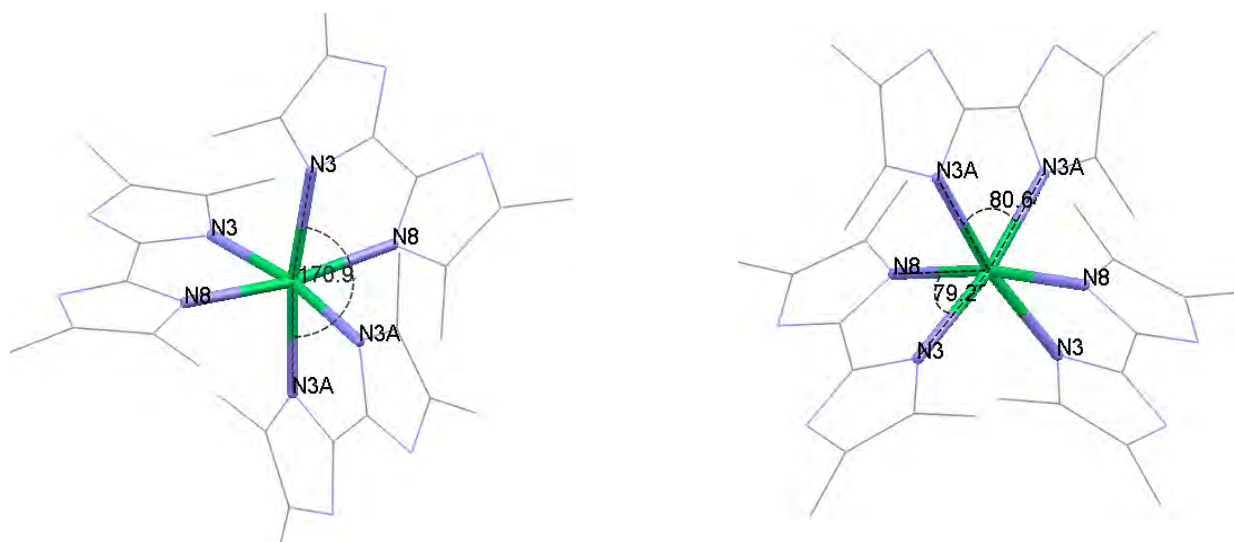


Fig. 6.10. Distorsión de la estructura octaédrica de $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$ de grupo espacial $P6_2$. Ángulos lineal y quelato, respectivamente

Tabla. 6.6. Ángulos lineal y quelato de los compuestos de grupo espacial $P6_2$

COMPUESTO	Ángulos ($^\circ$)		
	LINEAL	QUELATO	
		$\text{N3} - \text{M} - \text{N3A}$	$\text{N3} - \text{M} - \text{N8}$
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2$	171.6 (5)	78.1 (5)	81.9 (7)
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$	170.9 (2)	79.2 (2)	80.6 (4)
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$	171.9 (2)	79.6 (19)	79.8 (3)

A continuación se discutirán las distancias de enlace de los átomos como se muestra en la figura 6.11.

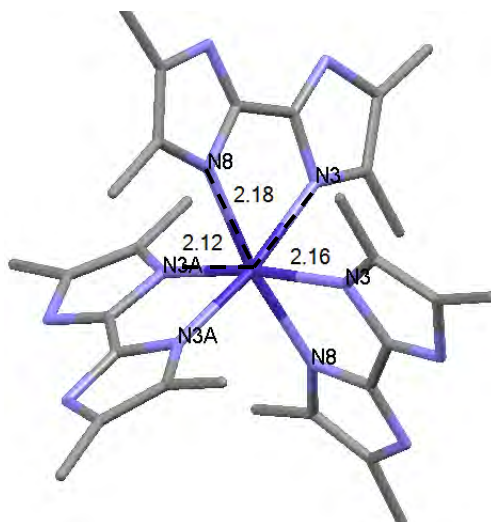


Fig. 6.11. Distancias de enlace del compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2$

Como se puede ver los átomos de nitrógeno que se unen al centro metálico son N8, con distancias en el intervalo de 2.150 (5) – 2.184 (9) Å y N3 entre 2.105 – 2.166 Å, que son de la misma molécula de ligante y N3A entre 2.091 (5) – 2.127 (10) Å, que pertenece a otra molécula de ligante. En la tabla 6.7 se muestran estos datos para los tres compuestos.

Tabla. 6.7. Distancias de enlace de los compuestos de grupo espacial $P6_2$

COMPUESTO	Distancias (Å)		
	$M - N3$	$M - N8$	$M - N3A$
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2$	2.165 (11)	2.184 (9)	2.127 (10)
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$	2.105 (6)	2.150 (5)	2.107 (6)
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$	2.136 (5)	2.154 (4)	2.091 (5)

Al comparar los datos de la tabla, se observa que las distancias M-N se encuentran en el intervalo esperado para enlaces metal – nitrógeno imidazólico^[21].

Por último, se analiza el comportamiento de los puentes de hidrógeno que se observan en la siguiente figura 6.12.

Es importante hacer mención de que las distancias de puentes de hidrógeno se tomarán de heteroátomo a heteroátomo, asumiendo que entre ellos hay un átomo de hidrógeno, tal y como lo informa T. Steiner.^[35]

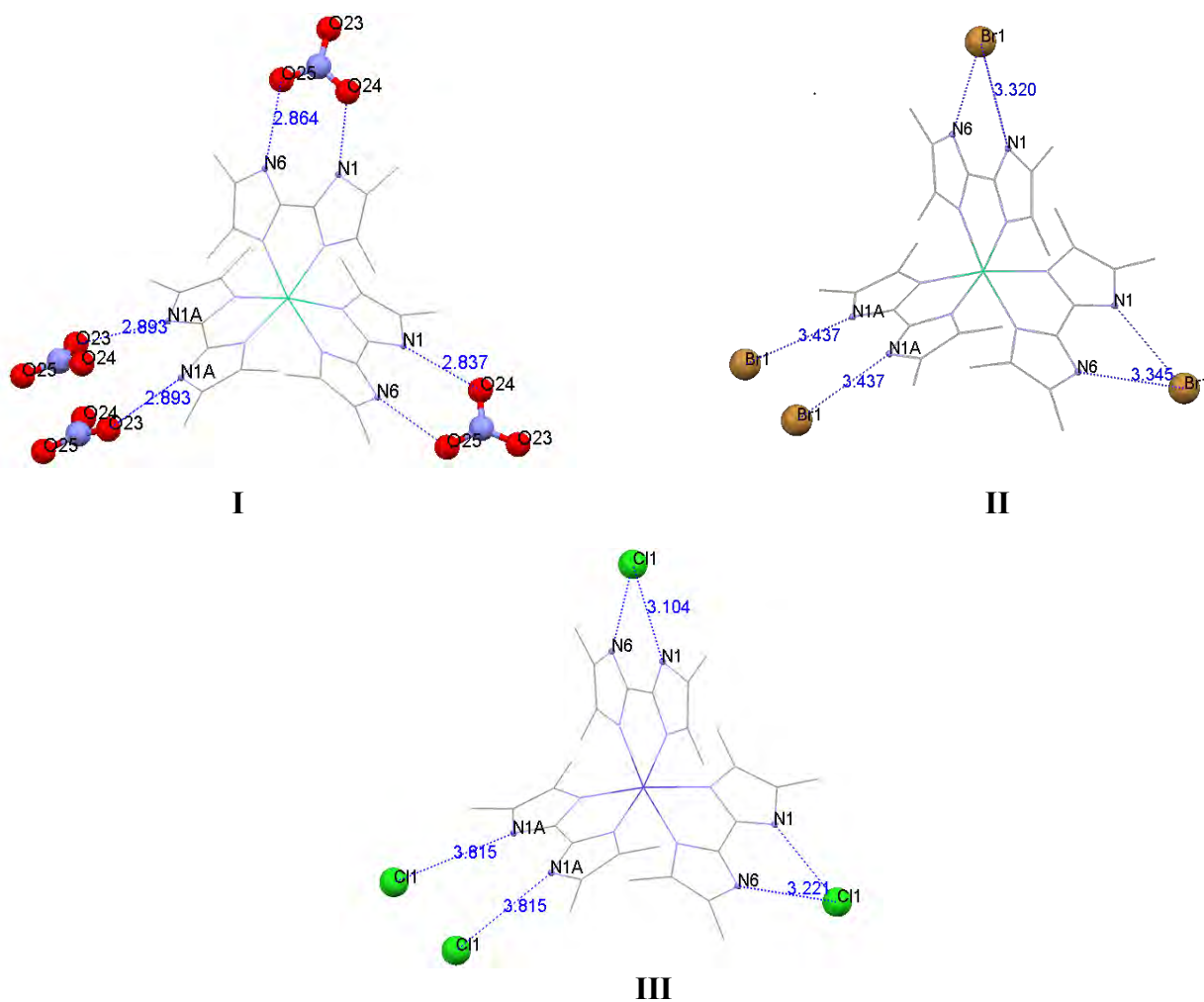


Fig. 6.12. Puentes de hidrógeno: I, $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$; II, $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$ y III, $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2$.

Dado que las estructuras se generaron por simetría, en todos los casos, los aniones de cada compuesto son equivalentes y cada molécula presenta interacciones con éstos.

Se observa la misma posición de los aniones en cada compuesto, independientemente del que se trate, en este caso cada uno de los aniones tiene interacción con los protones de tres átomos de nitrógeno, N1 y N6 ambos de la misma molécula y N1A de otra molécula.

Por un lado, la mayor distancia entre N-H---A (A representa O de nitrato, Br o Cl), es la que se da con N1A, la cual es tan grande, que en el caso de Cl1 (3.815 Å) y Br1 (3.437 Å) ya no se puede considerar como puente de hidrógeno, también comprobado con la suma de los radios de van der Waals^[38] la cual al ser mayor indica que ya no existe tal interacción (3.25 Å para cloruros y 3.35 Å para bromuros); mientras que en el caso de nitrato esta interacción N1A-H---O23 con una distancia de 2.893 Å, así como N1-H---O24 (2.837 Å), N(6)-H---O25 (2.864 Å) con un valor en suma de radio de van der Waals de 3.05 Å con el O del nitrato y N1-H---Cl1 (3.104 Å) se consideran puentes de hidrógeno de fuerza moderada, ya que se encuentran en el límite superior de la suma de sus radios y por último las distancias, N6-H---Cl1 (3.221 Å), N1-H---Br1 (3.320 Å) y N6-H---Br1 (3.345 Å), corresponden a interacciones de puentes de hidrógeno débiles; lo anterior se puede corroborar con los datos de la tabla 6.8 que es un fragmento de la publicada por T. Steiner.^[35]

En el apéndice II, al final de este trabajo se pueden consultar los radios de van der Waals informados en la literatura.^[38]

Tabla 6.8. Parámetros de puentes de hidrógeno reportadas por Steiner.

<i>Tipo de interacción</i>	<i>Fuerte</i>	<i>Medio</i>	<i>Débil</i>
<i>Distancia de enlace (Å)</i>			
<i>H...A</i>	1.2 - 1.5	1.5 - 2.2	>2.2
<i>X...A</i>	2.2 - 2.5	2.5 - 3.2	>3.2
<i>Ángulos de enlace (°)</i>	180-170	>130	>90

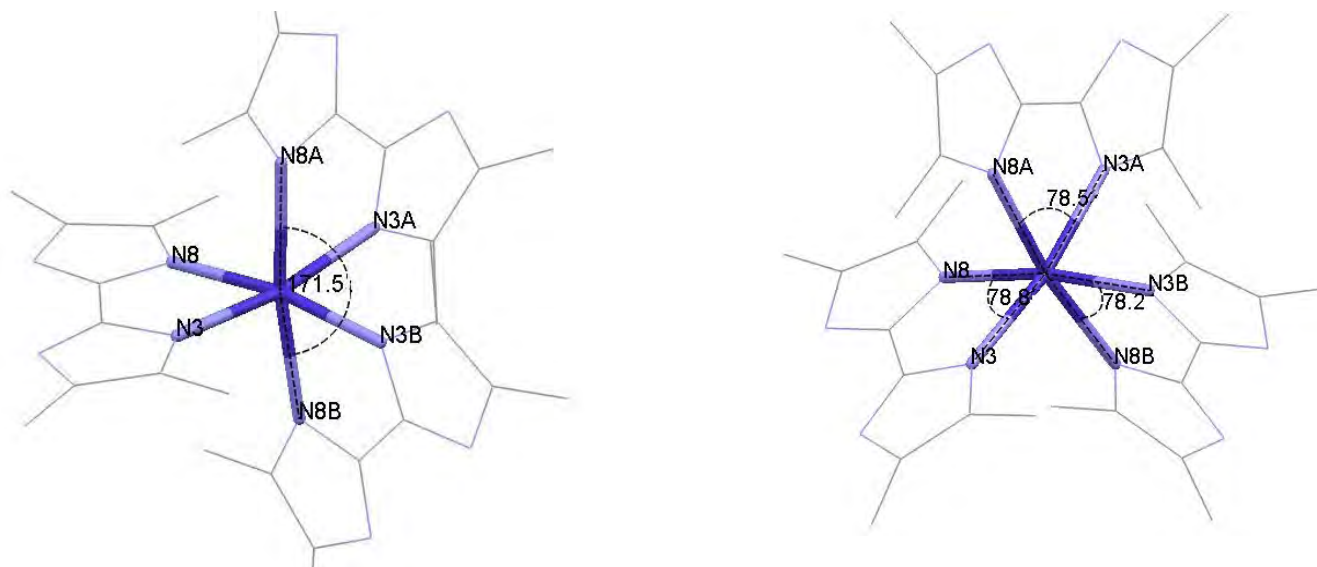
A, X= átomos pesados

Estas interacciones de puentes de hidrógeno, son las que permiten que se generen estructuras supramoleculares en tres dimensiones, las cuales se discutirán más adelante.

Ángulos, distancias y puentes de hidrógeno (grupos espaciales P_{3_1} y P_{3_2})

En este apartado se revisarán los ángulos, distancias y puentes de hidrógeno de los compuestos $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$, $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$ y $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Cl}_2$, los cuales no fueron generados por simetría en la resolución de los datos de difracción de rayos-X.

A continuación se muestra la estructura (figura 6.13) que representa la distorsión de la geometría octaédrica a través de los ángulos (lineal y quelato) para el compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)$



**Fig. 6.13. Distorsión de la estructura octaédrica del compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)$
Ángulos recto y quelato, respectivamente**

En los compuestos, se aprecia que el ángulo lineal se encuentra alrededor de 172° , cuando el valor esperado es de 180° ; además los ángulos quelato se encuentran entre 77 y 80° , los datos para el resto de los compuestos se pueden consultar en la tabla 6.9.

Tabla. 6.9. Ángulos rectos y quelato de los compuestos de grupos espaciales P3₁ y P3₂

COMPUESTO	Ángulos (°)			
	LINEAL		QUELATO	
	N8A – M – N8B	N3 – M – N8	N3A – M – N8A	N3B – M – N8B
[Co(bis-dmiz) ₃]Br ₂	169.1 (3)	76.8 (3)	76.7 (3)	78.5 (4)
[Co(bis-dmiz) ₃](NO ₃) ₂	171.5 (3)	78.8 (2)	78.5 (3)	78.2 (3)
[Ni(bis-dmiz) ₃]Cl ₂	171.0 (6)	78.9 (6)	79.3 (6)	80.6 (6)

Como ya se mencionó anteriormente el ligante se une de forma bidentada a cada centro metálico por medio de átomos de nitrógeno, las distancias se analizan a continuación. (fig. 6.14)

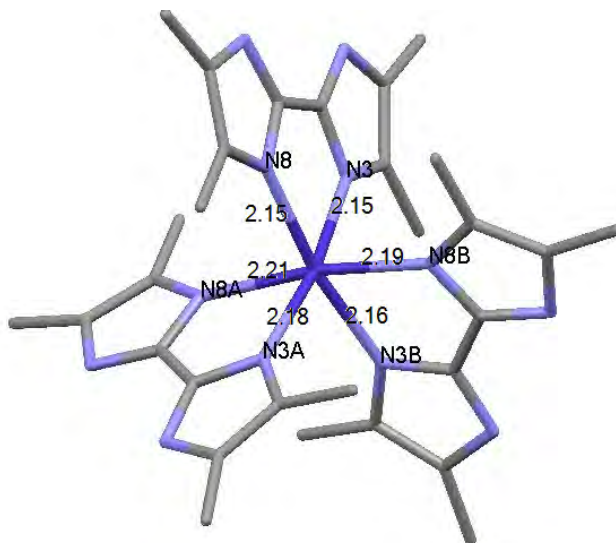


Fig. 6.14. Distancias de enlace para el compuesto [Co(bis-dmiz)₃]Br₂

En el caso de estos compuestos, se tienen diferentes distancias de enlace para cada uno de los átomos de nitrógeno ya que no son equivalentes como lo muestra la tabla 6.10.

Tabla. 6.10. Distancias de enlace

COMPUESTO	Distancias (Å)					
	M – N3	M – N3A	M – N3B	M – N8	M – N8A	M – N8B
$[Co(bis-dmiz)_3]Br_2$	2.168 (7)	2.203 (7)	2.141 (8)	2.195 (7)	2.162 (8)	2.135 (8)
$[Co(bis-dmiz)_3](NO_3)_2$	2.149 (8)	2.180 (7)	2.162 (7)	2.149 (7)	2.204 (7)	2.198 (7)
$[Ni(bis-dmiz)_3]Cl_2$	2.069 (16)	2.157 (15)	2.074 (15)	2.131 (15)	2.082 (15)	2.127 (15)

Para terminar este apartado, se realizará la discusión de los puentes de hidrógeno de estos compuestos.

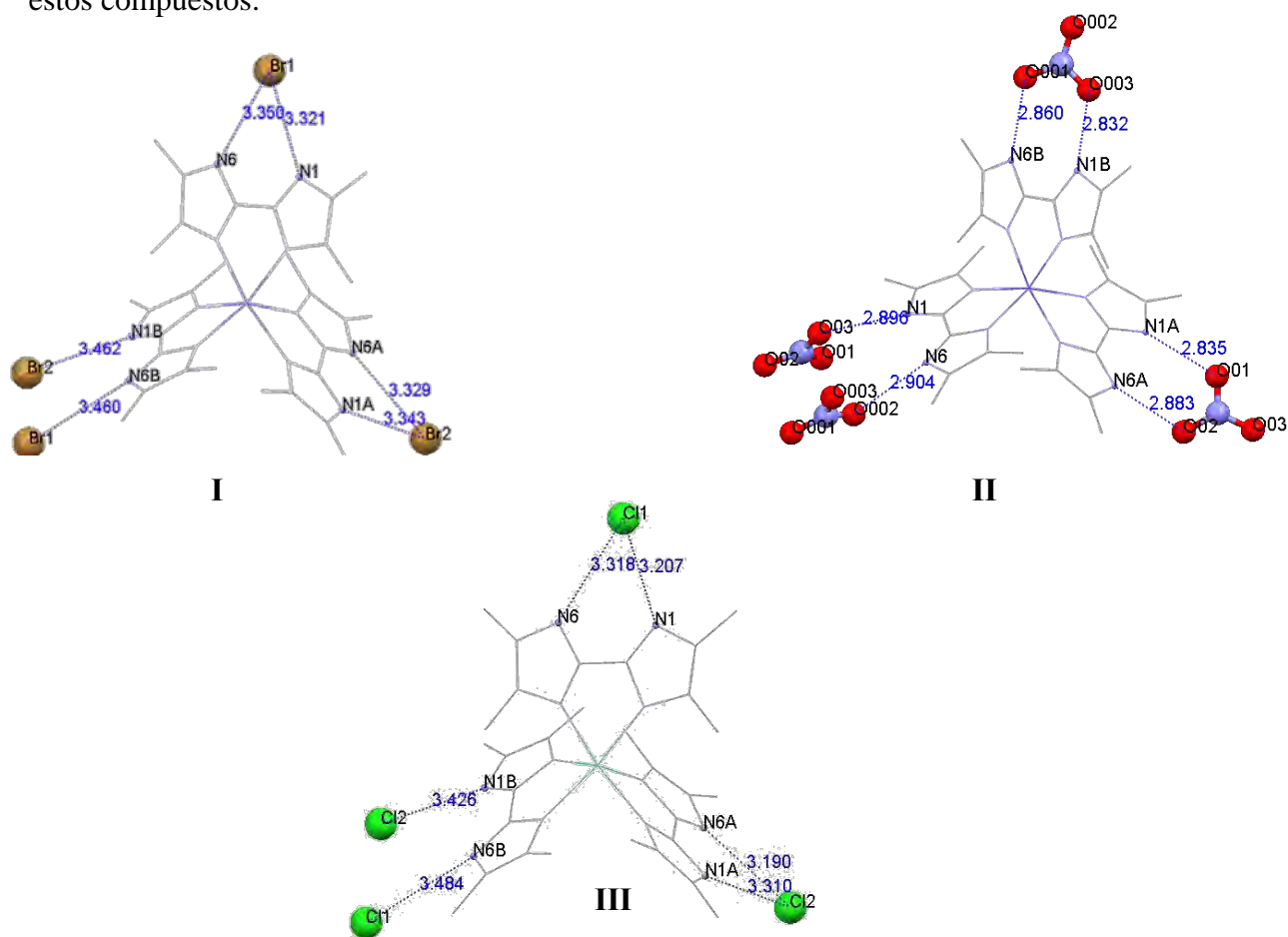


Fig. 6.15. Puentes de hidrógeno: I, $[Co(bis-dmiz)_3]Br_2$; II, $[Co(bis-dmiz)_3](NO_3)_2$ y III, $[Ni(bis-dmiz)_3]Cl_2$.

Con la numeración y la asignación de las distancias N-H---A, de las estructuras en la imagen anterior (figura 6.15), se corrobora que los aniones, en cada compuesto, no son equivalentes, por lo que se tienen un mayor número de valores de puentes de hidrógeno, que en el caso de los compuestos anteriores; sin embargo, se puede apreciar que la posición de éstos, es la misma que la observada para los compuestos antes discutidos (de grupo espacial $P6_2$), de la misma forma son estas interacciones las que permitirán la generación de estructuras supramoleculares similares, las cuales se discutirán más adelante.

En estos casos, las interacciones de los aniones se dan con los átomos $N1$, $N6$, $N1A$, $N6A$, $N1B$ y $N6A$. Tomando de nuevo como referencia la tabla 6.7, publicada por T. Steiner,^[35] donde se observan los parámetros que determinan la fuerza de la interacción de los puentes de hidrógeno, así como los valores de las sumas de los radios de van der Waals 3.25 Å para cloruros y 3.35 Å para bromuros y 3.05 Å con el O del nitrato, se puede decir que todas las distancias N-H---O (de nitrato) se encuentran en el intervalo de interacciones de fuerza media (2.5 – 3.2 Å), ya que todas se encuentran entre los valores de 2.832 – 2.904 Å, de la misma forma que interacción $N6A-H---Cl2$ (3.190 Å) que se encuentra en el límite superior; mientras que las distancias $N1A-H---Cl2$ (3.310 Å), $N1-H---Cl1$, $N6-H---Cl1$, (3.207 Å, 3.318 Å) y $N1-H---Br1$, $N6-H---Br1$, (3.321 Å, 3.350 Å) pertenecen a la categoría de interacciones débiles y por último las distancias entre $N1B-H---Cl2$, $N6B-H---Cl1$, (3.426 Å, 3.484 Å) y $N1B-H---Br2$, $N6B-H---Br1$, (3.462 Å, 3.460 Å), son demasiado largas para ser consideradas como puentes de hidrógeno.

Al realizar una comparación entre todas las estructuras, fueron o no obtenidas por simetría, se puede ver que cada uno de los aniones, cloruro, bromuro o nitrato presentan tres diferentes interacciones de puentes; el ión nitrato con una sola interacción con cada uno de los átomos de oxígeno, tiene la misma función que cada halogenuro y estas similitudes permiten generar estructuras supramoleculares idénticas en 3D, las cuales se discutirán a continuación.

6.1.3. Estructuras supramoleculares generadas

Se observó que sin importar el grupo espacial al que pertenezca el compuesto ($P6_2$, $P3_1$ o $P3_2$), las interacciones finales eran siempre las mismas, así como, las estructuras supramoleculares obtenidas.

Las interacciones que se observaron permiten que se generen dos arreglos supramoleculares, los cuales son diferentes de acuerdo al eje en el que se observa (a y b son iguales y diferentes de c). El esquema que se muestra en la figura 6.16 nos da una idea de cómo se puede dar la construcción de las estructuras.

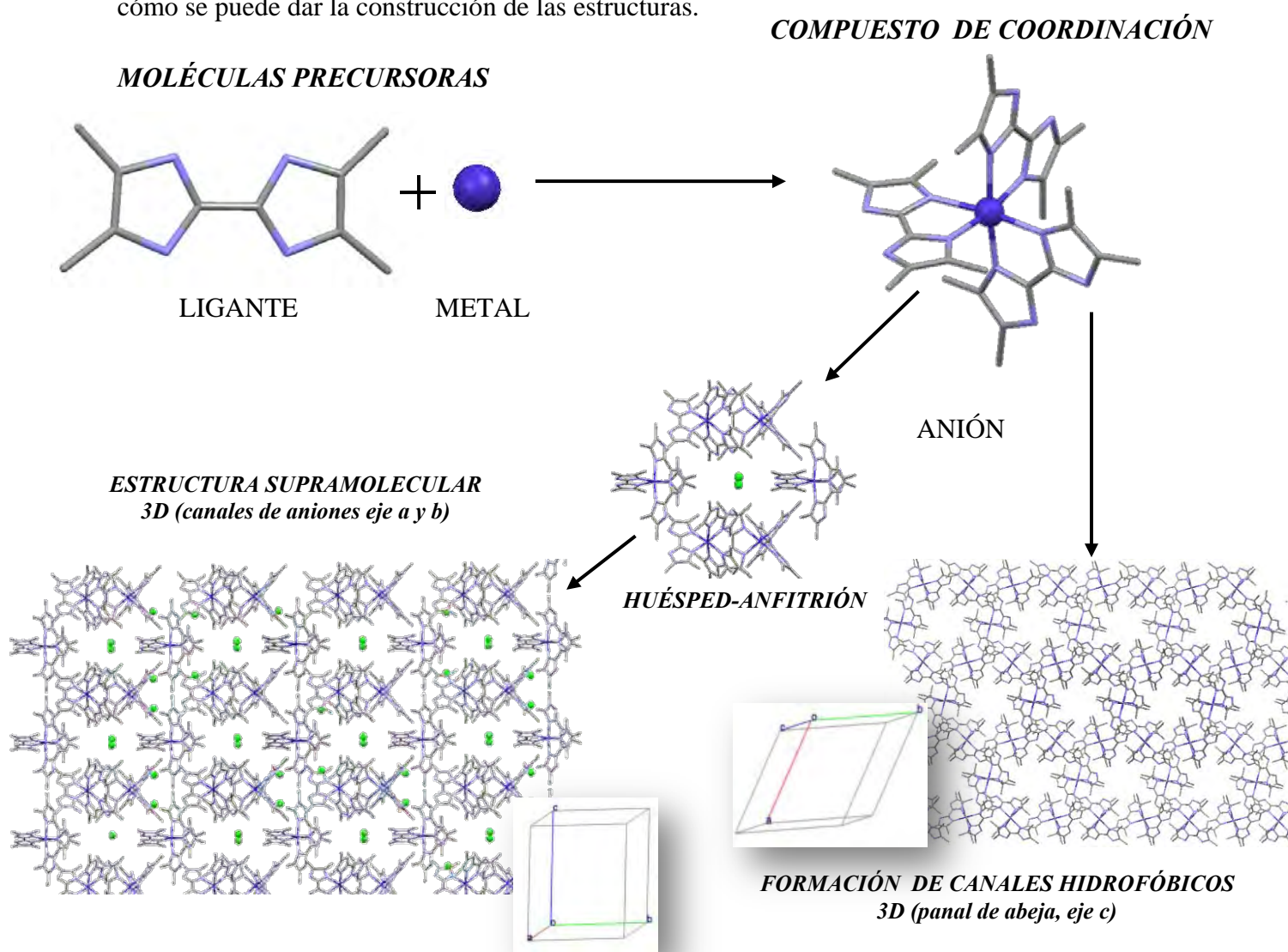


Fig. 6.15. Esquema representativo de la formación de las estructuras supramoleculares

Antes de continuar con la discusión es importante mencionar que en este caso se obtuvieron arreglos diferentes según el eje coordinado en el que se observe la estructura en 3D, es decir, a , b ó c tomando como referencia la celda cristalina y que en todos los casos sobre los ejes a y b las estructuras resultantes son iguales.

En el esquema anterior se indica que la formación de estas estructuras supramoleculares, ejemplificada en los *ejes a* y *b*, se da en varias etapas, la primera, comprende la interacción de los precursores; metal y ligante para la formación de un compuesto de coordinación, en este punto la estabilización que ofrece el efecto quelato es alta y el anillo que consta de cinco elementos es el más favorecido como se puede ver a continuación. (figura 6.17) ^[36,39]

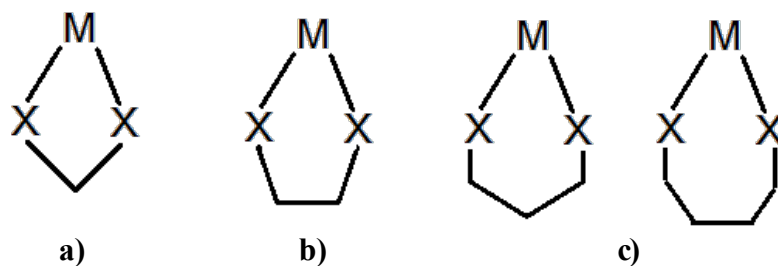


Fig. 6.17. Estabilización debida al efecto quelato, a) anillo tensionado b) geometría óptima y c) aumento de flexibilidad, entrópicamente menos favorable

Lo cual significa que la formación del nuevo anillo en la que participa el centro metálico hace al compuesto de coordinación muy estable.

Una vez teniendo los compuestos de coordinación, éstos se asocian con los aniones por medio de los puentes de hidrógeno que como ya se discutió anteriormente son similares en todos los casos; esto da paso a la química supramolecular en donde, específicamente en el arreglo sobre los *ejes a* y *b*, se observa que los compuestos de coordinación en conjunto, serán el anfitrión y éstos forman una cavidad para alojar al huésped que son los aniones: cloruro, bromuro y nitrato según sea el caso.

Al final, se puede observar que se generan estructuras supramoleculares en 3 dimensiones. (figura 6.18)

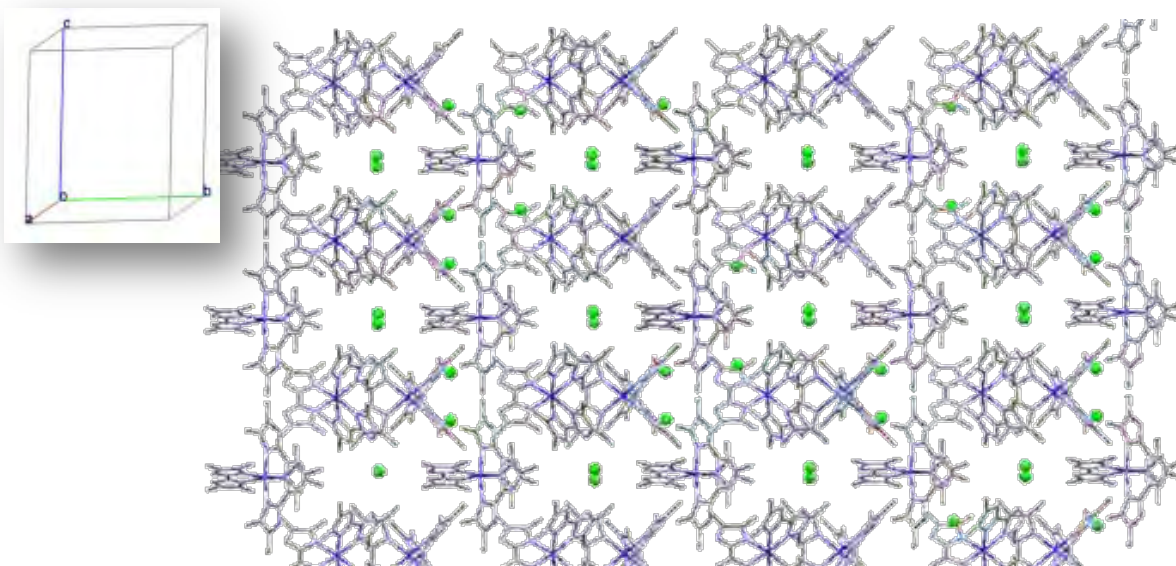
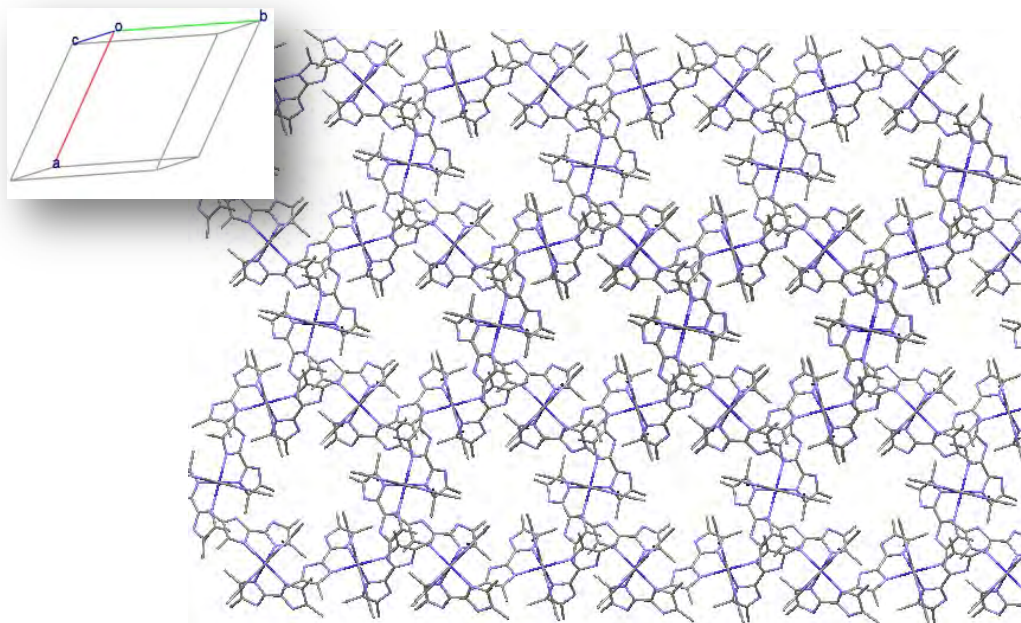


Fig.6.18. Estructura supramolecular 3D (huésped-anfitrión *ejes a y b*).

Ya se mencionó que se observaron dos construcciones supramoleculares diferentes en las estructuras, la primera, que se discutió anteriormente en donde se forman canales de aniones (host-guest) y la segunda, que se da en el *eje c* en donde los compuestos forman cavidades hidrofóbicas con estructura de panal de abejas como se ve en la figura 6.19



**Fig. 6.19. Estructura supramolecular 3D (canales hidrofóbicos *eje c*).
Los aniones se han eliminado para apreciar la estructura base.**

En la estructura anterior los aniones ocupan los vértices de cada cavidad como se observa a continuación en la figura 6.20 ejemplificado con el compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$, en donde también se muestra como se determinó el tamaño de la cavidad, tomando la distancia de un carbono de metilo de una molécula al correspondiente carbono de la molécula que se encuentra de frente.

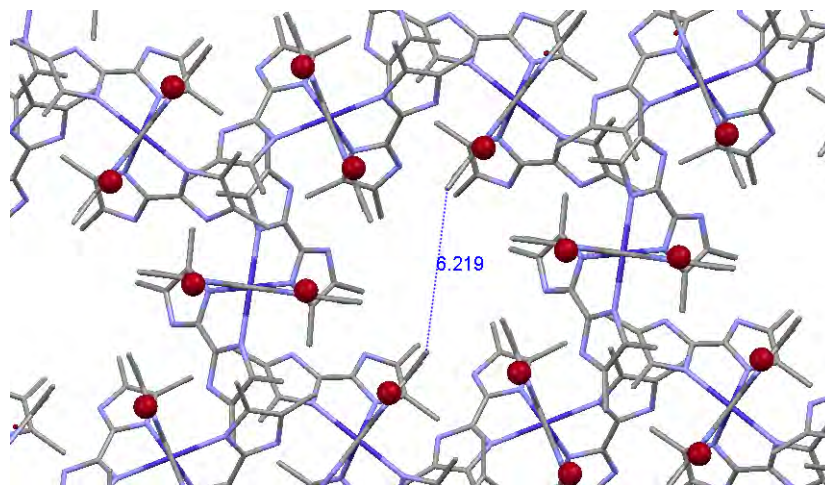


Fig. 6.20. Ubicación de los aniones y medida del tamaño de la cavidad en el compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3]\text{Br}_2$

En la tabla 6.11 se reúnen los valores que corresponden al tamaño de las cavidades hidrofóbicas de cada uno de los compuestos.

Tabla 6.11. Valores del tamaño relativo de las cavidades (eje *c*)

COMPUESTOS	Tamaño relativo de la cavidad (eje <i>c</i>) Å
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Cl}_2$	6.132
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3] (\text{NO}_3)_2$	6.453
$[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Br}_2$	6.219
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Cl}_2$	6.145
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3] (\text{NO}_3)_2$	6.438
$[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Br}_2$	6.198

Al realizar una comparación de éstos se observa que las cavidades incrementan en tamaño de la siguiente forma nitrato > bromuro > cloruro, comportamiento que se observa para ambos metales, es decir que el ancho de la cavidad depende del tamaño del anión, lo cual se debe al lugar en el que se ubican los aniones en las cavidades ya que lo hace en los vértices de los hexágonos formados por la cavidad, esto hace que tenga una mayor abertura además es importante recordar que las interacciones de puentes de hidrógeno que se dieron también entre N-H...O de nitrato son las más fuertes, lo que nos indica que entre mayor sea la interacción de puente de hidrógeno, así como el tamaño del anión, mayor será el tamaño de la cavidad.

6.2. COMPUESTO BISQUELATO

Durante el desarrollo del proyecto, se logró la obtención de un compuesto, subproducto de la reacción de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, donde el producto principal no se logró caracterizar ya que los análisis realizados a éste no fueron concluyentes.

Como se mencionó en el capítulo del método experimental, el compuesto contiene además de un anión nitrato, un anión cloruro; sin embargo, es importante mencionar que el rendimiento es tan bajo que sólo se tuvieron unos pocos cristales, los cuales tienen color morado y que, aunque fueron adecuados para ser analizados por difracción de rayos-X, no fueron suficientes para realizar una amplia caracterización, por lo que sólo se muestra el espectro infrarrojo del compuesto.

6.2.1 CARACTERIZACIÓN

Espectroscopía infrarroja

En la figura 6.21 se presenta el espectro IR del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, comparado con el espectro del ligante.

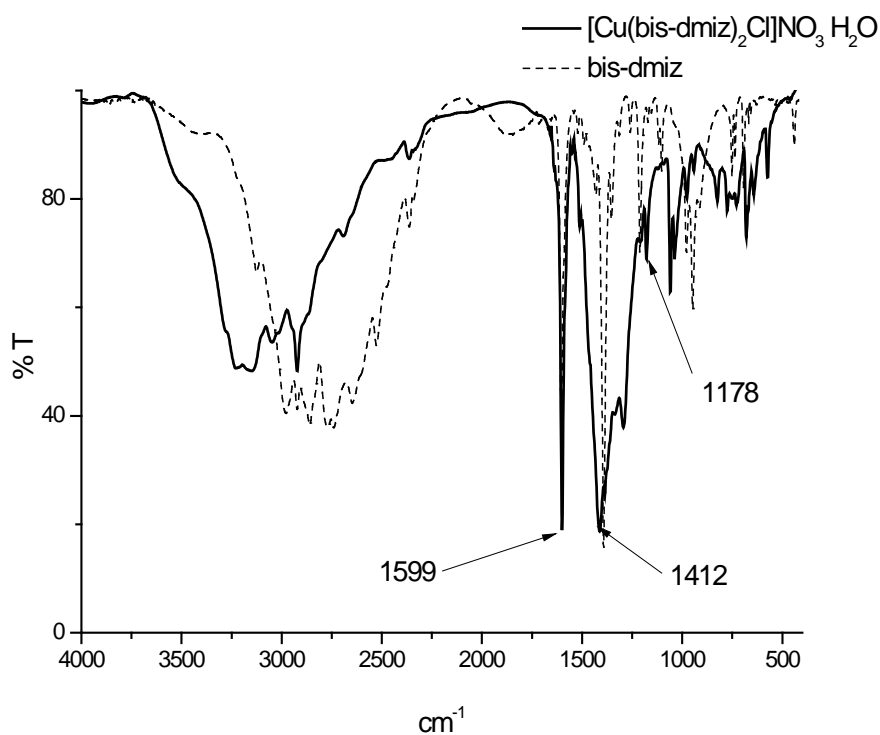


Fig. 6.21. Espectro infrarrojo del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

En la tabla 6.12, se muestran los valores de las bandas representativas del compuesto, así como las correspondientes al ligante, con el fin de realizar la comparación los desplazamientos.^[33]

Tabla. 6.12. Valores representativos de las bandas de IR del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y el ligante bis-dmiz

COMPUESTOS	IR (cm^{-1})			
	$\nu(\text{C}=\text{C})$ $\nu(\text{C}=\text{N})$	$\nu(\text{C}-\text{N}) + \delta(\text{N}-\text{H})$	C-N st	NO_3
<i>bis-dmiz</i>	1603	1392	1210	
$[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	1599	*	1178	1412

* La banda de nitrato es muy ancha y no se observa

El comportamiento de las bandas en el compuesto es el mismo que se presentó para los compuestos trisquelato; la banda de las vibraciones $\nu(\text{C}=\text{C})$ y $\nu(\text{C}=\text{N})$, así como y la que indica $\nu(\text{C}-\text{N})$, se desplazan a menor energía, con valores de 1599 cm^{-1} y 1178 cm^{-1} respecto a las del ligante en 1603 y 1210 cm^{-1} ; mientras que la banda correspondiente a $\nu(\text{C}-\text{N}) + \delta(\text{N}-\text{H})$ no se puede asignar debido a una banda muy ancha centrada en 1412 cm^{-1} que nos indica la presencia de un nitrato libre. Los desplazamientos observados, comprueban la coordinación del ligante hacia el centro metálico.

6.2.2. DIFRACCIÓN DE RAYOS-X

La estructura de este compuesto observada mediante el estudio de difracción de rayos-X se muestra en figura 6.22.

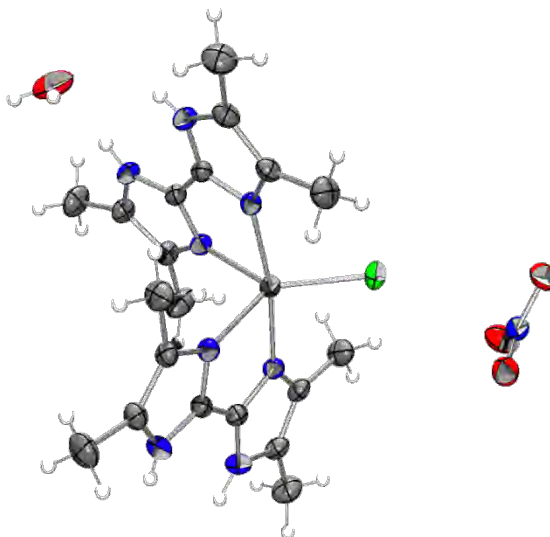


Fig. 6.22. Diagrama ORTEP, estructura del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (probabilidad 30%)

Contiene dos moléculas de ligante *bis-dmiz* que se coordinan de forma bidentada al centro metálico ocupando cuatro sitios de coordinación de los cinco disponibles, mientras que en el último encontramos un cloruro neutralizando una de las dos cargas del ión metálico y la otra se satisface con un ión nitrato fuera de la esfera de coordinación, en donde también encontramos una molécula de agua.

A continuación, se muestra la celda cristalina del compuesto (figura 6.23) el cual presenta un grupo espacial P-1 y donde se observa una Z igual a 2 unidades, el resto de los parámetros del cristal, así como de la colección de los datos se puede consultar en el apéndice I.

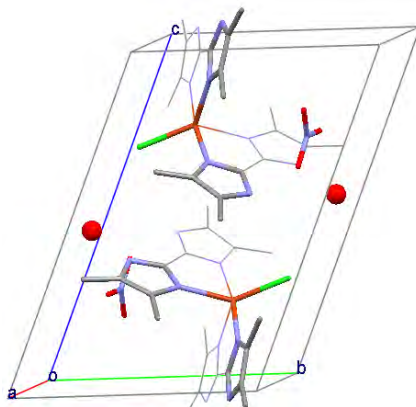
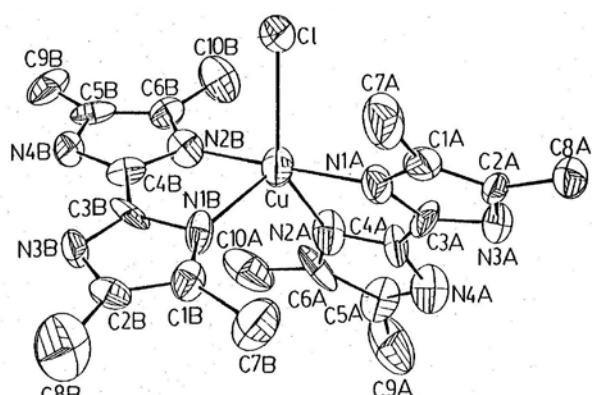


Fig. 6.23. Celda unitaria del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

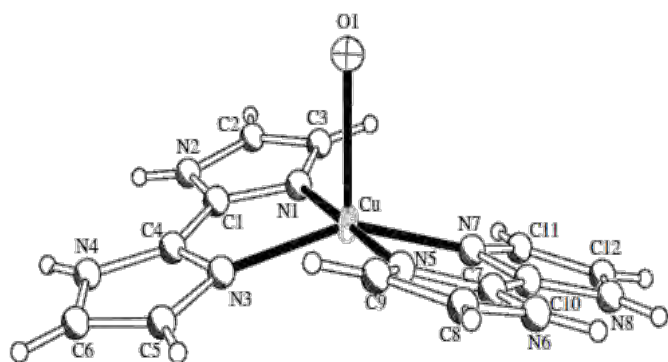
En la literatura se reportan algunos compuestos similares los cuales se utilizarán para la discusión de la siguiente parte de este trabajo. [29,40,41]

Ángulos, distancias y puentes de hidrógeno

Las estructuras de los compuestos que se reportan en la literatura se observan en la figura 6.24.

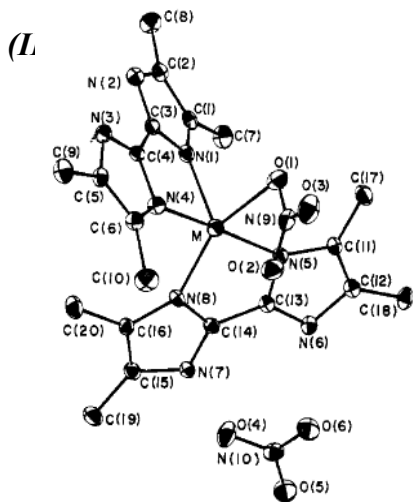


[Cu(bis-dmiz)₂Cl]Cl · 1/2 H₂O (I)
T. Biing-Chiau 1989^[29]

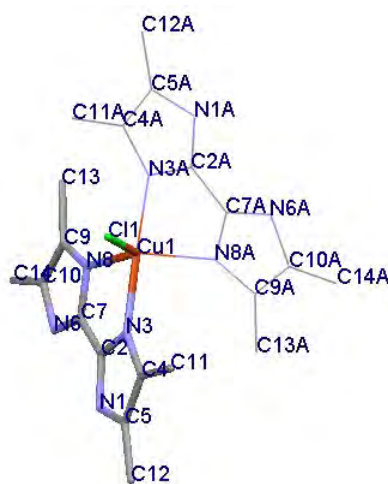


[Cu(bis-dmiz)₂(H₂O)]SO₄

R. L. Sang 2006^[41]



[Cu(bis-dmiz)₂ONO₂]NO₃
E. Bernarducci 1983 (II)^[40]



[Cu(bis-dmiz)₂Cl]NO₃ · H₂O

Fig. 6.24. Isómeros del [Cu(bis-dmiz)₂Cl]NO₃ · H₂O

informados en la literatura

Como se puede observar los tres compuestos son pentacoordinados y contienen dos moléculas de ligante bis-dmiz coordinadas de forma bidentada, mientras que el quinto sitio de coordinación es ocupado ya sea por un cloro, como en el caso del compuesto obtenido en este trabajo o por un átomo de oxígeno proveniente de una molécula de agua o un nitrato.

En la tabla 6.13 se muestran algunas comparaciones de distancias de los compuestos antes mencionados con las que observadas para $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Tabla 6.13. Comparación de algunas distancias de los compuestos isoestructurales reportados en la literatura con el $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

COMPUESTO	Distancias (Å)		
	Cu – N3	Cu – N8	Cu – *A
$[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	2.007 (3)	2.191 (3)	2.268 (10)
$[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{Cl} \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (I)	1.968 (14)	2.168 (13)	2.394 (6)
$[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{ONO}_2]\text{NO}_3$ (II)	1.987 (5)	2.210 (6)	2.187 (7)
$[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4$ (III)	2.006 (2)	2.014 (2)	2.180 (7)

*A = O ó Cl.

Ya que la numeración de los compuestos no es la misma, en todos los casos se han tomado las distancias equivalentes a la numeración del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Al analizar la tabla anterior se puede observar que la distancia que corresponde a Cu-N8 en el caso del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{ONO}_2]\text{NO}_3$ (II) es más larga que en los demás compuestos reportados; mientras que la distancia con el oxígeno Cu-*A en este mismo compuesto es similar a la del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4$ (III), lo cual indica que el N8 en el compuesto (II) se encuentra en una posición axial y no ecuatorial como en el caso del resto de los compuestos.

A continuación se muestra la tabla 6.14, en donde se han colocado algunos de los ángulos que los compuestos presentan y que indican si la estructura corresponde a una geometría de bipirámide trigonal (*bpt*) ó de pirámide de base cuadrada (*pb*c).

Tabla 6.14. Ángulos y estructura que presentan los isómeros reportados en la literatura.

COMPUESTO	Ángulos (°)			
	LINEAL	QUELATO		
	N3-Cu-N3A	N3-Cu-N8	N3A-Cu-N8A	*A-Cu-N8
$[Cu(bis-dmiz)_2Cl]NO_3 \cdot H_2O^a$	170.4 (11)	80.7 (10)	80.5 (10)	127.7 (8)
$[Cu(bis-dmiz)_2Cl]Cl \cdot \frac{1}{2}H_2O (I)^a$	176.7 (5)	79.7 (5)	81.5 (5)	110.7 (4)
$[Cu(bis-dmiz)_2ONO_2]NO_3 (II)^b$	178.3 (4)	80.8 (2)	88.1 (2)	91.4 (2)
$[Cu(bis-dmiz)_2(H_2O)]SO_4 \cdot H_2O (III)^b$	178.6(1)	82.7 (7)	82.3 (8)	91.7 (7)

*A= O ó Cl. **a**, *bpt* (bipirámide trigonal); **b**, *pb*c (pirámide de base cuadrada).

Ya que la numeración de los compuestos no es la misma, en todos los casos se han tomado las distancias equivalentes a la numeración del compuesto $[Cu(bis-dmiz)_2Cl]NO_3 \cdot H_2O$

Como se puede observar en los datos de la tabla, el ángulo *A-Cu-N8 que contiene un cloruro en los primeros dos compuestos, es mayor que en los últimos dos los cuales tienen un átomo de oxígeno, por lo tanto se determina que las dos primeras estructuras corresponden a geometría de bipirámide trigonal, mientras que los otros dos casos son pirámide de base cuadrada.

Una vez determinada la estructura de estos compuestos, la distancia entre Cu-N8 discutida anteriormente para el compuesto (II) indica que ese nitrógeno se encuentra en una posición apical; mientras que en el caso del compuesto (III) el átomo que se encuentra en ésta posición es el oxígeno. Por otro lado en los compuestos que contienen un cloruro coordinado, este átomo se ubica en posición ecuatorial mientras que las posiciones axiales son ocupadas por nitrógenos.

Se determinó el parámetro τ para corroborar la geometría que presenta el compuesto pentacoordinado $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, que se obtuvo en este trabajo, esto se realizó por medio de la medición de los ángulos marcados en la figura 6.25 y nos indica que el compuesto presenta estructura de bipirámide trigonal y no de pirámide de base cuadrada.^[19,42]

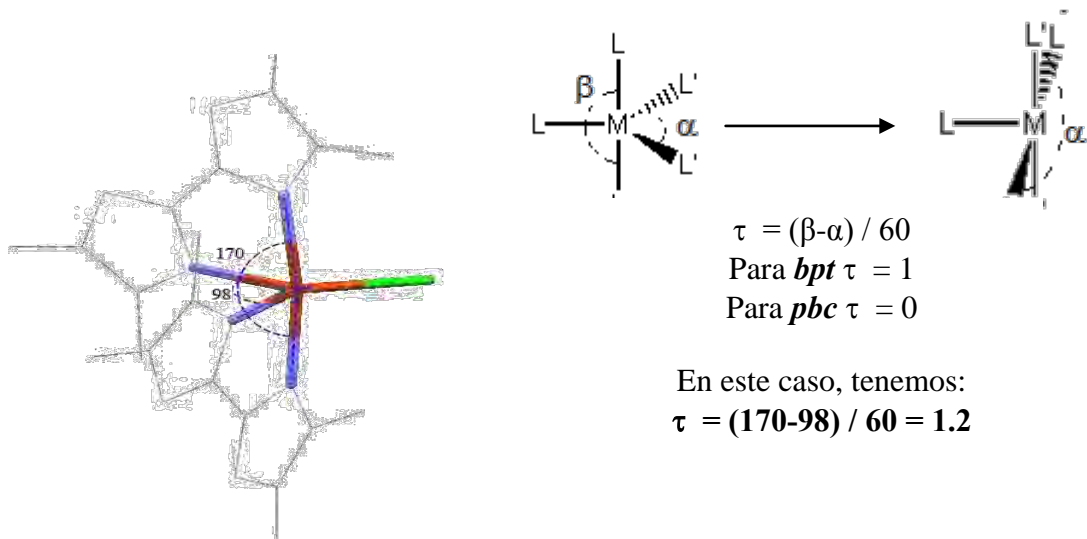


Fig. 6.25. Cálculos para determinar la estructura *bpt* del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

A continuación se discuten los puentes de hidrógeno de los compuestos $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (*III*) ya que ambos presentan una molécula de agua y un anión fuera de la esfera de coordinación, nitrato y sulfato respectivamente (figura 6.26) y se realizará una comparación de las estructuras supramoleculares que se obtienen a partir de estos puentes de hidrógeno.

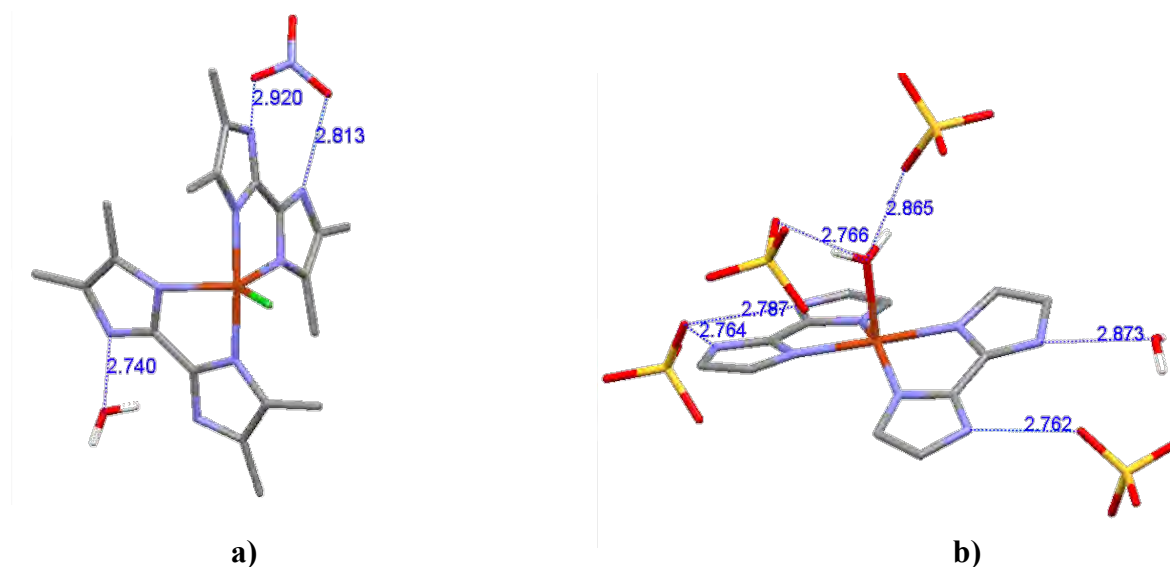


Fig. 6.26. Distancias de puentes de hidrógeno, a) [Cu(bis-dmiz)₂Cl]NO₃ · H₂O; b) [Cu(bis-dmiz)₂(H₂O)]SO₄ · H₂O [41]

De acuerdo a lo publicado por T. Steiner^[35] (tabla 6.8) y con base en las distancias tomadas entre los átomos pesados, se determinó que las interacciones de ambos compuestos, tanto con las moléculas de agua como con los respectivos aniones, corresponden a puentes de hidrógeno de fuerza media.

6.2.3. Estructuras supramoleculares generadas

Se propone el siguiente esquema (figura 6.27) que ejemplifica la construcción de la estructura supramolecular observada sobre el eje *a* del compuesto [Cu(bis-dmiz)₂Cl]NO₃ · H₂O, el cual se obtuvo en el desarrollo de este trabajo.

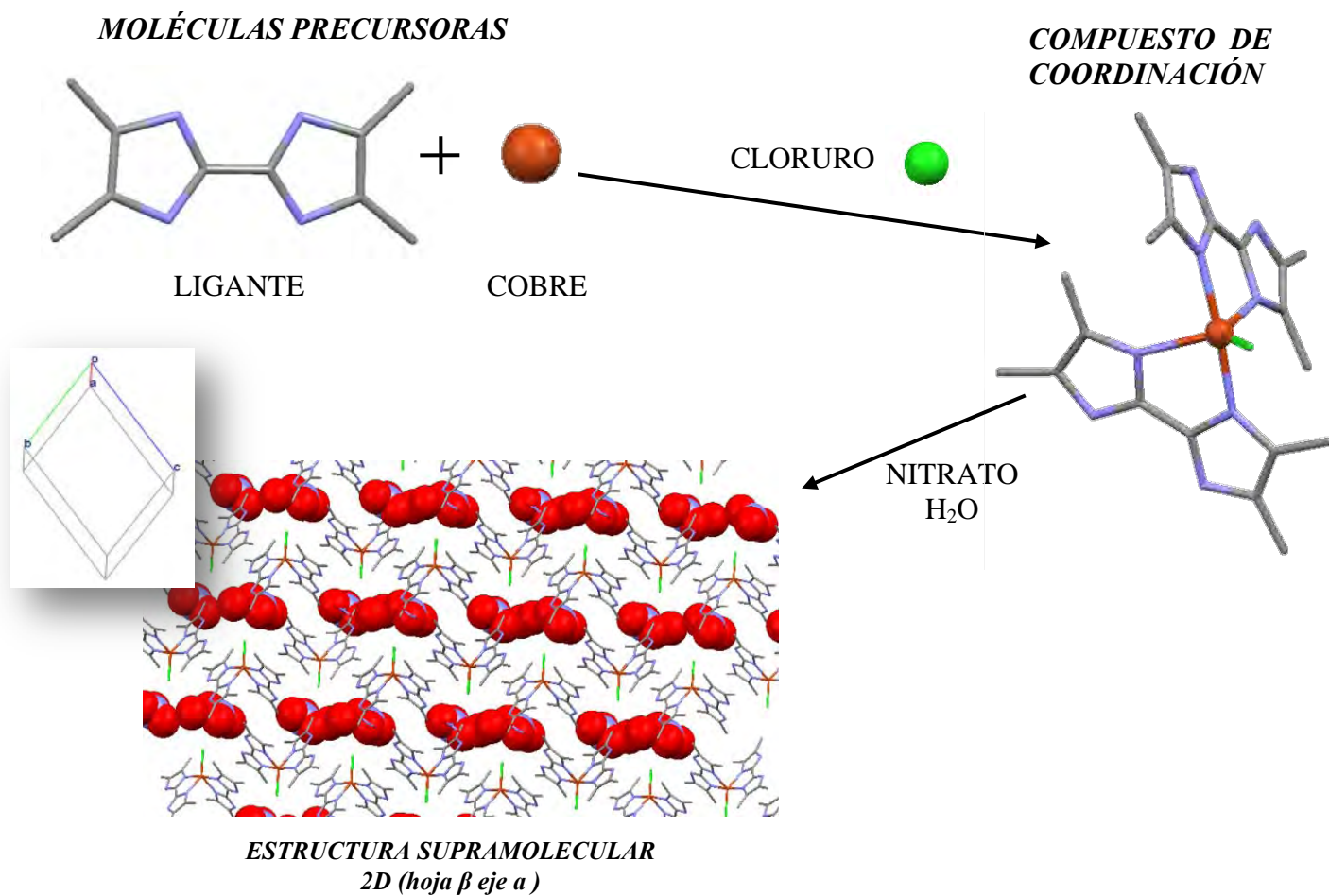


Fig. 6.27. Esquema representativo de la formación de la estructura supramolecular

A continuación se presentan las interacciones entre las moléculas que se encuentran fuera de la esfera de coordinación de ambos compuestos, como se muestra en la figura 6.28.

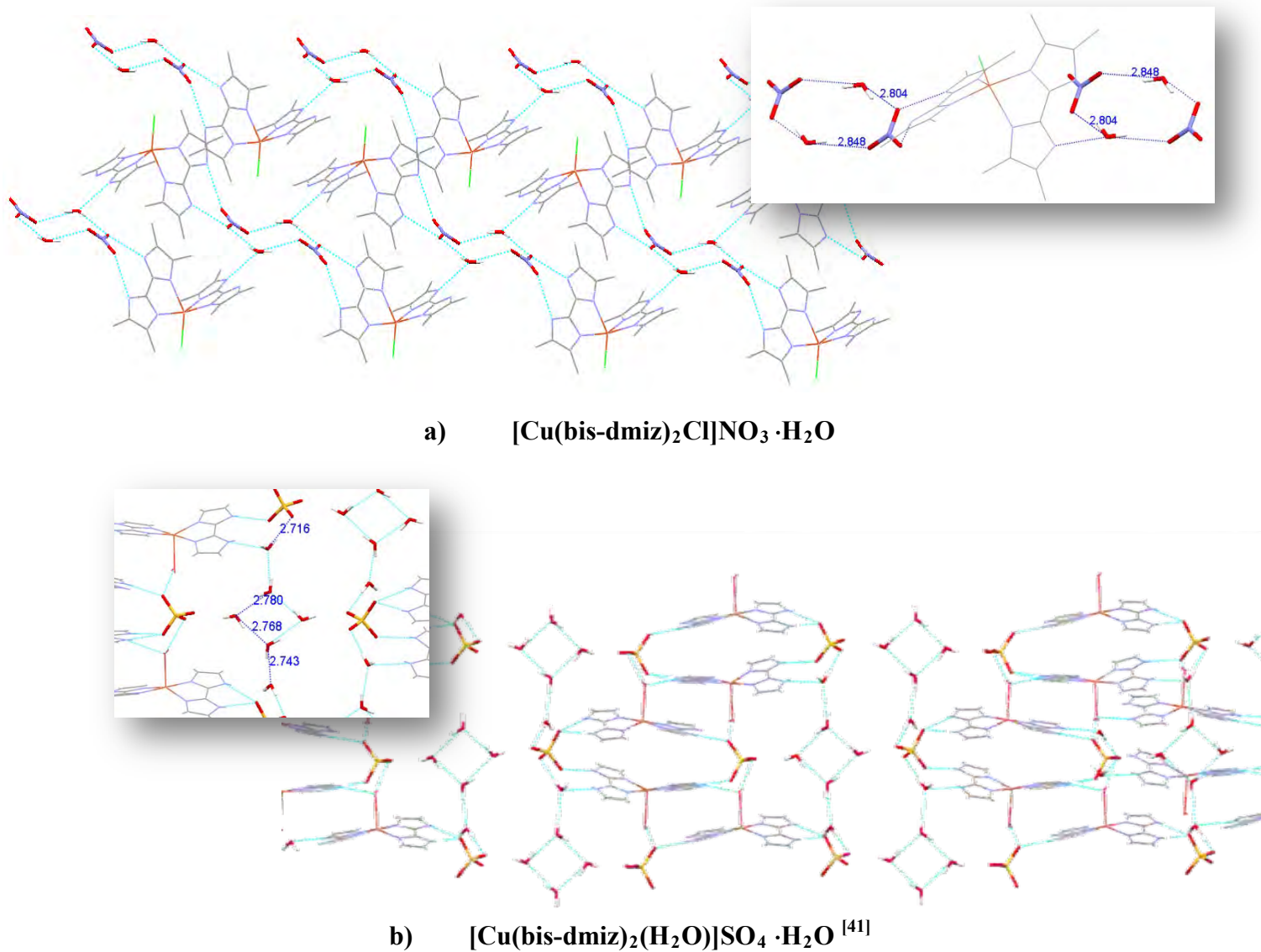


Figura 6.28. Interacciones entre las moléculas de agua y los aniones.

El compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ presenta un arreglo entre dos moléculas de agua y dos aniones que, por medio de dos diferentes puentes de hidrógeno, forman una estructura tipo silla y que al hacer crecer la estructura forman una red en dos dimensiones; a diferencia de esto, el compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ presenta un arreglo entre cuatro moléculas de agua que forman un cuadrado al centro de cuatro sulfatos mediante seis diferentes puentes de hidrógeno y por lo tanto se unen por medio de una mayor cantidad de interacciones, las cuales generan redes en tres dimensiones.

Además de las interacciones de puentes de hidrógeno que estos compuestos presentan, en ambos se observan también, interacciones de apilamiento π entre los anillos de los ligantes como se muestra en la figura 6.29, para las cuales se han tomado en cuenta las distancias de centroide a centroide.

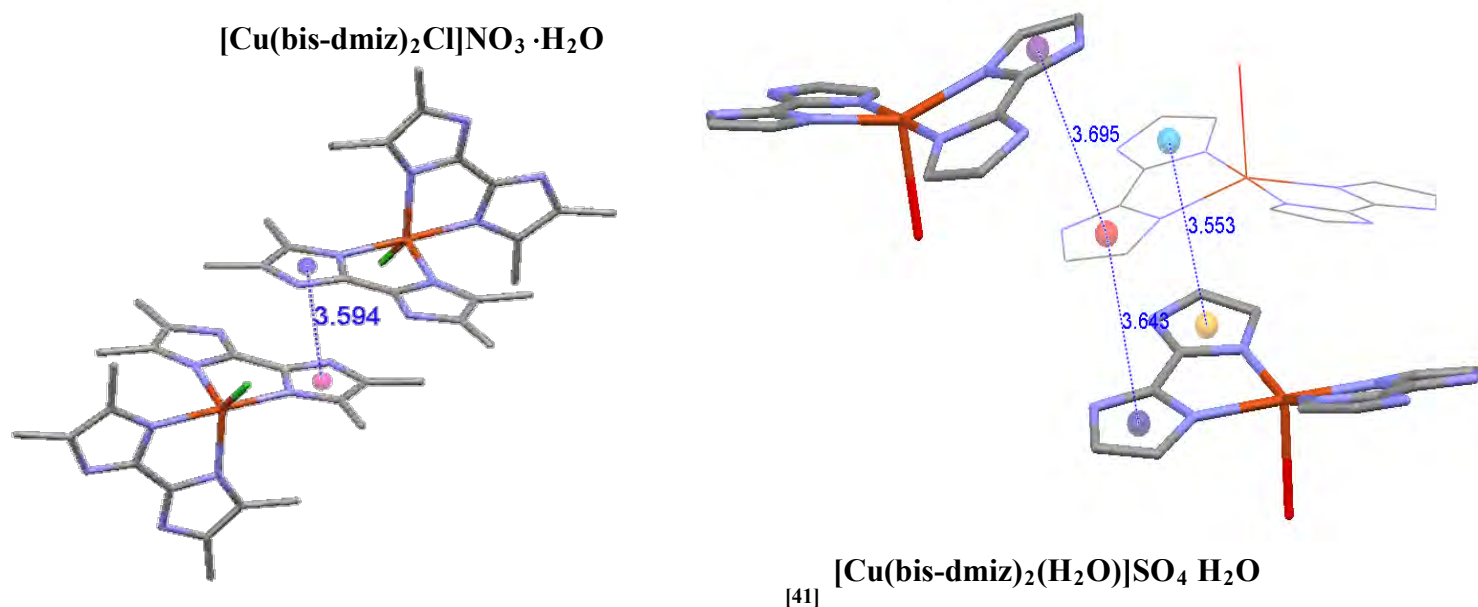
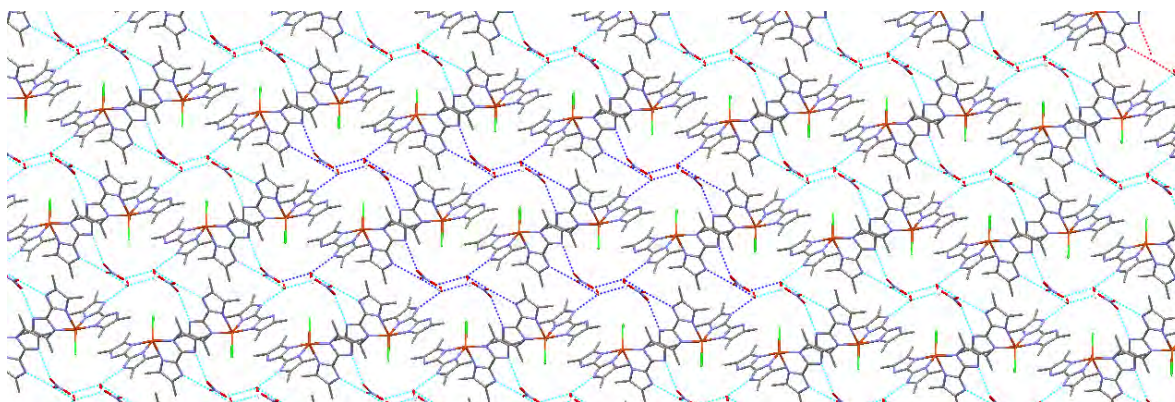


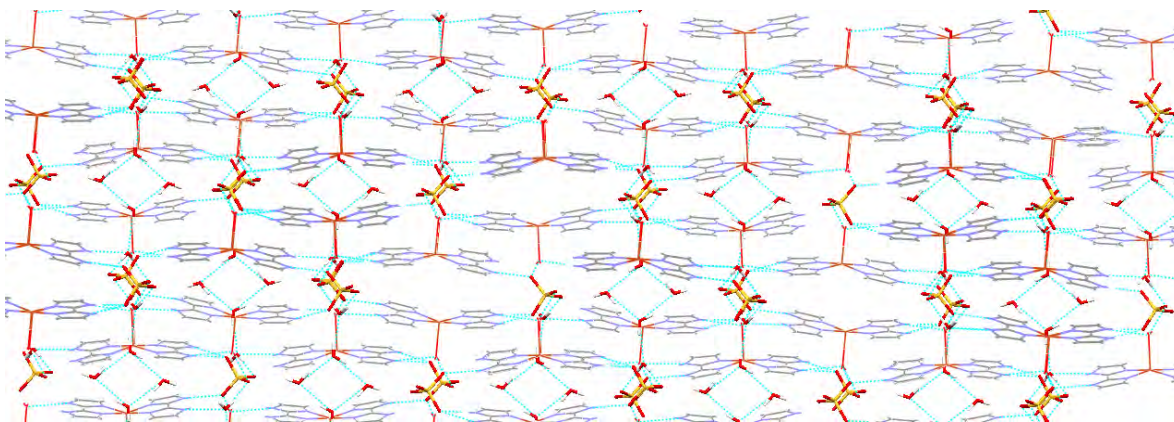
Figura 6.29. Interacciones de apilamiento π entre los anillos de los ligantes

Como se puede ver en el caso de $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ se presentan tres interacciones de este tipo mientras que en el caso del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sólo observamos una y esto se debe a la estructura que tienen los compuestos de coordinación, debido a que en el primero con geometría de pirámide de base cuadrada hay una mayor área de interacción entre moléculas de compuesto, las cuales están ubicadas de forma completamente eclipsada una respecto a la otra; mientras que en el compuesto de bipirámide trigonal sólo un anillo de uno de los ligantes se encuentra sobrepuesto con otro de una molécula vecina.

A través de las interacciones de puentes de hidrógeno y apilamientos π , se construyen las estructuras supramoleculares que observamos en los compuestos (figura 6.30), en forma de hoja β para $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y una estructura de red tridimensional para $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.



a) $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$



b) $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ^[41]

Fig. 6.30. Estructuras supramoleculares generadas
a) hoja β ; $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y
b) red tridimensional; $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ^[41]

6.3. COMPUESTOS MONOQUELATOS

Al realizar el análisis de la caracterización de los compuestos de coordinación, se determinó que se lograron obtener compuestos de este tipo a partir de las sales de cloruro y bromuro de Zn^{2+} y Cu^{2+} ; se observó la obtención de compuestos monoquelato isoestructurales de geometría tetraédrica, de los cuales a continuación, se muestra la caracterización llevada a cabo.

6.3.1 CARACTERIZACIÓN

Espectroscopía infrarroja

En la figura 6.31 se muestra la comparación de los espectros infrarrojos, correspondientes al ligante *bis-dmiz* y al compuesto $[Zn(bis-dmiz)Cl_2] \cdot 2H_2O$ que es ejemplo de los compuestos que se discutirán en esta parte.

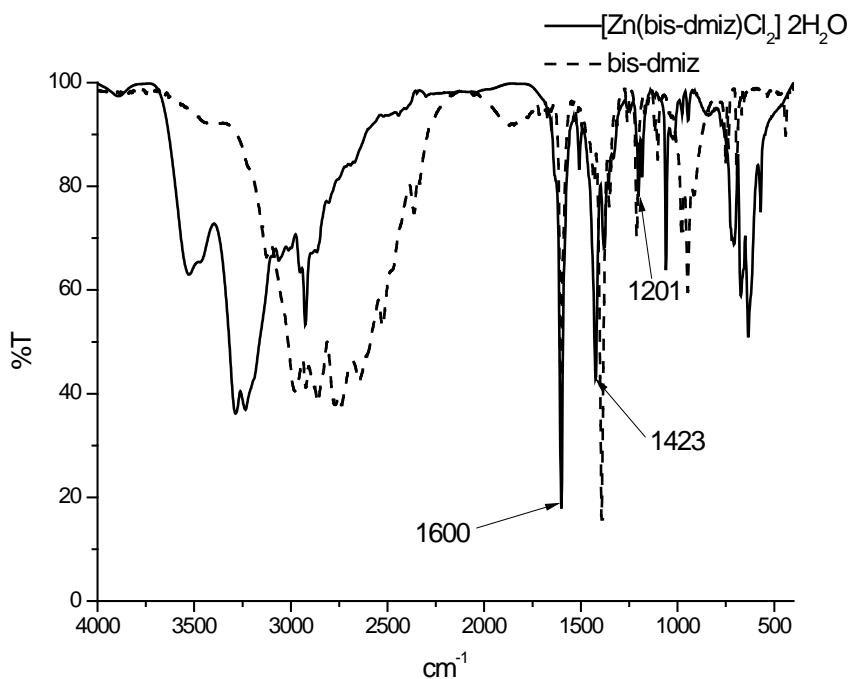


Fig. 6.31. Espectro infrarrojo del compuesto

[Zn(bis-dmiz)Cl₂] · 2H₂O

En el espectro anterior se han asignado las bandas de las vibraciones representativas de estos compuestos de coordinación,^[23,34] las cuales se comparan con las observadas en el ligante en la tabla 6.15.

Tabla. 6.15. Valores representativos de las bandas de IR de los compuestos [Zn(bis-dmiz)₂X₂] (X = Cl⁻ y Br⁻) y el ligante bis-dmiz

COMPUESTOS	IR (cm ⁻¹)		
	$\nu(C=C)$ $\nu(C=N)$	$\nu(C-N) + \delta(N-H)$	$\nu(C-N)$
(bis-dmiz)	1603	1392	1210
[Cu(bis-dmiz)Cl ₂]	1598	1426	1201
[Cu(bis-dmiz)Br ₂] · ½CH ₃ OH	1588	1434	1193
[Zn(bis-dmiz)Cl ₂] · 2H ₂ O	1600	1423	1183
[Zn(bis-dmiz)Br ₂] · ½CH ₃ OH	1599	1424	1199

Las bandas que corresponden a las vibraciones $\nu(C=C)$ y $\nu(C=N)$, así como a la banda $\nu(C-N)$ en los compuestos de coordinación se desplazan a menor energía, con valores entre 1588 – 1600 cm⁻¹ y 1183 – 1201 cm⁻¹ respecto a las del ligante en 1603 y 1210 cm⁻¹, lo que indica la coordinación de éste hacia el centro metálico a través de los nitrógenos imidazólicos y lo cual se corrobora mediante el desplazamiento hacia mayor energía, de la banda correspondiente a $\nu(C-N) + \delta(N-H)$ en los compuestos (1423 – 1434 cm⁻¹) con respecto a la del ligante (1392 cm⁻¹), esto debido a que el equilibrio tautomérico del ligante se pierde al estar coordinado a los átomos metálicos; comportamiento que se ha visto en todos los compuestos presentados en este trabajo.

Análisis elemental

Para continuar con la caracterización se llevó a cabo el análisis elemental de los compuestos de coordinación obtenidos y el cual se presenta en la tabla 6.16.

Tabla. 6.16. Análisis elemental de los compuestos monoquelato.

<i>COMPUESTO</i>	<i>C</i>	<i>N</i>	<i>H</i>
	<i>Encontrado / Calculado</i>		
$[Cu(bis-dmiz)Cl_2]$	36.34 (36.99)	17.32 (17.25)	4.18 (4.35)
$[Cu(bis-dmiz)Br_2] \cdot 5H_2O$	23.51 (23.84)	11.10 (11.12)	2.84 (4.82)
$[Zn(bis-dmiz)Cl_2] \cdot 2H_2O$	33.13 (33.68)	15.45 (15.69)	5.00 (3.70)
$[Zn(bis-dmiz)Br_2] \cdot \frac{1}{2}CH_3OH$	29.23 (29.20)	12.99 (13.45)	3.74 (3.27)

En el caso de los compuestos de zinc se observa la presencia de moléculas de metanol, en los estudios de difracción de rayos-X, en la red cristalina. Sin embargo, van perdiendo el disolvente que se encuentra en la red cristalina por lo que el análisis elemental no concuerda con lo observado.

Para continuar con la caracterización de los compuestos se realizó el estudio de los espectros electrónicos de UV-Vis-NIR de los compuestos de cobre, por medio de la técnica de reflectancia difusa.

Espectroscopía electrónica

En la figura 6.32, se muestra el espectro de reflectancia difusa del compuesto $[Cu(bis-dmiz)Cl_2]$, el cual es similar al del compuesto que contiene bromuro.

La asignación de las transición electrónica ν_1 , así como la banda correspondiente a transferencia de carga (TC) se muestran en el espectro.

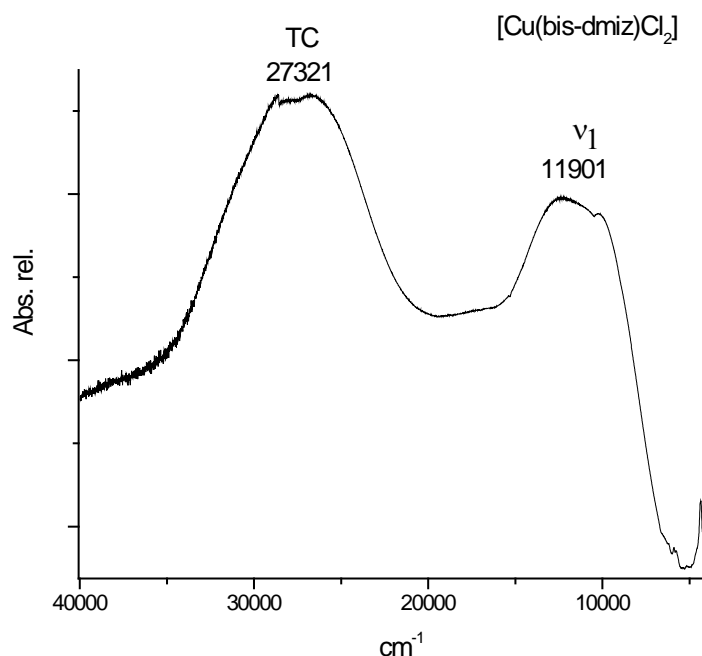


Fig.6.32. Espectro electrónico del [Cu(bis-dmiz)Cl₂] (reflectancia difusa)

En este caso, se muestra una banda que representa la única transición ($d-d$) para los compuestos de Cu^{2+} , que se encuentra en la región esperada para una geometría tetraédrica.^[32,34]

En la tabla 6.17 se han colocado los valores de las bandas para ambos compuestos (cloruros y bromuros).

Tabla. 6.17. Transiciones electrónicas para los compuestos de Cu(II) y sus momentos magnéticos

<i>COMPUESTOS</i>	<i>UV-Vis-NIR (cm⁻¹)</i>	<i>μ_{ef} (MB)</i>
	ν_1	

$[Cu(bis-dmiz)Cl_2]$	11901	1.75
$[Cu(bis-dmiz)Br_2] \cdot 5H_2O$	12435	2.3

Para estos compuestos se tienen bandas centradas entre 12435- 11901 cm^{-1} que corresponden a ν_1 ; mientras que alrededor de 27300 cm^{-1} se encuentra la banda debida a la transferencia de carga (TC) la cual se da entre los orbitales del ligante y los del metal.

Susceptibilidad magnética

Se determinó el momento magnético de ambos compuestos de cobre (tabla 6.17) los cuales se encuentran en el intervalo esperado para un compuesto monomérico de Cu^{2+} de configuración electrónica d^9 , con un electrón desapareado.^[34]

A continuación se muestra el estudio de resonancia paramagnética electrónica.

Resonancia paramagnética electrónica

Se realizó el estudio de de resonancia paramagnética electrónica (rpe) de los compuestos de cobre y ya que presentan el mismo comportamiento en la figura 6.33 se presenta el espectro del compuesto $[Cu(bis-dmiz)Br_2] \cdot 5H_2O$ a temperatura ambiente.

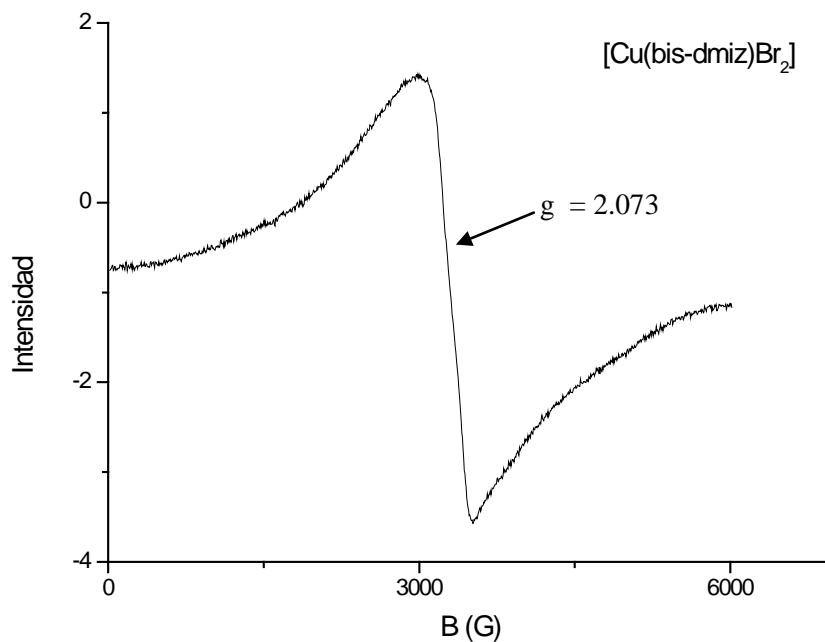


Fig. 6.33. Espectro rpe del $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})\text{Br}_2] \cdot \frac{1}{2}\text{CH}_3\text{OH}$

En el espectro anterior, el cual tiene la misma forma al observado para el compuesto con cloruros, se observa una señal con un valor de $g = 2.073$ (2.043 para cloruros); en este caso no es posible estudiar la anisotropía del valor de g únicamente el valor promedio debido a lo ancho de la señal, por lo que se decidió hacer el estudio en una solución de metanol congelado a 77K, (figura 6.34) en donde se resuelve esta señal.

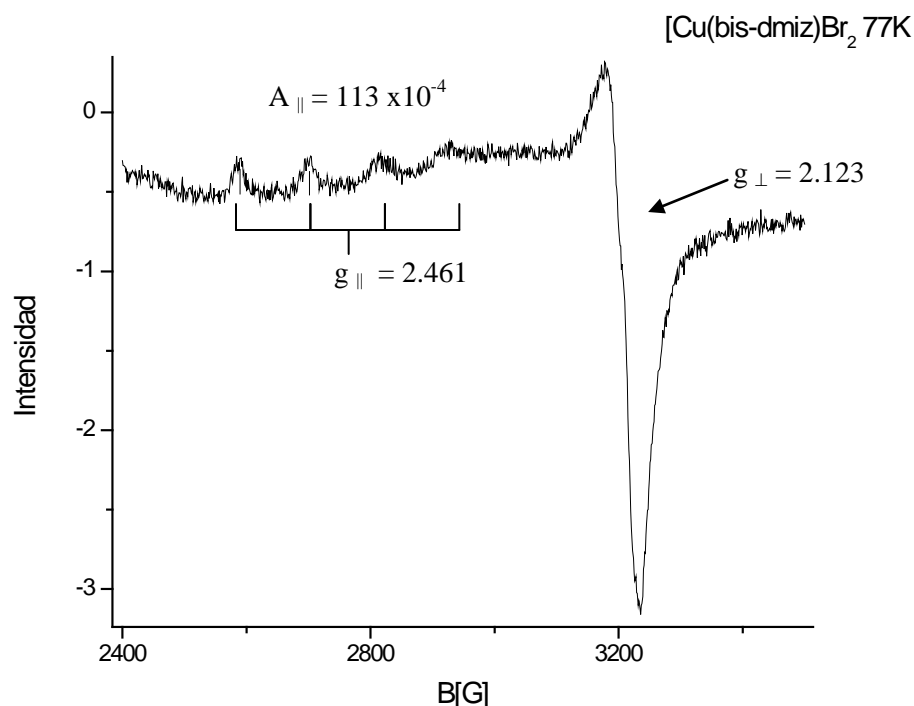


Fig. 6.34. Espectro rpe del [Cu(bis-dmiz)Br₂] \cdot $\frac{1}{2}$ CH₃OH

El espectro es típico de un ión Cu(II) con distorsión tetragonal; se trata de un espectro anisotrópico de tipo axial en donde se observa el acoplamiento hiperfino entre el espín electrónico y el espín nuclear del cobre, el cual se observa en $g_{||}$ es decir, sobre los ejes x y y ($g_{||} = g_x$ y g_y ; $g_{\perp} = g_z$) con un valor de 2.461 y 2.479 para los compuestos de bromuro y cloruro; a demás, se han calculado las constantes de acoplamiento hiperfino paralelas $A_{||} \times 10^4 \text{ cm}^{-1}$ las cuales son de 113 y 112 y los valores de $g_{\perp} = 2.123$ y 2.120 respectivamente. ^[18, 43, 44]

Ya que el valor de A indica una mayor interacción del espín nuclear y electrónico o más tiempo en el que el electrón está cerca del núcleo, se comparan los valores obtenidos con los reportados en la literatura para compuestos con estructura tetraédrica y un entorno CuCl_4 , $\text{Cs}_2[\text{Zn}(\text{Cu})\text{Cl}_4]$ ($A_{||} = 48.5$) y CuN_4 , $[\text{Cu}(\text{bipyam})_2](\text{ClO}_4)_2$ ($A_{||} = 145$), como se puede apreciar, los valores obtenidos para los compuestos presentados en este trabajo, se

encuentran aproximadamente a la mitad entre los que tienen ya sea, cuatro nitrógenos o cuatro cloruros, por lo que concuerda con el entorno que se propone CuN_2Cl_2 .

6.3.2. DIFRACCIÓN DE RAYOS-X

Fue posible la obtención de cristales de ambos compuestos de zinc; sin embargo, sólo en el caso del compuesto $[Zn(\text{bis-dmiz})Cl_2]$ los cristales fueron aptos para su estudio por medio de difracción de rayos-X de monocristal ya que en el caso del compuesto $[Zn(\text{bis-dmiz})Br_2] \cdot \frac{1}{2}CH_3OH$, los cristales se fracturaron aún al realizar el estudio a baja temperatura aunque se logró determinar el esqueleto del compuesto, por lo que el análisis estructural sólo se realizará para el primer compuesto.

La estructura de estos compuestos de coordinación se encuentra en la figura 6.35, ejemplificado con el compuesto que contiene los aniones cloruro.

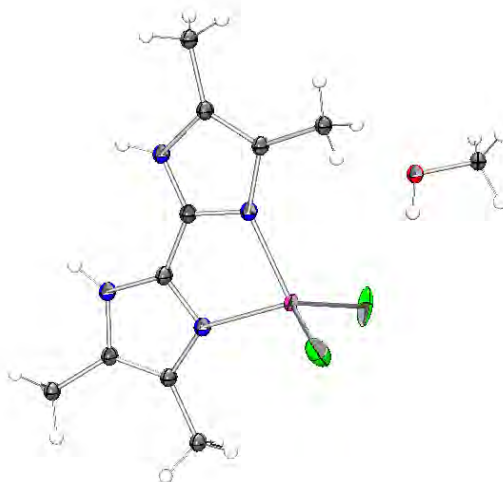


Fig. 6.35. Diagrama ORTEP, del compuesto monoquelato $[Zn(\text{bis-dmiz})I_2] \cdot CH_3OH$ (probabilidad 30%)

La estructura tetraédrica se compone de una molécula de ligante *bis-dmiz* coordinado de forma bidentada al centro metálico el cual cubre dos de las cuatro posiciones disponibles, mientras que las otras dos se satisfacen con la coordinación de los aniones

cloruro o bromuro; además se observa la presencia de disolvente (MeOH) fuera de la esfera de coordinación.

La celda unitaria en la figura 6.36 muestra una Z igual a 4 unidades y el compuesto presenta un grupo espacial $Pna2_1$, el resto de los parámetros y la colección de los datos se pueden consultar en el apéndice I

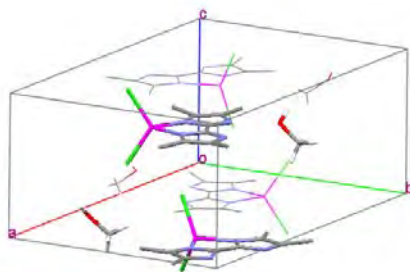


Fig. 6.36. Celda unitaria del compuesto $[Zn(bis-dmiz)Cl_2] \cdot CH_3OH$

A continuación se realiza el análisis de los ángulos, las distancias y los puentes de hidrógeno que presenta el compuesto $[Zn(bis-dmiz)Cl_2] \cdot CH_3OH$.

Ángulos, distancias y puentes de hidrógeno

Las distancias interatómicas, así como los ángulos quelato y el formado entre los aniones y metal se muestran en la figura 6.37.

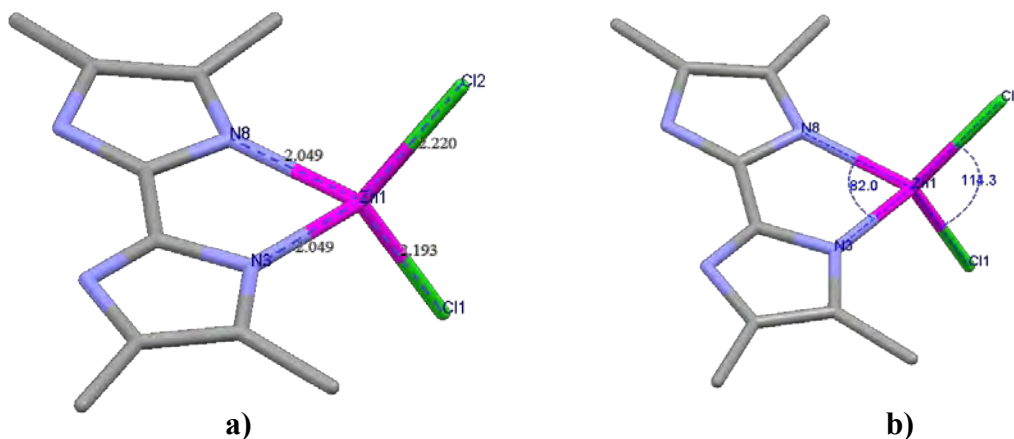


Fig. 6.37. a) Distancias y b) ángulos de enlace del compuesto $[Zn(bis-dmiz)Cl_2] \cdot CH_3OH$

En la tabla 6.18 se han colocado las distancias y los ángulos marcados en las imágenes anteriores.

Tabla. 6.18. Ángulos y distancias de enlace del compuesto [Zn(bis-dmiz)Cl₂] ·CH₃OH

COMPUESTO	Ángulos (°)		Distancias (Å)		
	Cl1–Zn–Cl2	QUELATO N3–Zn–N8	Zn–Cl1	Zn–N3	Zn–N8
[Zn(bis-dmiz)Cl ₂] ·CH ₃ OH	114.3 (7)	82.0 (15)	2.193 (4)	2.050 (4)	2.049 (4)

Este compuesto presenta dos puentes de hidrógeno (figura 6.38) los cuales se dan entre una molécula de compuesto de coordinación y dos moléculas de metanol, las distancias se han tomado como hasta ahora, de heteroátomo a heteroátomo.

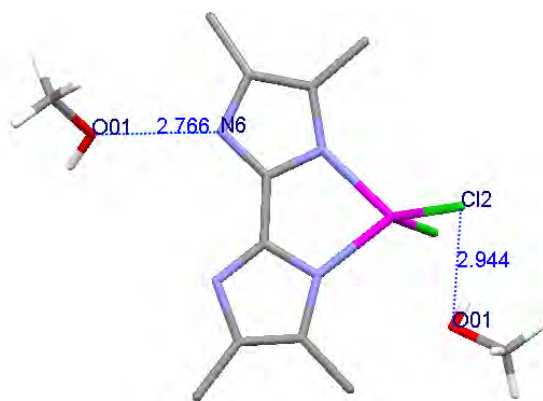


Fig. 6.38. Puentes de hidrógeno presentes en [Zn(bis-dmiz)Cl₂] ·CH₃OH

Estos enlaces de hidrógeno que se presentan entre O01-H---Cl2 y N6-H---O01 son de fuerza media de acuerdo con lo informado en la literatura. [35]

Además de las interacciones de puentes de hidrógeno, también se pueden observar interacciones de apilamiento π entre los anillos aromáticos de los ligantes de moléculas vecinas de compuesto de coordinación (figura 6.39), las distancias de estas interacciones se han tomado de centroide a centroide.

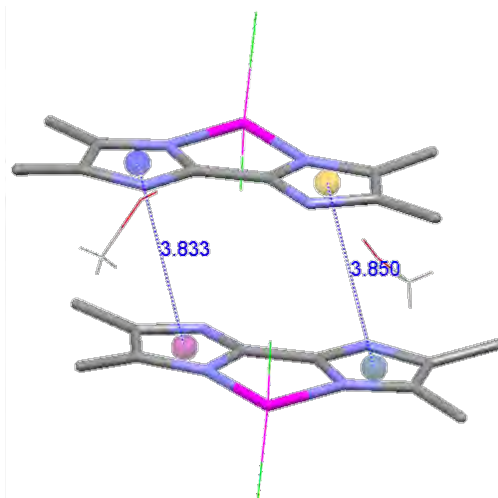


Fig. 6.39. Apilamiento π entre moléculas vecinas del compuesto $[\text{Zn}(\text{bis-dmiz})\text{Cl}_2] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$

A través de las interacciones que se analizaron anteriormente se construye la estructura supramolecular que se discute a continuación.

6.3.3. ESTRUCTURAS SUPRAMOLECULARES GENERADAS

La figura 6.40 muestra el esquema propuesto de la construcción de la estructura supramolecular observada sobre el eje c del compuesto $[\text{Zn}(\text{bis-dmiz})\text{Cl}_2] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$.

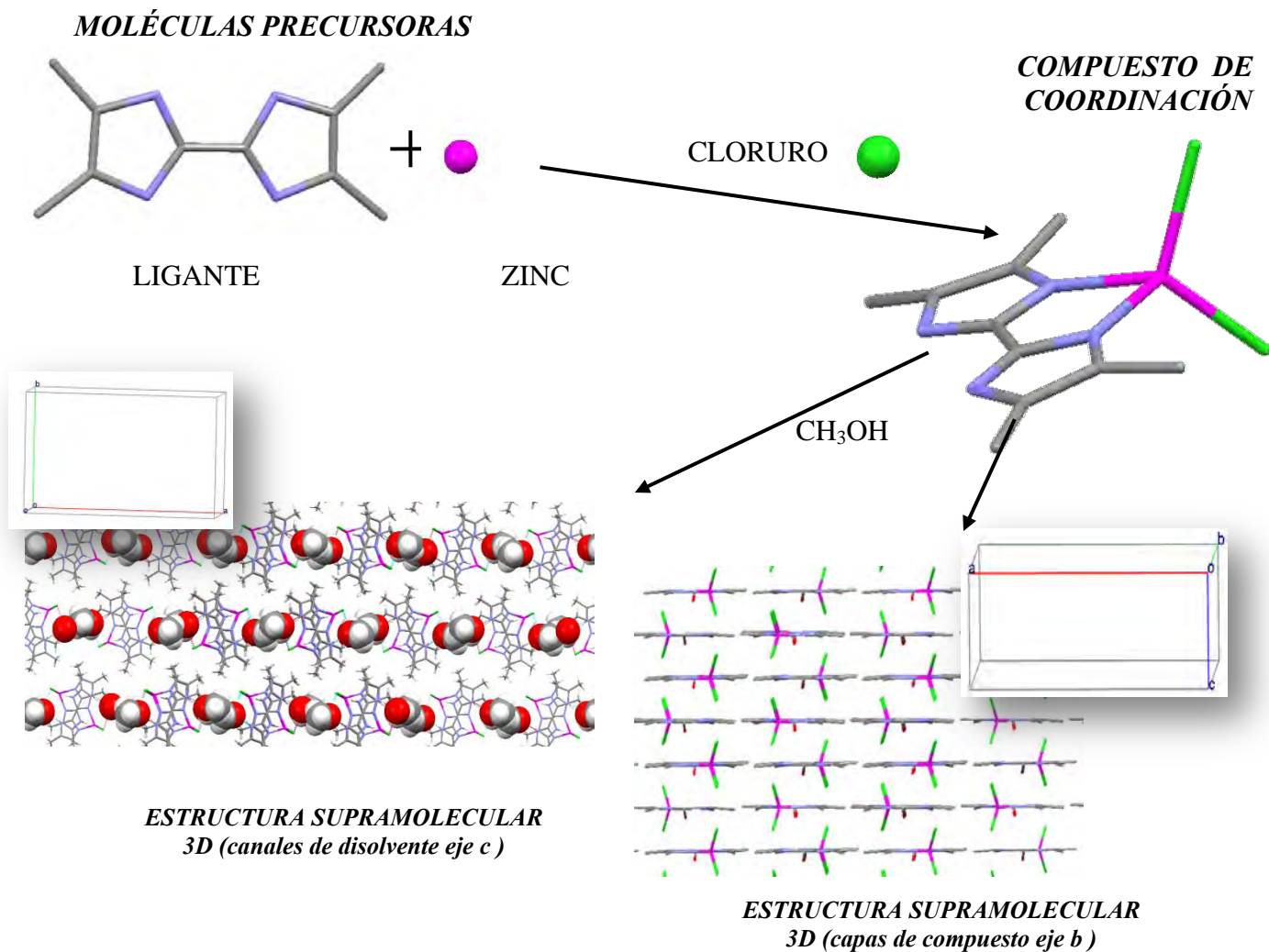


Fig. 6.40. Esquema representativo de la formación de la estructura supramolecular

En la figura 6.41 se observa la estructura supramolecular que se forma en 3 dimensiones sobre el eje c , a través de los puentes de hidrógeno y de las interacciones de apilamiento π .

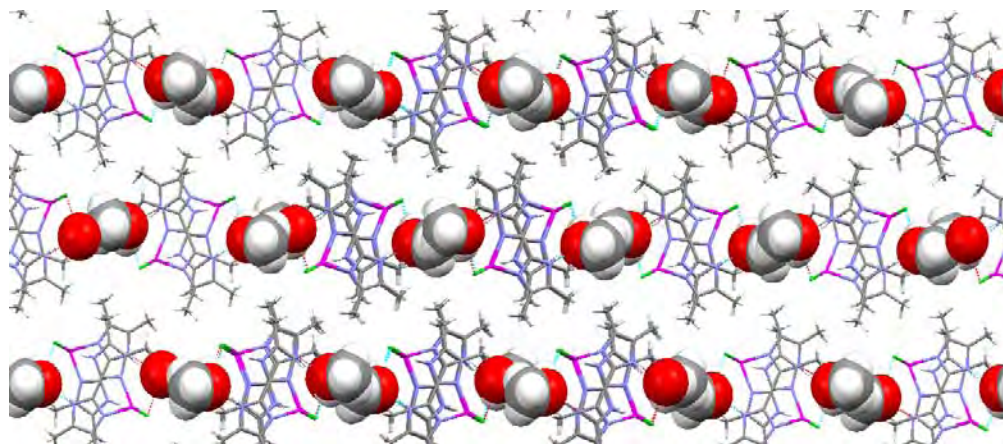


Fig. 6.41. Arreglo supramolecular canales de disolvente sobre el eje *c*

Se observa también un arreglo en capas en tres dimensiones a través del eje *b* el cual se muestra en la figura 6.42.

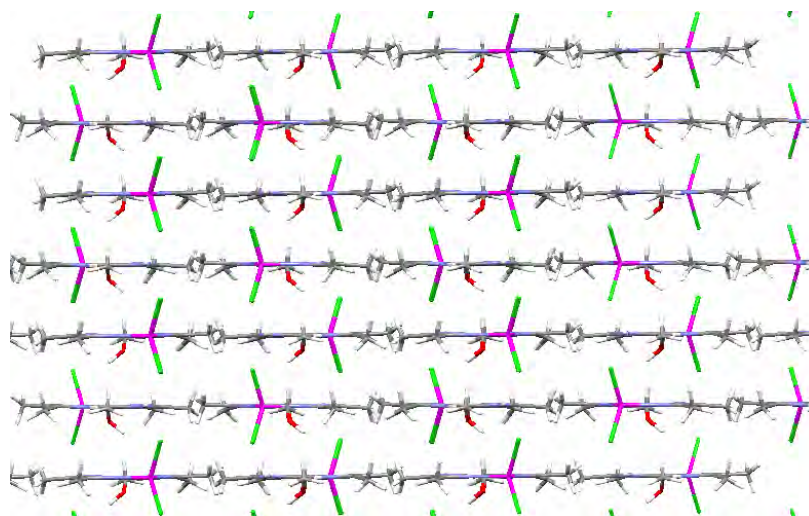


Fig. 6.42. Arreglo supramolecular capas sobre el eje *b*

7. *CONCLUSIONES*

y

PERSPECTIVAS

CONCLUSIONES

A partir del análisis de los resultados obtenidos, los cuales fueron discutidos en el capítulo anterior, se llegó a las siguientes conclusiones.

- ❖ La coordinación del ligante en todos los compuestos sintetizados se da en forma bidentada, generando de esta manera un nuevo anillo de cinco miembros donde participa el centro metálico.
- ❖ El comportamiento del ligante como un donador de protones en la formación de enlaces de hidrógeno de fuerza moderada a débil; así como la participación de los anillos aromáticos, en las interacciones de apilamiento π , permitió la construcción de las estructuras supramoleculares, excepto en los compuesto monoquelatos de cobre.
- ❖ A partir de las sales de cloruro, bromuro y nitrato de los iones metálicos Ni^{2+} y Co^{2+} se obtuvieron compuestos trisquelato de geometría octaédrica.

- ❖ Los cristales obtenidos de los compuestos trisquelato son enantioméricamente puros, es decir que cada uno presenta configuración Λ (lambda) ó Δ (delta).
- ❖ La estructura supramolecular generada a partir de las interacciones de enlaces de hidrógeno entre los contraiones y los compuestos trisquelatos, no depende del anión de que se trate, en todos los casos se tiene una estructura de canales hidrofóbicos en forma de panal de abejas sobre el eje c y la formación de canales del anión respectivo, sobre los ejes a y b , donde la estructura que se forma entre los compuestos de coordinación es el *anfitrion* y los aniones son los *huéspedes*. En ambos casos las estructuras son en 3D.
- ❖ El tamaño relativo de las cavidades en forma de panal de abeja, generadas sobre el eje c dependen del tamaño del anión, es decir que la cavidad en el compuesto de nitrato es mayor que la de bromuro y ésta a su vez mayor que la de cloruros.
- ❖ El compuesto bisquelato de Cu^{2+} , el cual contiene tanto un anión cloruro como un nitrato, presenta una geometría de bipirámide trigonal. La construcción de la estructura supramolecular en 2D que se observa, es de hojas- β y es generada por los puentes de hidrógeno entre el compuesto y las moléculas de nitrato y de agua, así como por las interacciones de apilamiento π entre los anillos aromáticos de los ligantes; adicionalmente, las moléculas de agua y los iones presentan un arreglo tipo silla.
- ❖ Los compuestos monoquelato de Cu^{2+} y Zn^{2+} , obtenidos a partir de las sales de cloruro y bromuro, muestran estructuras tetraédricas.
- ❖ En el compuesto $[\text{Zn}(\text{bis-dmiz})\text{Cl}_2] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$, los arreglos supramoleculares son generados a partir de interacciones de puentes de hidrógeno entre las moléculas del disolvente presentes e interacciones intermoleculares de apilamiento π de los anillos imidazólicos. Las estructuras observadas son en forma de canales de metanol sobre el eje c y en forma de capas del compuesto sobre el eje b .

PERSPECTIVAS

Con base en el estudio realizado a los compuestos obtenidos y dadas las características presentadas en el desarrollo de este proyecto, se considera la posibilidad de realizar las siguientes pruebas:

- ✱ Los compuestos trisquelato de cobalto(II) y níquel(II) serán estudiados por las cavidades hidrofóbicas que presentan, las cuales pueden ser de sumo interés como materiales porosos que pueden contener gases.

- ✱ Mientras que en el caso de los compuestos monoquelato de Cu^{2+} y Zn^{2+} , será probada su actividad biológica, como anticancerígenos ya que dentro del grupo de investigación donde se desarrolló este trabajo se ha determinado que otros compuestos con estructuras similares la tienen. ^[43,44]

8. REFERENCIAS

1. O. Baldovino-Pantaleón, D. Morales-Morales, S. Hernández-Ortega, R. A. Toscano, J. Valdés-Martínez, *Cryst. Growth Des.*, 2007 (7) 117 – 123.
2. J. M. Lehn, *Pure Appl. Chem.*, 1977 (49) 857 – 870.
3. J. M. Serrano-Becerra, S. Hernández-Ortega, D. Morales-Morales and J. Valdés-Martínez, *CrystEngComm*, 2009 (11) 226 – 228.
4. Y. E. Alexeeva, B. I. Kharisov, T. C. Hernández García, A. D. G. Arnovskii, *Coord. Chem. Rev.* 254 (2010) 794–831.
5. T. J. Mooibroek, P. Gamez, J. Reedijk, *CrystEngComm*, 2008 (10) 1501 – 1515.
6. T. J. Mooibroek, C. A. Black, P. Gamez, J. Reedijk, *Cryst. Growth Des.*, 2008 (8) 1082 – 1093.
7. http://es.wikipedia.org/wiki/%C3%81cido_desoxirribonucleico
8. J. W. Steed, *Core Concepts in Supramolecular Chemistry and Nanochemistry*, Vol. 2 Ed. JOHN WILEY & SONS, Great Britain, 2007.
9. C. B. Aakeröy, *Dalton Trans.*, 2003, 3956 – 3962.
10. S. Martínez-Vargas, *CrystEngComm*, 2008 (10) 86 – 94.
11. S. Hiraoka, K. Harano, T. Nakamura, M. Shiro, M. Shionoya, *Angew. Chem. Int. Ed.* 2009 (48) 7006 – 7009.
12. L. Pan, Y. Yuan, Y. Xiao, S. Chen, L. Yuan, Y. Yu, *J. Mol. Struct.*, 2008 (892) 272–277.

13. F. Baril-Robert, A. L. Beauchamp, *Polyhedron*, 2004 (23) 1139 – 1144.
14. C. B. Aakeröy, *CrystEngComm*, 2004 6(69) 413 – 418.
15. C. Janiak, *Dalton Trans.*, 2003, 2781 – 2804.
16. J. S. Casas, A. Castiñeiras, Y. Parajó, A. Sánchez, A. Sánchez-González, J. Sordo, *Polyhedron*, 2005 (24) 1196 – 1202.
17. J. Cancela, M. J. González Garmendia, M. Quirós, *Inorg. Chim. Acta*, 2001 (313) 156 – 159.
18. S. Rau, B. Schäfer, S. Schebesta, A. Grüßing, W. Poppitz, D. Walther, M. Duati, W. R. Browne, J. G. Vos, *Eur. J. Inorg. Chem.* 2003, 1503 – 1506.
19. J. Ribas, *Química de Coordinación*, Ed. Omega, S.A, Barcelona 2000, p p. 123 – 126.
20. L. Trus, *Acta Cryst., B*, 1973 (29) 2298.
21. J. M. Grevy, F. Tellez, S. Bernés, H. Nöth, R. Contreras, N. Barba-Behrens, *Inorg. Chim. Acta*, 2002 (339) 532 – 542.
22. L. M. Gruia, F. D. Rochon, A. L. Beauchamp, *Inorg. Chim. Acta*, 2007 (360) 1825 – 1840.
23. Z. Ru-Qiang, Q. Xu, *Acta Cryst. Section E*, 61 (2005) m1075 – m1076.
24. A. Morsali, *J. Coord. Chem.*, 2006 (59) 1015 – 1024.
25. C. A. Hester, R. G. Baughman, H. L. Collier, *Polyhedron*, 1997 (16) 2893 – 2895.

26. M. J. Crossley, S. Gorjian, S. Sternhell, Kerrie M. Tansey, *Aust. J. Chem.*, 1994 (47) 723 – 738.
27. W. Zhang, C. P. Landee, R. D. Willett, M. M. Turnbull, *Tetrahedron*, 2003 (59) 6027 – 6034.
28. M. Tadokoro, K. Nakasuji, *Coord. Chem. Rev.*, 2000 (198) 205 – 218.
29. T. Biing – Chiau, P. Shie – Ming, *Bull. Inst. Chem, Academia Sinica* 1989 (36) 53 – 62.
30. W. E. Allen, C. J. Fowler, V. M. Lynch, J. L. Sessler, *Chem. Eur. J.*, 2001, (7), 721 – 729.
31. T.W. Stringfield, *Inorg. Chim. Acta* 2003 (343) 317 – 328.
32. D. Sutton, *Espectros electrónicos de los complejos de los metales de transición*, Ed. Reverté, España 1975, pp.12 – 13.
33. K. Nakamoto, *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*, Ed. JOHN WILEY & SONS, Canadá, 1986, pp. 233, 257.
34. N. N. Greenwood, *Chemistry of the elements*, PERGAMON PRESS, Canadá, 1984, pp. 1290 – 1422.
35. T. Steiner, *Angew. Chem. Int.*, 2002 (41) 48 – 76.
36. L. Öhrström, K. Larsson, *Dalton Trans.*, 2004, 347 – 353.
37. H. D. Flack, *Acta Cryst.* 1983 (A39) 876 – 881.
38. J. E. Huheey, *Inorganic Chemistry: Principles of Structure and Reactivity*, 4° Ed. HarperCollins College Publishers, USA, 1993, pp. 290-291.

39. J. W. Steed, *Supramolecular Chemistry*, Ed. JHON WILEY & SONS, England, 2005 pp. 9 – 11.
40. E. E. Bernarducci, P. K. Bharadwaj, R. A. Lalancette, K. Krogh-Jespersen, J. A. Potenza, H. J. Schugare, *Inorg. Chem.*, 1983 (22) 3920 – 3924.
41. R.L. Sang, L. Xu, *Polyhedron*, 2006 (25) 2167 – 2174.
42. A. W. Addison, *J. Chem. Soc, Dalton Trans.* 1984, 1349-1356.
43. G. Wilkinson, *Comprehensive Coordination Chemistry*, Vol. 5, E d. PERGAMON PRESS, Great Britain, 1987, pp. 662 – 673.
44. R. S. Drago, *Physical Methods for Chemists* 2° edición, Ed. Saunders, Orlando Florida 1992, pp. 360, 380-390.
45. O. Sánchez-Guadarrama, H. López-Sandoval, F. Sánchez-Bartez, I. Gracia-Mora, H. Höpfl, N. Barba-Behrens, *J. of Inorg. Biochem.*, 103, (2009), 1204–1213.
46. H. López-Sandoval, M. E. Londoño-Lemos, Raúl Garza-Velasco, Israel Poblano-Meléndez, P. Granada-Macías, I. Gracia-Mora, N. Barba-Behrens, *J. of Inorg. Biochem.*, 102 (2008) 1267–1276.

I.

APÉNDICE

DATOS

CRISTALOGRAFÍCOS

❖ $[Co(bis-dmiz)_3]Cl_2$

Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento del compuesto $[Co(bis-dmiz)_3]Cl_2$

Fórmula empírica	C ₃₀ H ₄₂ Cl ₂ Co N ₁₂	
Peso fórmula	700.59	
Sistema cristalino	Trigonal	
Grupo espacial	P6 ₂	
Dimensiones de la celda	a = 14.1150(12) Å	α = 90°
	b = 14.1150(12) Å	β = 90°
	c = 16.0860(15) Å	γ = 120°
Volumen	2775.5(4) Å ³	
Z	3	
Densidad (calculada)	1.257 Mg/m ³	
Temperatura	293 (2) K	
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹ 0.71073	
F(000)	1209	
Dimensiones del cristal/mm	0.6072x0.4810x0.2892mm ³	
Intervalo de θ para la colección de datos	3.62 to 68.60°	
Intervalo de los índices	-11<=h<=16, -12<=k<=16, -19<=l<=11	
Reflexiones colectadas	4796	
Reflexiones independientes	2265 [R(int) = 0.0941]	
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²	
Datos /restricciones /parámetros	2265 / 1 / 210	
Goodness-of-fit sobre F²	0.831	
Índices finales de R>[I>2σ(I)](%)	R1 = 0.0684, wR2 = 0.1568	
Índices de R (todos los datos)(%)	R1 = 0.1881, wR2 = 0.2030	

$$R_{\text{int}} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$

Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Cl}_2$. $U(\text{eq})$ es de finido como un tercio de l tensor U_{ij} ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U(eq)</i>
<i>C(2)</i>	3055(13)	-932(12)	973(10)	92(4)
<i>C(2A)</i>	4579(10)	152(9)	-1834(10)	94(4)
<i>C(4)</i>	3807(12)	753(10)	1337(9)	96(4)
<i>C(4A)</i>	3389(11)	566(10)	-1346(9)	84(3)
<i>C(5)</i>	2858(13)	173(12)	1794(11)	114(5)
<i>C(5A)</i>	3316(15)	530(11)	-2190(12)	116(5)
<i>C(7)</i>	2948(10)	-1867(12)	515(7)	78(3)
<i>C(9)</i>	3405(13)	-2789(11)	-324(9)	101(4)
<i>C(10)</i>	2496(11)	-3499(12)	49(10)	102(4)
<i>C(11)</i>	4543(13)	1931(10)	1324(7)	132(5)
<i>C(11A)</i>	2837(12)	836(12)	-705(10)	126(5)
<i>C(12)</i>	2306(16)	485(14)	2437(8)	160(7)
<i>C(12A)</i>	2567(14)	739(14)	-2761(10)	142(6)
<i>C(13)</i>	4057(13)	-3014(10)	-947(9)	129(5)
<i>C(14)</i>	1742(12)	-4718(10)	8(11)	142(6)
<i>N(1)</i>	2376(9)	-904(8)	1494(7)	94(3)
<i>N(1A)</i>	4077(11)	262(8)	-2511(9)	122(4)
<i>N(3)</i>	3959(10)	49(11)	847(6)	102(3)
<i>N(3A)</i>	4178(10)	273(8)	-1119(6)	95(3)
<i>N(6)</i>	2176(8)	-2921(10)	557(7)	106(3)
<i>N(8)</i>	3739(9)	-1721(7)	-20(7)	99(3)
<i>Cl(1)</i>	3161(5)	3485(5)	-1485(5)	257(4)
<i>Co(1)</i>	5000	0	-121(2)	89(1)

❖ Longitudes de enlace (Å) del [Co(bis-dmiz)₃] Cl₂

<i>C(2)-N(1)</i>	1.288(15)	<i>C(5A)-C(12A)</i>	1.537(19)
<i>C(2)-N(3)</i>	1.349(15)	<i>C(7)-N(6)</i>	1.336(14)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.452(17)	<i>C(7)-N(8)</i>	1.341(13)
<i>C(2A)-N(3A)</i>	1.330(14)	<i>C(9)-C(10)</i>	1.314(16)
<i>C(2A)-N(1A)</i>	1.350(14)	<i>C(9)-N(8)</i>	1.423(14)
<i>C(2A)-C(2A)#1</i>	1.45(3)	<i>C(9)-C(13)</i>	1.498(18)
<i>C(4)-N(3)</i>	1.366(15)	<i>C(10)-N(6)</i>	1.381(14)
<i>C(4)-C(5)</i>	1.382(16)	<i>C(10)-C(14)</i>	1.505(17)
<i>C(4)-C(11)</i>	1.454(14)	<i>N(3)-Co(1)</i>	2.165(11)
<i>C(4A)-C(5A)</i>	1.361(17)	<i>N(3A)-Co(1)</i>	2.127(10)
<i>C(4A)-N(3A)</i>	1.416(15)	<i>N(8)-Co(1)</i>	2.184(9)
<i>C(4A)-C(11A)</i>	1.452(18)	<i>Co(1)-N(3A)#1</i>	2.127(10)
<i>C(5)-N(1)</i>	1.405(16)	<i>Co(1)-N(3)#1</i>	2.165(11)
<i>C(5)-C(12)</i>	1.488(19)	<i>Co(1)-N(8)#1</i>	2.184(9)
<i>C(5A)-N(1A)</i>	1.403(19)		

❖ Ángulos de enlace (°) del [Co(bis-dmiz)₃] Cl₂

<i>N(1)-C(2)-N(3)</i>	113.8(12)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	106.9(11)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	128.1(15)	<i>C(2A)-N(1A)-C(5A)</i>	104.6(14)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	118.1(15)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	104.3(12)
<i>N(3A)-C(2A)-N(1A)</i>	113.6(12)	<i>C(2)-N(3)-Co(1)</i>	112.6(11)
<i>N(3A)-C(2A)-C(2A)#1</i>	120.2(8)	<i>C(4)-N(3)-Co(1)</i>	142.5(11)
<i>N(1A)-C(2A)-C(2A)#1</i>	126.1(9)	<i>C(2A)-N(3A)-C(4A)</i>	105.3(10)
<i>N(3)-C(4)-C(5)</i>	109.5(12)	<i>C(2A)-N(3A)-Co(1)</i>	108.9(10)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	122.7(15)	<i>C(4A)-N(3A)-Co(1)</i>	145.8(10)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	127.7(14)	<i>C(7)-N(6)-C(10)</i>	107.6(11)

<i>C(5A)-C(4A)-N(3A)</i>	107.5(14)	<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	104.4(11)
<i>C(5A)-C(4A)-C(11A)</i>	132.7(17)	<i>C(7)-N(8)-Co(1)</i>	111.8(9)
<i>N(3A)-C(4A)-C(11A)</i>	119.8(13)	<i>C(9)-N(8)-Co(1)</i>	143.8(11)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	105.1(12)	<i>N(3A)-Co(1)-N(3)</i>	95.5(4)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	133.7(14)	<i>N(3)-Co(1)-N(8)</i>	95.7(4)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	121.1(14)	<i>N(3A)-Co(1)-N(8)</i>	94.0(4)
<i>C(4A)-C(5A)-N(1A)</i>	108.9(16)	<i>N(3)-Co(1)-N(8)</i>	95.7(4)
<i>C(4A)-C(5A)-C(12A)</i>	129(2)	<i>N(8)-Co(1)-N(8)</i>	171.5(6)
<i>N(1A)-C(5A)-C(12A)</i>	121.6(17)	<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	127.8(12)
<i>N(6)-C(7)-N(8)</i>	110.9(12)	<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	122.8(14)
<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	130.0(14)	<i>C(9)-C(10)-N(6)</i>	107.6(12)
<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	119.1(13)	<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	135.6(14)
<i>C(10)-C(9)-N(8)</i>	109.3(12)	<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	116.7(14)

Transformación de simetría usada para generar los átomos equivalentes: #1 -x+1,-y,z

*Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^{-3}$) del compuesto [Co(bis-dmiz)₃] Cl₂. El exponente de l factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$*

	<i>U11</i>	<i>U22</i>	<i>U33</i>	<i>U23</i>	<i>U13</i>	<i>U12</i>
<i>C(2)</i>	109(11)	83(10)	93(9)	-9(9)	-24(9)	54(9)
<i>C(2A)</i>	123(11)	72(8)	76(7)	10(8)	-9(9)	41(7)
<i>C(4)</i>	140(12)	70(9)	95(9)	-9(9)	-19(9)	65(9)
<i>C(4A)</i>	94(9)	71(8)	96(9)	3(8)	-2(9)	48(7)
<i>C(5)</i>	133(12)	78(10)	134(13)	3(10)	17(11)	55(9)
<i>C(5A)</i>	131(14)	65(9)	143(15)	6(9)	-27(13)	43(9)
<i>C(7)</i>	70(8)	106(11)	56(6)	-11(8)	-5(6)	42(8)
<i>C(9)</i>	119(11)	77(9)	113(10)	-15(9)	15(10)	54(9)
<i>C(10)</i>	90(10)	80(9)	126(11)	-30(10)	8(9)	34(8)
<i>C(11)</i>	182(14)	102(10)	92(10)	-32(9)	-15(9)	57(10)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(11A)</i>	158(14)	124(11)	109(9)	16(9)	15(10)	79(12)
<i>C(12)</i>	260(20)	214(19)	71(8)	-26(11)	3(12)	172(19)
<i>C(12A)</i>	152(14)	152(15)	134(12)	31(11)	-18(11)	85(13)
<i>C(13)</i>	160(13)	73(8)	132(11)	-28(9)	-7(11)	40(9)
<i>C(14)</i>	145(12)	88(10)	181(14)	-19(11)	31(12)	50(9)
<i>N(1)</i>	113(8)	88(8)	88(6)	22(7)	17(7)	56(7)
<i>N(1A)</i>	116(10)	78(8)	153(13)	-9(8)	-13(9)	34(7)
<i>N(3)</i>	139(10)	88(8)	89(7)	15(7)	16(7)	65(8)
<i>N(3A)</i>	138(10)	89(7)	81(7)	2(6)	-13(7)	73(7)
<i>N(6)</i>	78(7)	86(8)	118(8)	-5(7)	10(7)	14(7)
<i>N(8)</i>	122(8)	71(6)	105(7)	-6(7)	-14(8)	50(6)
<i>Cl(1)</i>	175(4)	250(6)	397(11)	185(7)	92(5)	146(5)
<i>Co(1)</i>	111(2)	74(2)	88(2)	0	0	52(2)



❖ $[Co(bis-dmiz)_3] Br_2$

Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento del compuesto $[Co(bis-dmiz)_3] Br_2$

Fórmula empírica	C ₃₀ H ₄₂ Br ₂ Co N ₁₂	
Peso fórmula	789.5	
Sistema cristalino	Trigonal	
Grupo espacial	P3 ₁	
Dimensiones de la celda	a = 14.0630(7) Å	α = 90°
	b = 14.0630(7) Å	β = 90°
	c = 15.9087(10) Å	γ = 120°
Volumen	2724.7(4) Å ³	
Z	3	
Densidad (calculada)	1.443 Mg/m ³	
Temperatura	293 (2) K	
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹ 0.71073	
F(000)	1209	
Dimensiones del cristal/mm	0.4581x0.3439x0.2857mm ³	
Intervalo de θ para la colección de datos	3.17 a 26.05°.	
Intervalo de los índices	-13<=h<=17, -17<=k<=13, -19<=l<=19	
Reflexiones colectadas	9710	
Reflexiones independientes	5690 [R(int) = 0.0480]	
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²	
Datos /restricciones /parámetros	5690 / 1 / 418	
Goodness-of-fit sobre F²	0.812	
Índices finales de R>[I>2σ(I)](%)	R1 = 0.0539, wR2 = 0.1161	
Índices de R (todos los datos)(%)	R1 = 0.1479, wR2 = 0.1296	

$$R_{\text{int}} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum \|F_o - |F_c|\|}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$

Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto $[C\ o(\text{bis-dmiz})_3] Br_2$. $U(\text{eq})$ es de finido como $u\ n\ t\ ercio\ de\ l\ tensor\ U\ ij$ ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U(eq)</i>
<i>C(2)</i>	9311(7)	5680(8)	6095(6)	42(2)
<i>C(2A)</i>	8200(8)	8553(8)	5629(6)	46(2)
<i>C(2B)</i>	8840(11)	6778(7)	3208(7)	51(3)
<i>C(4)</i>	10301(8)	7390(9)	6487(7)	63(3)
<i>C(4A)</i>	9570(8)	9445(7)	4792(6)	48(2)
<i>C(4B)</i>	10474(9)	7172(7)	3803(8)	62(3)
<i>C(5)</i>	10643(9)	6792(10)	6910(7)	63(3)
<i>C(5A)</i>	9341(8)	10208(8)	5168(6)	56(3)
<i>C(5B)</i>	10569(13)	7205(9)	2919(8)	79(4)
<i>C(7)</i>	8446(8)	4786(7)	5623(6)	48(2)
<i>C(7A)</i>	7353(8)	7654(8)	6096(6)	42(2)
<i>C(7B)</i>	7811(10)	6545(7)	3206(8)	57(3)
<i>C(9)</i>	7096(7)	3873(7)	4793(6)	46(2)
<i>C(9A)</i>	6369(8)	5939(8)	6492(7)	63(3)
<i>C(9B)</i>	6195(9)	6161(8)	3781(9)	66(3)
<i>C(10)</i>	7316(8)	3126(8)	5186(6)	55(3)
<i>C(10A)</i>	6019(9)	6549(10)	6913(7)	66(3)
<i>C(10B)</i>	6098(13)	6126(9)	2919(9)	85(4)
<i>C(11)</i>	10732(9)	8592(8)	6518(8)	86(4)
<i>C(11A)</i>	10433(8)	9649(8)	4145(7)	77(3)
<i>C(11B)</i>	11257(10)	7385(10)	4459(7)	85(4)
<i>C(12)</i>	11523(12)	7112(11)	7547(10)	136(6)
<i>C(12A)</i>	9872(9)	11420(8)	5089(7)	76(4)
<i>C(12B)</i>	11605(11)	7437(12)	2493(8)	113(5)
<i>C(13)</i>	6230(8)	3690(8)	4160(7)	77(3)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(13A)</i>	5965(9)	4741(8)	6499(8)	88(4)
<i>C(13B)</i>	5385(10)	5932(9)	4448(7)	82(4)
<i>C(14)</i>	6808(9)	1923(8)	5087(6)	75(3)
<i>C(14A)</i>	5144(13)	6227(10)	7539(9)	141(7)
<i>C(14B)</i>	5052(11)	5889(11)	2485(8)	103(4)
<i>Br(1)</i>	9698(1)	3289(1)	7100(1)	90(1)
<i>Br(2)</i>	6969(1)	10042(1)	7100(1)	91(1)
<i>Co(1)</i>	8332(1)	6667(1)	5001(1)	48(1)
<i>N(1)</i>	10020(7)	5741(7)	6659(5)	60(2)
<i>N(1A)</i>	8485(7)	9624(6)	5690(5)	57(2)
<i>N(1B)</i>	9546(9)	6949(7)	2577(6)	69(2)
<i>N(3)</i>	9442(6)	6657(7)	5941(5)	54(2)
<i>N(3A)</i>	8832(6)	8417(6)	5114(5)	51(2)
<i>N(3B)</i>	9389(7)	6904(6)	3957(5)	53(2)
<i>N(6)</i>	8187(6)	3724(6)	5690(5)	52(2)
<i>N(6A)</i>	6643(7)	7584(7)	6652(5)	57(2)
<i>N(6B)</i>	7137(10)	6389(7)	2574(6)	68(2)
<i>N(8)</i>	7823(6)	4920(6)	5108(5)	46(2)
<i>N(8A)</i>	7224(6)	6668(6)	5941(4)	51(2)
<i>N(8B)</i>	7274(8)	6429(6)	3962(6)	57(2)

❖ *Longitudes de enlace (Å) del [Co(bis-dmiz)₃] Br₂*

<i>C(2)-N(1)</i>	1.312(11)	<i>C(4B)-C(11B)</i>	1.436(14)	<i>C(9A)-N(8A)</i>	1.425(12)
<i>C(2)-N(3)</i>	1.315(10)	<i>C(5)-N(1)</i>	1.347(12)	<i>C(9A)-C(13A)</i>	1.485(13)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.447(13)	<i>C(5)-C(12)</i>	1.485(15)	<i>C(9B)-C(10B)</i>	1.377(15)
<i>C(2A)-N(3A)</i>	1.291(10)	<i>C(5A)-N(1A)</i>	1.351(11)	<i>C(9B)-N(8B)</i>	1.398(13)
<i>C(2A)-N(1A)</i>	1.353(11)	<i>C(5A)-C(12A)</i>	1.485(13)	<i>C(9B)-C(13B)</i>	1.469(15)
<i>C(2A)-C(7A)</i>	1.437(13)	<i>C(5B)-N(1B)</i>	1.406(15)	<i>C(10)-N(6)</i>	1.350(11)
<i>C(2B)-C(7B)</i>	1.314(13)	<i>C(5B)-C(12B)</i>	1.488(17)	<i>C(10)-C(14)</i>	1.479(13)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(2B)-N(1B)</i>	1.347(12)	<i>C(7)-N(8)</i>	1.282(11)	<i>C(10A)-N(6A)</i>	1.336(12)
<i>C(2B)-N(3B)</i>	1.381(13)	<i>C(7)-N(6)</i>	1.352(10)	<i>C(10A)-C(14A)</i>	1.467(16)
<i>C(4)-C(5)</i>	1.340(13)	<i>C(7A)-N(6A)</i>	1.301(11)	<i>C(10B)-N(6B)</i>	1.426(15)
<i>C(4)-N(3)</i>	1.424(12)	<i>C(7A)-N(8A)</i>	1.329(10)	<i>C(10B)-C(14B)</i>	1.503(17)
<i>C(4)-C(11)</i>	1.484(13)	<i>C(7B)-N(6B)</i>	1.323(13)	<i>Co(1)-N(8B)</i>	2.135(8)
<i>C(4A)-N(3A)</i>	1.388(11)	<i>C(7B)-N(8B)</i>	1.386(13)	<i>Co(1)-N(3B)</i>	2.141(8)
<i>C(4A)-C(5A)</i>	1.398(12)	<i>C(9)-C(10)</i>	1.384(12)	<i>Co(1)-N(8A)</i>	2.162(8)
<i>C(4A)-C(11A)</i>	1.506(13)	<i>C(9)-N(8)</i>	1.399(10)	<i>Co(1)-N(3)</i>	2.168(7)
<i>C(4B)-N(3B)</i>	1.398(12)	<i>C(9)-C(13)</i>	1.500(13)	<i>Co(1)-N(8)</i>	2.195(7)
<i>C(4B)-C(5B)</i>	1.411(15)	<i>C(9A)-C(10A)</i>	1.360(14)	<i>Co(1)-N(3A)</i>	2.203(7)

❖ *Ángulos de enlace (°) del [Co(bis-dmiz)₃] Br₂*

<i>N(1)-C(2)-N(3)</i>	110.7(8)	<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	123.0(9)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	133.8(10)	<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	131.1(9)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	115.5(9)	<i>N(6A)-C(10A)-C(9A)</i>	106.7(9)
<i>N(3A)-C(2A)-N(1A)</i>	111.5(8)	<i>N(6A)-C(10A)-C(14A)</i>	122.7(11)
<i>N(3A)-C(2A)-C(7A)</i>	121.8(9)	<i>C(9A)-C(10A)-C(14A)</i>	130.7(12)
<i>N(1A)-C(2A)-C(7A)</i>	126.6(10)	<i>C(9B)-C(10B)-N(6B)</i>	107.7(10)
<i>C(7B)-C(2B)-N(1B)</i>	131.6(12)	<i>C(9B)-C(10B)-C(14B)</i>	122.3(15)
<i>C(7B)-C(2B)-N(3B)</i>	120.6(11)	<i>N(6B)-C(10B)-C(14B)</i>	130.0(12)
<i>N(1B)-C(2B)-N(3B)</i>	107.8(10)	<i>N(8B)-Co(1)-N(3B)</i>	78.5(4)
<i>C(5)-C(4)-N(3)</i>	107.0(9)	<i>N(8B)-Co(1)-N(8A)</i>	95.1(3)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	128.9(11)	<i>N(3B)-Co(1)-N(8A)</i>	169.1(3)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	124.0(11)	<i>N(8B)-Co(1)-N(3)</i>	168.8(3)
<i>N(3A)-C(4A)-C(5A)</i>	107.6(8)	<i>N(3B)-Co(1)-N(3)</i>	95.2(3)
<i>N(3A)-C(4A)-C(11A)</i>	124.2(9)	<i>N(8A)-Co(1)-N(3)</i>	92.5(3)
<i>C(5A)-C(4A)-C(11A)</i>	128.2(9)	<i>N(8B)-Co(1)-N(8)</i>	94.2(3)
<i>N(3B)-C(4B)-C(5B)</i>	104.8(10)	<i>N(3B)-Co(1)-N(8)</i>	92.7(3)
<i>N(3B)-C(4B)-C(11B)</i>	123.2(11)	<i>N(8A)-Co(1)-N(8)</i>	96.6(3)

<i>C(5B)-C(4B)-C(11B)</i>	131.9(12)	<i>N(3)-Co(1)-N(8)</i>	76.8(3)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	107.4(9)	<i>N(8B)-Co(1)-N(3A)</i>	92.7(3)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	131.2(12)	<i>N(3B)-Co(1)-N(3A)</i>	94.6(3)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	121.4(11)	<i>N(8A)-Co(1)-N(3A)</i>	76.7(3)
<i>N(1A)-C(5A)-C(4A)</i>	105.9(8)	<i>N(3)-Co(1)-N(3A)</i>	97.0(3)
<i>N(1A)-C(5A)-C(12A)</i>	122.2(10)	<i>N(8)-Co(1)-N(3A)</i>	170.8(3)
<i>C(4A)-C(5A)-C(12A)</i>	131.9(9)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	109.3(9)
<i>N(1B)-C(5B)-C(4B)</i>	108.0(10)	<i>C(5A)-N(1A)-C(2A)</i>	108.1(8)
<i>N(1B)-C(5B)-C(12B)</i>	130.1(12)	<i>C(2B)-N(1B)-C(5B)</i>	109.0(10)
<i>C(4B)-C(5B)-C(12B)</i>	121.8(14)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	105.5(8)
<i>N(8)-C(7)-N(6)</i>	112.8(8)	<i>C(2)-N(3)-Co(1)</i>	114.2(6)
<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	122.9(9)	<i>C(4)-N(3)-Co(1)</i>	140.3(7)
<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	124.3(10)	<i>C(2A)-N(3A)-C(4A)</i>	106.9(8)
<i>N(6A)-C(7A)-N(8A)</i>	110.3(8)	<i>C(2A)-N(3A)-Co(1)</i>	111.0(6)
<i>N(6A)-C(7A)-C(2A)</i>	133.3(10)	<i>C(4A)-N(3A)-Co(1)</i>	142.0(7)
<i>N(8A)-C(7A)-C(2A)</i>	116.3(9)	<i>C(2B)-N(3B)-C(4B)</i>	110.4(9)
<i>C(2B)-C(7B)-N(6B)</i>	130.7(14)	<i>C(2B)-N(3B)-Co(1)</i>	110.4(7)
<i>C(2B)-C(7B)-N(8B)</i>	119.6(11)	<i>C(4B)-N(3B)-Co(1)</i>	139.2(8)
<i>N(6B)-C(7B)-N(8B)</i>	109.7(10)	<i>C(10)-N(6)-C(7)</i>	107.5(8)
<i>C(10)-C(9)-N(8)</i>	108.4(8)	<i>C(7A)-N(6A)-C(10A)</i>	110.8(8)
<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	130.0(9)	<i>C(7B)-N(6B)-C(10B)</i>	107.9(10)
<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	121.6(9)	<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	105.5(8)
<i>C(10A)-C(9A)-N(8A)</i>	106.9(9)	<i>C(7)-N(8)-Co(1)</i>	110.5(6)
<i>C(10A)-C(9A)-C(13A)</i>	131.2(11)	<i>C(9)-N(8)-Co(1)</i>	143.9(6)
<i>N(8A)-C(9A)-C(13A)</i>	121.9(11)	<i>C(7A)-N(8A)-C(9A)</i>	105.3(8)
<i>C(10B)-C(9B)-N(8B)</i>	106.9(11)	<i>C(7A)-N(8A)-Co(1)</i>	114.0(6)
<i>C(10B)-C(9B)-C(13B)</i>	131.2(13)	<i>C(9A)-N(8A)-Co(1)</i>	140.7(7)
<i>N(8B)-C(9B)-C(13B)</i>	121.8(11)	<i>C(7B)-N(8B)-C(9B)</i>	107.9(9)
<i>N(6)-C(10)-C(9)</i>	105.8(8)	<i>C(7B)-N(8B)-Co(1)</i>	110.9(7)
		<i>C(9B)-N(8B)-Co(1)</i>	141.2(9)

Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Br}_2$.

*El exponente del factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11}$*

+ ... + 2 h k a^ b^* U_{12}]*

	<i>U₁₁</i>	<i>U₂₂</i>	<i>U₃₃</i>	<i>U₂₃</i>	<i>U₁₃</i>	<i>U₁₂</i>
C(2)	38(6)	37(6)	41(6)	-7(5)	3(5)	11(5)
C(2A)	47(6)	40(7)	52(6)	-1(5)	0(5)	21(6)
C(2B)	66(8)	28(5)	57(8)	12(5)	14(7)	22(5)
C(4)	48(7)	52(7)	71(8)	-9(7)	6(6)	11(6)
C(4A)	57(7)	35(6)	50(6)	0(5)	-2(5)	20(6)
C(4B)	47(7)	27(6)	95(11)	-18(6)	-14(7)	7(5)
C(5)	66(8)	63(8)	49(7)	4(6)	-28(6)	24(7)
C(5A)	57(7)	43(7)	41(6)	18(5)	7(6)	6(5)
C(5B)	106(11)	55(7)	62(9)	5(6)	34(9)	28(8)
C(7)	54(6)	25(6)	54(6)	-2(5)	-3(6)	11(5)
C(7A)	49(6)	36(6)	35(6)	-1(5)	-11(5)	17(5)
C(7B)	58(8)	36(6)	78(10)	-15(6)	-28(8)	24(6)
C(9)	45(6)	34(6)	52(6)	-6(5)	1(5)	14(5)
C(9A)	55(7)	48(7)	66(8)	15(6)	-14(6)	11(6)
C(9B)	51(8)	38(6)	100(11)	25(6)	8(8)	15(6)
C(10)	50(6)	37(6)	59(7)	-8(6)	-11(6)	8(5)
C(10A)	71(8)	60(8)	56(7)	14(6)	33(6)	24(7)
C(10B)	127(13)	47(7)	71(10)	-13(6)	-53(10)	36(8)
C(11)	71(8)	67(8)	100(10)	-12(7)	4(7)	18(7)
C(11A)	63(7)	56(7)	96(9)	2(6)	27(7)	18(6)
C(11B)	106(10)	97(10)	68(9)	-17(7)	5(8)	63(8)
C(12)	131(12)	86(10)	134(13)	-1(9)	-75(11)	11(9)
C(12A)	95(9)	54(7)	73(8)	27(6)	29(7)	32(6)
C(12B)	106(11)	133(12)	90(11)	-17(9)	26(9)	51(10)
C(13)	68(8)	55(7)	96(9)	-4(6)	-24(7)	20(6)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(13A)</i>	65(7)	58(8)	111(10)	27(7)	8(7)	7(6)
<i>C(13B)</i>	89(9)	81(9)	72(9)	0(7)	-13(8)	41(7)
<i>C(14)</i>	109(9)	56(7)	63(8)	-31(6)	-33(7)	44(7)
<i>C(14A)</i>	149(13)	73(9)	123(13)	-16(9)	61(11)	-3(9)
<i>C(14B)</i>	108(10)	113(10)	83(10)	20(8)	-21(8)	51(9)
<i>Br(1)</i>	101(1)	91(1)	93(1)	-2(1)	-19(1)	61(1)
<i>Br(2)</i>	102(1)	93(1)	95(1)	3(1)	19(1)	62(1)
<i>Co(1)</i>	47(1)	39(1)	48(1)	-1(1)	0(1)	15(1)
<i>N(1)</i>	48(5)	57(6)	64(6)	12(5)	-3(5)	18(5)
<i>N(1A)</i>	81(6)	42(5)	42(5)	-7(4)	7(5)	27(5)
<i>N(1B)</i>	96(8)	56(6)	52(6)	-13(5)	1(6)	37(6)
<i>N(3)</i>	45(5)	46(5)	54(5)	-13(4)	-14(4)	11(4)
<i>N(3A)</i>	47(5)	42(5)	58(5)	1(4)	9(4)	18(4)
<i>N(3B)</i>	53(6)	38(5)	60(6)	-9(4)	-4(5)	17(4)
<i>N(6)</i>	59(5)	44(5)	46(5)	9(4)	-9(4)	21(4)
<i>N(6A)</i>	53(5)	56(6)	56(6)	-19(5)	4(5)	23(5)
<i>N(6B)</i>	93(8)	53(6)	56(6)	15(5)	-11(6)	35(6)
<i>N(8)</i>	34(4)	47(5)	53(5)	-1(4)	-16(4)	16(4)
<i>N(8A)</i>	49(5)	40(5)	45(5)	1(4)	-3(4)	9(4)
<i>N(8B)</i>	67(7)	33(5)	59(6)	1(4)	-10(5)	15(4)

❖ *Co(bis-dmiz)₃] (NO₃)₂*

Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento del compuesto [Co(bis-dmiz)₃](NO₃)₂

Fórmula empírica	C ₃₀ H ₄₂ Br ₂ Co N ₁₄ O ₆	
Peso fórmula	753.71	
Sistema cristalino	Trigonal	
Grupo espacial	P3 ₂	
Dimensiones de la celda	a = 14.043(4) Å	α = 90°
	b = 14.043(6) Å	β = 90°
	c = 16.781(5) Å	γ = 120°
Volumen	2865.9(17) Å ³	
Z	3	
Densidad (calculada)	1.310 Mg/m ³	
Temperatura	293 (2) K	
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹ 0.71073	
F(000)	1185	
Dimensiones del cristal/mm	0.6x0.55x0.2mm ³	
Intervalo de θ para la colección de datos	1.67 to 26.98°.	
Intervalo de los índices	-1<=h<=16, -17<=k<=1, -1<=l<=21	
Reflexiones colectadas	5328	
Reflexiones independientes	4473 [R(int) = 0.0942]	
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²	
Datos /restricciones /parámetros	4473 / 1 / 472	
Goodness-of-fit sobre F²	1.059	
Índices finales de R>[I>2σ(I)](%)	R1 = 0.0648, wR2 = 0.1432	
Índices de R (todos los datos)(%)	R1 = 0.1311, wR2 = 0.1722	

$$R_{\text{int}} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$

Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto [Co(bis-dmiz)₃] (NO₃)₂. $U(eq)$ es definido como un tercio del tensor U_{ij} ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U(eq)</i>
<i>C(2)</i>	8748(9)	2217(10)	6076(6)	76(2)
<i>C(2A)</i>	6438(8)	684(7)	3322(5)	70(2)
<i>C(2B)</i>	10227(7)	2644(7)	3318(5)	65(2)
<i>C(4)</i>	9942(8)	3811(8)	5557(7)	80(3)
<i>C(4A)</i>	7182(8)	-265(7)	2933(6)	75(2)
<i>C(4B)</i>	9485(8)	3605(7)	2945(6)	75(2)
<i>C(5)</i>	10053(9)	3913(11)	6368(7)	92(3)
<i>C(5A)</i>	6293(9)	-566(8)	2461(6)	84(3)
<i>C(5B)</i>	10364(9)	3882(8)	2463(6)	83(3)
<i>C(7)</i>	7904(9)	1101(11)	6077(6)	82(3)
<i>C(7A)</i>	6299(7)	1489(7)	3759(5)	63(2)
<i>C(7B)</i>	10370(7)	1850(7)	3760(5)	61(2)
<i>C(9)</i>	6726(9)	-467(9)	5540(6)	85(3)
<i>C(9A)</i>	6699(8)	2819(7)	4589(6)	77(3)
<i>C(9B)</i>	9975(8)	525(7)	4593(6)	73(2)
<i>C(10)</i>	6586(10)	-606(11)	6352(8)	97(3)
<i>C(10A)</i>	5738(8)	2573(8)	4239(6)	79(3)
<i>C(10B)</i>	10937(7)	770(8)	4238(6)	77(3)
<i>C(11)</i>	10546(10)	4679(9)	4917(8)	110(4)
<i>C(11A)</i>	7966(10)	-690(10)	2955(8)	111(4)
<i>C(11B)</i>	8709(10)	4027(9)	2955(8)	107(4)
<i>C(12)</i>	10845(13)	4930(14)	6857(10)	148(5)
<i>C(12A)</i>	5848(11)	-1323(11)	1766(8)	124(4)
<i>C(12B)</i>	10844(13)	4670(13)	1771(9)	141(5)
<i>C(13)</i>	6112(10)	-1344(9)	4911(8)	109(4)

<i>C(13A)</i>	7317(8)	3648(8)	5218(7)	95(3)
<i>C(13B)</i>	9351(8)	-309(8)	5207(7)	96(3)
<i>C(14)</i>	5824(12)	-1573(12)	6856(9)	142(5)
<i>C(14A)</i>	5000(10)	3045(11)	4324(9)	120(4)
<i>C(14B)</i>	11693(11)	302(12)	4341(8)	118(4)
<i>N(01)</i>	3582(8)	446(9)	2128(7)	105(3)
<i>N(1)</i>	9303(8)	2912(9)	6684(5)	96(3)
<i>N(1A)</i>	5830(6)	37(6)	2711(5)	81(2)
<i>N(1B)</i>	10837(6)	3289(6)	2709(5)	77(2)
<i>N(02)</i>	3095(8)	2894(9)	2128(7)	100(3)
<i>N(3)</i>	9147(7)	2746(7)	5382(5)	76(2)
<i>N(3A)</i>	7272(6)	531(6)	3477(4)	68(2)
<i>N(3B)</i>	9387(6)	2794(6)	3486(4)	68(2)
<i>N(6)</i>	7349(8)	398(9)	6684(5)	97(3)
<i>N(6A)</i>	5506(6)	1744(6)	3703(5)	77(2)
<i>N(6B)</i>	11164(6)	1600(6)	3697(5)	74(2)
<i>N(8)</i>	7530(6)	589(7)	5383(4)	71(2)
<i>N(8A)</i>	7044(6)	2120(6)	4300(4)	64(2)
<i>N(8B)</i>	9621(6)	1219(6)	4294(4)	66(2)
<i>O(01)</i>	4393(9)	538(10)	1858(6)	144(3)
<i>O(001)</i>	3169(8)	2916(12)	2846(6)	180(5)
<i>O(02)</i>	3487(8)	388(12)	2851(6)	180(5)
<i>O(002)</i>	3773(8)	2930(9)	1665(6)	149(4)
<i>O(003)</i>	2271(9)	2784(10)	1859(7)	155(4)
<i>O(03)</i>	2893(8)	411(10)	1662(6)	159(4)
<i>Co(1)</i>	8334(1)	1667(1)	4394(1)	64(1)

❖ Longitudes de enlace (Å) del [Co(bis-dmiz)₃](NO₃)₂

<i>C(2)-N(3)</i>	1.345(12)	<i>C(7B)-N(6B)</i>	1.330(10)
<i>C(2)-N(1)</i>	1.357(13)	<i>C(9)-N(8)</i>	1.367(13)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.416(13)	<i>C(9)-C(10)</i>	1.378(16)
<i>C(2A)-N(3A)</i>	1.318(11)	<i>C(9)-C(13)</i>	1.520(16)
<i>C(2A)-N(1A)</i>	1.353(11)	<i>C(9A)-C(10A)</i>	1.349(13)
<i>C(2A)-C(7A)</i>	1.440(11)	<i>C(9A)-N(8A)</i>	1.382(10)
<i>C(2B)-N(3B)</i>	1.328(11)	<i>C(9A)-C(13A)</i>	1.487(14)
<i>C(2B)-N(1B)</i>	1.350(11)	<i>C(9B)-C(10B)</i>	1.354(12)
<i>C(2B)-C(7B)</i>	1.434(11)	<i>C(9B)-N(8B)</i>	1.390(10)
<i>C(4)-C(5)</i>	1.369(15)	<i>C(9B)-C(13B)</i>	1.474(13)
<i>C(4)-N(3)</i>	1.378(12)	<i>C(10)-N(6)</i>	1.391(15)
<i>C(4)-C(11)</i>	1.524(16)	<i>C(10)-C(14)</i>	1.500(16)
<i>C(4A)-C(5A)</i>	1.355(13)	<i>C(10A)-N(6A)</i>	1.375(11)
<i>C(4A)-N(3A)</i>	1.401(11)	<i>C(10A)-C(14A)</i>	1.490(13)
<i>C(4A)-C(11A)</i>	1.492(13)	<i>C(10B)-N(6B)</i>	1.384(12)
<i>C(4B)-C(5B)</i>	1.361(13)	<i>C(10B)-C(14B)</i>	1.512(13)
<i>C(4B)-N(3B)</i>	1.407(11)	<i>N(01)-O(01)</i>	1.172(11)
<i>C(4B)-C(11B)</i>	1.478(13)	<i>N(01)-O(02)</i>	1.218(13)
<i>C(5)-N(1)</i>	1.373(14)	<i>N(01)-O(03)</i>	1.226(12)
<i>C(5)-C(12)</i>	1.537(18)	<i>N(02)-O(003)</i>	1.179(11)
<i>C(5A)-N(1A)</i>	1.366(11)	<i>N(02)-O(001)</i>	1.209(13)
<i>C(5A)-C(12A)</i>	1.489(15)	<i>N(02)-O(002)</i>	1.209(12)
<i>C(5B)-N(1B)</i>	1.363(12)	<i>N(3)-Co(1)</i>	2.149(8)
<i>C(5B)-C(12B)</i>	1.510(16)	<i>N(3A)-Co(1)</i>	2.180(7)
<i>C(7)-N(8)</i>	1.332(13)	<i>N(3B)-Co(1)</i>	2.162(7)
<i>C(7)-N(6)</i>	1.359(13)	<i>N(8)-Co(1)</i>	2.148(7)
<i>C(7A)-N(8A)</i>	1.333(11)	<i>N(8A)-Co(1)</i>	2.204(7)
<i>C(7A)-N(6A)</i>	1.334(10)	<i>N(8B)-Co(1)</i>	2.198(7)
<i>C(7B)-N(8B)</i>	1.328(11)		

❖ *Ángulos de enlace (°) del [Co(bis-dmiz)₃] (NO₃)₂*

<i>N(3)-C(2)-N(1)</i>	108.9(10)	<i>N(6A)-C(10A)-C(14A)</i>	121.0(9)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	120.0(8)	<i>C(9B)-C(10B)-N(6B)</i>	106.5(7)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	131.1(10)	<i>C(9B)-C(10B)-C(14B)</i>	131.8(10)
<i>N(3A)-C(2A)-N(1A)</i>	110.7(7)	<i>N(6B)-C(10B)-C(14B)</i>	121.7(9)
<i>N(3A)-C(2A)-C(7A)</i>	120.4(8)	<i>O(01)-N(01)-O(02)</i>	117.5(12)
<i>N(1A)-C(2A)-C(7A)</i>	128.8(8)	<i>O(01)-N(01)-O(03)</i>	117.5(12)
<i>N(3B)-C(2B)-N(1B)</i>	111.7(7)	<i>O(02)-N(01)-O(03)</i>	125.0(12)
<i>N(3B)-C(2B)-C(7B)</i>	119.6(8)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	108.4(9)
<i>N(1B)-C(2B)-C(7B)</i>	128.7(8)	<i>C(2A)-N(1A)-C(5A)</i>	108.2(8)
<i>C(5)-C(4)-N(3)</i>	108.3(10)	<i>C(2B)-N(1B)-C(5B)</i>	107.5(7)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	128.9(10)	<i>O(003)-N(02)-O(001)</i>	116.8(12)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	122.8(9)	<i>O(003)-N(02)-O(002)</i>	117.4(12)
<i>C(5A)-C(4A)-N(3A)</i>	109.4(8)	<i>O(001)-N(02)-O(002)</i>	125.7(12)
<i>C(5A)-C(4A)-C(11A)</i>	129.7(9)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	107.6(9)
<i>N(3A)-C(4A)-C(11A)</i>	120.8(9)	<i>C(2)-N(3)-Co(1)</i>	110.6(7)
<i>C(5B)-C(4B)-N(3B)</i>	108.8(8)	<i>C(4)-N(3)-Co(1)</i>	141.8(7)
<i>C(5B)-C(4B)-C(11B)</i>	129.6(9)	<i>C(2A)-N(3A)-C(4A)</i>	105.5(8)
<i>N(3B)-C(4B)-C(11B)</i>	121.6(9)	<i>C(2A)-N(3A)-Co(1)</i>	111.0(6)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	106.8(10)	<i>C(4A)-N(3A)-Co(1)</i>	143.2(6)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	128.3(13)	<i>C(2B)-N(3B)-C(4B)</i>	104.9(7)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	124.9(12)	<i>C(2B)-N(3B)-Co(1)</i>	111.7(5)
<i>C(4A)-C(5A)-N(1A)</i>	106.1(8)	<i>C(4B)-N(3B)-Co(1)</i>	143.2(6)
<i>C(4A)-C(5A)-C(12A)</i>	132.2(9)	<i>C(7)-N(6)-C(10)</i>	107.9(9)
<i>N(1A)-C(5A)-C(12A)</i>	121.6(9)	<i>C(7A)-N(6A)-C(10A)</i>	107.7(8)
<i>C(4B)-C(5B)-N(1B)</i>	107.1(8)	<i>C(7B)-N(6B)-C(10B)</i>	107.4(7)
<i>C(4B)-C(5B)-C(12B)</i>	132.5(10)	<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	107.8(9)
<i>N(1B)-C(5B)-C(12B)</i>	120.3(9)	<i>C(7)-N(8)-Co(1)</i>	111.7(7)
<i>N(8)-C(7)-N(6)</i>	109.6(10)	<i>C(9)-N(8)-Co(1)</i>	140.5(7)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	118.9(9)	<i>C(7A)-N(8A)-C(9A)</i>	105.9(7)
<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	131.5(10)	<i>C(7A)-N(8A)-Co(1)</i>	110.0(5)
<i>N(8A)-C(7A)-N(6A)</i>	110.7(7)	<i>C(9A)-N(8A)-Co(1)</i>	144.1(7)
<i>N(8A)-C(7A)-C(2A)</i>	120.0(7)	<i>C(7B)-N(8B)-C(9B)</i>	105.7(7)
<i>N(6A)-C(7A)-C(2A)</i>	129.3(9)	<i>C(7B)-N(8B)-Co(1)</i>	110.5(5)
<i>N(8B)-C(7B)-N(6B)</i>	111.5(7)	<i>C(9B)-N(8B)-Co(1)</i>	143.8(7)
<i>N(8B)-C(7B)-C(2B)</i>	119.8(7)	<i>N(8)-Co(1)-N(3)</i>	78.9(3)
<i>N(6B)-C(7B)-C(2B)</i>	128.7(8)	<i>N(8)-Co(1)-N(3B)</i>	170.7(3)
<i>N(8)-C(9)-C(10)</i>	109.1(11)	<i>N(3)-Co(1)-N(3B)</i>	95.7(3)
<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	124.8(9)	<i>N(8)-Co(1)-N(3A)</i>	95.9(3)
<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	126.1(11)	<i>N(3)-Co(1)-N(3A)</i>	171.1(3)
<i>C(10A)-C(9A)-N(8A)</i>	109.1(8)	<i>N(3B)-Co(1)-N(3A)</i>	90.3(3)
<i>C(10A)-C(9A)-C(13A)</i>	128.8(8)	<i>N(8)-Co(1)-N(8B)</i>	94.3(3)
<i>N(8A)-C(9A)-C(13A)</i>	122.0(9)	<i>N(3)-Co(1)-N(8B)</i>	92.2(3)
<i>C(10B)-C(9B)-N(8B)</i>	108.9(8)	<i>N(3B)-Co(1)-N(8B)</i>	78.2(3)
<i>C(10B)-C(9B)-C(13B)</i>	129.1(8)	<i>N(3A)-Co(1)-N(8B)</i>	95.5(3)
<i>N(8B)-C(9B)-C(13B)</i>	122.1(8)	<i>N(8)-Co(1)-N(8A)</i>	92.3(3)
<i>C(9)-C(10)-N(6)</i>	105.6(10)	<i>N(3)-Co(1)-N(8A)</i>	94.3(3)
<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	132.2(14)	<i>N(3B)-Co(1)-N(8A)</i>	95.7(3)
<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	122.2(12)	<i>N(3A)-Co(1)-N(8A)</i>	78.5(3)
<i>C(9A)-C(10A)-N(6A)</i>	106.6(7)	<i>N(8B)-Co(1)-N(8A)</i>	171.6(3)
<i>C(9A)-C(10A)-C(14A)</i>	132.4(10)		

*Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^{-3}$) de $\text{Co}(\text{bis-dmiz})_3(\text{NO}_3)_2$. El exponente del factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma: $-2\pi^2[h^2a^{*2}U11 + \dots + 2hk a^* b^* U12]$*

	<i>U11</i>	<i>U22</i>	<i>U33</i>	<i>U23</i>	<i>U13</i>	<i>U12</i>
<i>C(2)</i>	80(6)	101(8)	66(6)	-12(6)	-10(5)	61(7)
<i>C(2A)</i>	82(6)	66(5)	69(5)	3(5)	5(5)	42(5)
<i>C(2B)</i>	73(5)	64(5)	64(5)	1(4)	6(4)	38(5)
<i>C(4)</i>	75(6)	74(6)	93(7)	-18(6)	-17(5)	39(5)
<i>C(4A)</i>	98(7)	66(5)	69(5)	-6(5)	1(5)	45(5)
<i>C(4B)</i>	97(7)	69(5)	74(6)	7(5)	7(5)	52(5)
<i>C(5)</i>	89(7)	104(9)	92(8)	-24(7)	-23(6)	55(7)
<i>C(5A)</i>	108(8)	84(6)	82(6)	-28(6)	-22(6)	64(6)
<i>C(5B)</i>	107(7)	70(6)	76(6)	13(5)	17(6)	48(6)
<i>C(7)</i>	81(6)	113(9)	72(7)	2(6)	1(5)	65(7)
<i>C(7A)</i>	66(5)	74(5)	60(5)	8(4)	9(4)	44(5)
<i>C(7B)</i>	66(5)	67(5)	62(5)	-3(4)	-5(4)	42(4)
<i>C(9)</i>	96(7)	98(8)	79(7)	16(6)	20(6)	62(7)
<i>C(9A)</i>	85(6)	61(5)	95(7)	-6(5)	18(6)	43(5)
<i>C(9B)</i>	80(6)	69(5)	80(6)	9(5)	-8(5)	45(5)
<i>C(10)</i>	96(8)	104(9)	104(9)	29(8)	17(7)	58(7)
<i>C(10A)</i>	73(6)	94(7)	88(7)	-15(6)	1(5)	56(5)
<i>C(10B)</i>	65(6)	86(6)	92(7)	6(6)	-2(5)	45(5)
<i>C(11)</i>	101(8)	90(7)	127(10)	0(7)	-13(7)	39(6)
<i>C(11A)</i>	148(10)	108(8)	120(9)	-25(7)	-1(8)	96(8)
<i>C(11B)</i>	126(9)	102(8)	125(9)	25(7)	9(8)	79(7)
<i>C(12)</i>	153(12)	164(13)	119(11)	-38(10)	-42(10)	71(11)
<i>C(12A)</i>	147(11)	123(10)	122(10)	-48(8)	-37(9)	82(9)
<i>C(12B)</i>	179(13)	166(13)	118(10)	55(10)	57(10)	117(12)
<i>C(13)</i>	113(8)	87(7)	116(9)	-3(7)	6(7)	41(6)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(13A)</i>	95(7)	82(6)	116(8)	-21(6)	0(6)	50(6)
<i>C(13B)</i>	85(7)	78(6)	125(9)	23(6)	-1(6)	41(5)
<i>C(14)</i>	132(11)	138(11)	128(11)	57(9)	43(9)	47(9)
<i>C(14A)</i>	101(8)	140(10)	151(12)	-35(9)	-20(8)	84(8)
<i>C(14B)</i>	126(9)	152(11)	124(10)	25(9)	12(8)	106(9)
<i>N(01)</i>	71(6)	133(8)	99(8)	1(6)	9(6)	41(6)
<i>N(1)</i>	102(7)	125(8)	78(6)	-11(6)	-15(5)	68(7)
<i>N(1A)</i>	84(5)	83(5)	81(5)	-15(4)	-20(4)	45(4)
<i>N(1B)</i>	82(5)	82(5)	78(5)	8(4)	13(4)	49(4)
<i>N(02)</i>	58(5)	136(8)	98(7)	5(6)	8(6)	42(5)
<i>N(3)</i>	83(5)	95(6)	70(5)	-7(4)	-7(4)	60(5)
<i>N(3A)</i>	78(4)	71(4)	63(4)	-4(4)	3(4)	44(4)
<i>N(3B)</i>	83(5)	72(4)	58(4)	5(3)	-2(4)	47(4)
<i>N(6)</i>	112(7)	127(8)	70(5)	16(6)	23(5)	75(7)
<i>N(6A)</i>	66(4)	89(5)	80(5)	-9(4)	-8(4)	42(4)
<i>N(6B)</i>	68(4)	85(5)	79(5)	11(4)	11(4)	44(4)
<i>N(8)</i>	76(5)	81(5)	66(5)	11(4)	7(4)	47(4)
<i>N(8A)</i>	66(4)	63(4)	70(4)	0(4)	2(4)	38(4)
<i>N(8B)</i>	71(4)	72(4)	66(4)	-2(4)	-1(4)	43(4)
<i>O(01)</i>	121(7)	224(11)	121(7)	10(7)	5(6)	111(8)
<i>O(001)</i>	118(8)	272(14)	85(7)	2(8)	6(6)	50(8)
<i>O(02)</i>	126(8)	277(15)	77(6)	3(7)	5(5)	54(9)
<i>O(002)</i>	108(6)	221(11)	137(8)	37(7)	30(6)	98(7)
<i>O(003)</i>	119(7)	243(12)	133(7)	-27(8)	-8(6)	114(8)
<i>O(03)</i>	116(7)	259(13)	121(7)	-40(8)	-39(6)	109(8)
<i>Co(1)</i>	71(1)	66(1)	63(1)	0(1)	1(1)	41(1)

❖ $[Ni(bis-dmiz)_3] Cl_2$

Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento del compuesto $[Ni(bis-dmiz)_3] Cl_2$

Fórmula empírica	C ₃₀ H ₄₂ Cl ₂ N ₁₂ Ni	
Peso fórmula	700.37	
Sistema cristalino	Trigonal	
Grupo espacial	P3 ₂	
Dimensiones de la celda	a = 13.7680(10)Å	α = 90°
	b = 13.7680(10)Å	β = 90°
	c = 16.0690(15)Å	γ = 120°
Volumen	2637.9(4) Å ³	
Z	3	
Densidad (calculada)	1.323 Mg/m ³	
Temperatura	122 (2)K	
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹ 0.743	
F(000)	1104	
Dimensiones del cristal/mm	0.3928 x 0.3292 x 0.2742 mm ³	
Intervalo de θ para la colección de datos	3.65- 26.07°.	
Intervalo de los índices	-13 ≤ h ≤ 15, -12 ≤ k ≤ 16, -18 ≤ l ≤ 19	
Reflexiones colectadas	8989	
Reflexiones independientes	5633 [R(int) = 0.0500]	
Reflexiones observadas [F>4σ(F)]	1770	
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²	
Datos /restricciones /parámetros	5633 / 52 / 185	
Índices finales de R>[I>2σ(I)](%)	R1 = 0.1386, wR2 = 0.3621	
Índices de R (todos los datos)(%)	R1 = 0.2356, wR2 = 0.4445	

$$R_{\text{int}} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$

Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{N}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Cl}_2$. $U(\text{eq})$ es de finido como un tercio de l tensor U_{ij} ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U(eq)</i>
<i>Cl(1A)</i>	405 (5)	3657 (7)	861 (7)	1360 (3)
<i>Cl(1B)</i>	242 (7)	3210 (14)	1408 (14)	1470 (6)
<i>C(2)</i>	2996(8)	4831 (7)	2437 (6)	950 (2)
<i>C(5)</i>	2452 (7)	5975 (7)	2879 (6)	1060 (3)
<i>C(4)</i>	3421 (9)	6202 (7)	3254 (6)	1080 (3)
<i>C(7)</i>	3074 (8)	3997 (7)	1982 (6)	990 (2)
<i>C(10)</i>	2856 (9)	2675 (7)	1150 (6)	1110 (3)
<i>C(9)</i>	3815 (9)	3052 (8)	1592 (6)	1120 (3)
<i>C(12)</i>	1732 (11)	6442 (11)	3000 (11)	1590 (4)
<i>C(11)</i>	4064 (9)	7061(8)	3880 (9)	1320 (3)
<i>C(14)</i>	2364 (14)	1839 (11)	475 (9)	1740 (6)
<i>C(13)</i>	4602 (11)	2630 (10)	1587 (8)	1470 (4)
<i>C(2A)</i>	5421 (7)	5553 (7)	4762 (6)	990 (2)
<i>C(5A)</i>	6708 (10)	7253 (9)	5088 (7)	1190 (3)
<i>C(4A)</i>	6607 (8)	7135 (8)	4237 (6)	1010 (2)
<i>C(12A)</i>	7452 (11)	8206 (11)	5608 (8)	1550 (4)
<i>C(11A)</i>	7169 (10)	7973 (9)	3597 (8)	1360 (3)
<i>N(3)</i>	3746 (6)	5466 (5)	2952 (5)	953 (18)
<i>N(1)</i>	2187 (6)	5080 (6)	2365 (5)	1090
<i>N(8)</i>	3963 (6)	3891 (5)	2130 (4)	988 (19)
<i>N(6)</i>	2412 (6)	3284 (6)	1404 (5)	1096 (19)
<i>N(3A)</i>	5811(7)	6066 (7)	4062 (4)	1060
<i>N(1A)</i>	5947 (7)	6233 (8)	5417 (5)	1210
<i>Ni(1)</i>	5000	5000	3044.8 (11)	968 (5)

❖ Longitudes de enlace (Å) del [Ni(bis-dmiz)₃] Cl₂

<i>C(2)-N(3)</i>	1.282 (11)	<i>C(2A)-N(3A)</i>	1.300 (12)
<i>C(2)-N(1)</i>	1.348 (11)	<i>C(2A)-N(1A)</i>	1.363 (12)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.429 (12)	<i>C(2A)-C(2A)</i>	1.401 (17)
<i>C(5)-C(4)</i>	1.370 (13)	<i>C(5A)-C(4A)</i>	1.377 (14)
<i>C(5)-N(1)</i>	1.388 (11)	<i>C(5A)-N(1A)</i>	1.391 (13)
<i>C(5)-C(12)</i>	1.464 (13)	<i>C(5A)-C(12A)</i>	1.475 (15)
<i>C(4)-N(3)</i>	1.405 (10)	<i>C(4A)-N(3A)</i>	1.377 (12)
<i>C(4)-C(11)</i>	1.479 (15)	<i>C(4A)-C(11A)</i>	1.460 (16)
<i>C(7)-N(6)</i>	1.338 (12)	<i>N(3)-Ni(1)</i>	2.164 (6)
<i>C(7)-N(8)</i>	1.347 (11)	<i>N(8)-Ni(1)</i>	2.105 (7)
<i>C(10)-N(6)</i>	1.347 (12)	<i>N(3A)-Ni(1)</i>	2.120 (7)
<i>C(10)-C(9)</i>	1.370 (13)	<i>Ni(1)-N(8)</i>	2.105 (7)
<i>C(10)-C(14)</i>	1.488 (16)	<i>Ni(1)-N(3A)</i>	2.120 (7)
<i>C(9)-N(8)</i>	1.389 (11)	<i>Ni(1)-N(3)</i>	2.164 (6)
<i>C(9)-C(13)</i>	1.489 (13)		

❖ Ángulos de enlace (°) del [Ni(bis-dmiz)₃] Cl₂

<i>N(3)-C(2)-N(1)</i>	112.3 (7)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	106.2 (7)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	121.8 (8)	<i>C(2)-N(3)-Ni(1)</i>	110.0 (5)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	125.8 (9)	<i>C(4)-N(3)-Ni(1)</i>	143.8 (7)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	105.0 (7)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	107.6 (8)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	131.5 (9)	<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	103.2 (8)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	123.3 (10)	<i>C(7)-N(8)-Ni(1)</i>	112.2 (6)
<i>C(5)-C(4)-N(3)</i>	108.9 (8)	<i>C(9)-N(8)-Ni(1)</i>	144.7 (7)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	128.2 (7)	<i>C(7)-N(6)-C(10)</i>	108.4 (8)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	122.9 (9)	<i>C(2A)-N(3A)-C(4A)</i>	108.2 (7)
<i>N(6)-C(7)-N(8)</i>	112.0 (7)	<i>C(2A)-N(3A)-Ni(1)</i>	110.5 (7)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	131.1 (9)	<i>C(4A)-N(3A)-Ni(1)</i>	141.3 (7)
<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	116.9 (9)	<i>C(2A)-N(1A)-C(5A)</i>	107.0 (9)
<i>N(6)-C(10)-C(9)</i>	105.8 (8)	<i>N(8)-Ni(1)-N(8)</i>	91.3 (4)
<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	122.7 (11)	<i>N(8)-Ni(1)-N(3A)</i>	170.9 (3)
<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	131.4 (11)	<i>N(8)-Ni(1)-N(3A)</i>	170.9 (3)
<i>C(10)-C(9)-N(8)</i>	110.6 (8)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(3A)</i>	79.1 (5)
<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	128.4 (9)	<i>N(8)-Ni(1)-N(3)</i>	95.4 (3)
<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	120.8 (10)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(3)</i>	92.1 (3)
<i>N(3A)-C(2A)-N(1A)</i>	110.7 (8)	<i>N(8)-Ni(1)-N(3)</i>	95.4 (3)
<i>N(3A)-C(2A)-C(2A)</i>	120.0 (5)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(3)</i>	94.0 (3)
<i>N(1A)-C(2A)-C(2A)</i>	129.4 (6)	<i>C(5A)-C(4A)-N(3A)</i>	108.2 (10)
<i>C(4A)-C(5A)-N(1A)</i>	106.0 (9)	<i>C(5A)-C(4A)-C(11A)</i>	128.5 (10)
<i>C(4A)-C(5A)-C(12A)</i>	131.0 (12)	<i>N(3A)-C(4A)-C(11A)</i>	123.2 (9)
<i>N(1A)-C(5A)-C(12A)</i>	123.0 (11)		

*Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^{-3}$) de l compuesto $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Cl}_2$. El exponente de l factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma: $-2\pi^2[h^2a^*2U^{11} + \dots + 2hk a^* b^* U^{12}]$*

	<i>U11</i>	<i>U22</i>	<i>U33</i>	<i>U23</i>	<i>U13</i>	<i>U12</i>
<i>C(11A)</i>	1250 (3)	1510 (5)	1230 (7)	-100 (4)	-160 (3)	620 (3)
<i>C(11B)</i>	1240 (5)	1760 (9)	1360 (13)	-200 (9)	-100 (6)	710 (5)
<i>C(2)</i>	1190 (6)	900 (5)	950 (6)	100 (5)	100 (5)	680 (5)
<i>C(5)</i>	1180 (6)	1060 (5)	1130 (7)	-90 (5)	100 (5)	690 (5)
<i>C(4)</i>	1400 (7)	1020 (6)	1050 (7)	-100 (5)	80 (6)	770 (5)
<i>C(7)</i>	1310 (7)	980 (6)	860 (5)	130 (5)	160 (5)	720 (5)
<i>C(10)</i>	1580 (8)	910 (5)	800 (5)	-20 (4)	-30 (5)	590 (6)
<i>C(9)</i>	1690 (9)	1030 (5)	940 (6)	80 (5)	220 (6)	900 (6)
<i>C(12)</i>	1590 (9)	1630 (9)	1920 (12)	-130	130 (9)	1070 (8)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(11)</i>	1470 (8)	1180 (7)	1570 (9)	-250 (7)	50 (7)	860 (6)
<i>C(14)</i>	2370 (15)	1530 (9)	1520 (11)	-530 (9)	-480	1130 (10)
<i>C(13)</i>	2120 (11)	1550 (9)	1280 (9)	-330 (7)	-130 (8)	1320 (8)
<i>C(2A)</i>	1260 (6)	1070 (5)	860 (6)	-30 (5)	20 (5)	750 (4)
<i>C(5A)</i>	1360 (8)	1160 (7)	1180 (8)	-160 (7)	-130 (6)	730 (6)
<i>C(4A)</i>	1340 (7)	1000 (6)	930 (6)	-150 (5)	-140 (5)	760 (6)
<i>C(12A)</i>	1710 (10)	1700 (10)	1130 (8)	-330 (8)	-360 (7)	760 (9)
<i>C(11A)</i>	1750 (9)	1150 (7)	1240 (8)	-110 (6)	-280 (7)	780 (7)
<i>N(3)</i>	1210 (5)	880 (4)	940 (4)	0 (4)	0 (4)	650 (4)
<i>N(1)</i>	1240 (5)	1190 (5)	880 (4)	10 (4)	140 (4)	640 (5)
<i>N(8)</i>	1410 (5)	830 (4)	830 (4)	20 (3)	130 (4)	640 (4)
<i>N(6)</i>	1400 (5)	980 (4)	980 (5)	-90 (4)	50 (5)	650 (4)
<i>N(3A)</i>	1580 (6)	1070 (5)	870 (5)	-130 (4)	-150 (4)	930 (5)
<i>N(1A)</i>	1420 (6)	1610 (7)	970 (5)	-150 (6)	-190 (5)	1040 (6)
<i>Ni(1)</i>	1385 (12)	886 (9)	861 (8)	0	0	738 (8)

[Ni(bis-dmiz)₃]Br₂

Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento del compuesto [Ni(bis-dmiz)₃] Br₂

Fórmula empírica	C ₃₀ H ₄₂ Br ₂ N ₁₂ Ni	
Peso fórmula	789.29	
Sistema cristalino	Hexagonal	
Grupo espacial	P6 ₂	
Dimensiones de la celda	a = 14.0085(3)Å	α = 90°
	b = 14.0085(3)Å	β = 90°
	c = 15.8450(4)Å	γ = 120°
Volumen	2692.8(1)Å ³	
Z	3	
Densidad (calculada)	1.46Mg/m ³	
Temperatura	293 (2)K	
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹ 2.81	
F(000)	1212	
Dimensiones del cristal/mm	0.6 x 0.25 x 0.25mm ³	
Intervalo de θ para la colección de datos	1.0-27.5°.	
Intervalo de los índices	-18 ≤ h ≤ 17, -16 ≤ k ≤ 18, -16 ≤ l ≤ 20	
Reflexiones colectadas	27429	
Reflexiones independientes	3705 [R(int) = 0.0192]	
Reflexiones observadas [F > 4σ(F)]	2528	
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²	
Datos /restricciones /parámetros	3705 / 1 / 210	
Índices finales de R > [I > 2σ(I)] (%)	R1 = 0.066, wR2 = 0.208	
Índices de R (todos los datos) (%)	R1 = 0.102, wR2 = 0.183	

$$R_{\text{int}} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$

Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Br}_2$. $U(\text{eq})$ es de finido como un tercio de l tensor U_{ij} ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	U_{eq}
<i>C(2A)</i>	132 (5)	4579 (7)	2075 (6)	700 (2)
<i>C(5A)</i>	518 (7)	3260 (8)	2364 (6)	790 (2)
<i>C(4A)</i>	496 (6)	3372 (7)	1501 (6)	730 (2)
<i>C(12A)</i>	758 (12)	2492 (12)	2831 (8)	1180 (4)
<i>C(11A)</i>	723 (10)	2736 (9)	828 (7)	890 (3)
<i>C(2)</i>	-936 (5)	3098 (5)	-758 (4)	529 (15)
<i>C(5)</i>	167 (7)	2874 (8)	-1590 (6)	750 (2)
<i>C(4)</i>	778 (6)	3816 (8)	-1158 (5)	680 (2)
<i>C(12)</i>	501 (10)	2315 (14)	-2260 (10)	1360 (6)
<i>C(11)</i>	1964 (7)	4589 (9)	-1146 (8)	930 (3)
<i>C(7)</i>	-1860 (5)	3006 (6)	-294 (4)	528 (15)
<i>C(10)</i>	-3532 (5)	2494 (7)	163 (5)	613 (18)
<i>C(9)</i>	-2770 (6)	3477 (6)	549 (5)	621 (18)
<i>C(14)</i>	-4755 (7)	1764 (10)	262 (7)	940 (3)
<i>C(13)</i>	-2988 (7)	4120 (8)	1173 (7)	800 (3)
<i>N(3A)</i>	251 (5)	4177 (5)	1343 (4)	618 (15)
<i>N(1A)</i>	302 (6)	4020 (7)	2733 (5)	810 (2)
<i>N(3)</i>	50 (5)	3949 (5)	-598 (4)	579 (14)
<i>N(1)</i>	-900 (5)	2409 (6)	-1340 (5)	703 (17)
<i>N(8)</i>	-1719 (4)	3787 (5)	232 (4)	550 (13)
<i>N(6)</i>	-2934 (5)	2209 (5)	-356 (4)	613 (15)
<i>Br(1)</i>	6356 (9)	6635.9 (8)	1544.6 (6)	885 (4)
<i>Ni(1)</i>	0	5000	329.2 (8)	541 (3)

❖ Longitudes de enlace (Å) del [Ni(bis-dmiz)₃] Br₂

<i>C(2A)-N(3A)</i>	1.335 (11)	<i>C(4)-C(11)</i>	1.462 (12)
<i>C(2A)-N(1A)</i>	1.396 (12)	<i>C(7)-N(8)</i>	1.310 (9)
<i>C(5A)-N(1A)</i>	1.375 (13)	<i>C(7)-N(6)</i>	1.357 (9)
<i>C(5A)-C(4A)</i>	1.378 (13)	<i>C(10)-N(6)</i>	1.367 (9)
<i>C(5A)-C(12A)</i>	1.476 (15)	<i>C(10)-C(9)</i>	1.393 (11)
<i>C(4A)-N(3A)</i>	1.356 (11)	<i>C(10)-C(14)</i>	1.501 (11)
<i>C(4A)-C(11A)</i>	1.522 (14)	<i>C(9)-N(8)</i>	1.403 (9)
<i>C(2)-N(3)</i>	1.321 (9)	<i>C(9)-C(13)</i>	1.468 (12)
<i>C(2)-N(1)</i>	1.354 (9)	<i>N(3A)-Ni(1)</i>	2.107 (6)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.437 (10)	<i>N(3)-Ni(1)</i>	2.105 (6)
<i>C(5)-C(4)</i>	1.346 (12)	<i>N(8)-Ni(1)</i>	2.150 (5)
<i>C(5)-N(1)</i>	1.357 (11)	<i>C(4)-N(3)</i>	1.432 (10)
<i>C(5)-C(12)</i>	1.526 (14)		

❖ Ángulos de enlace (°) del [Ni(bis-dmiz)₃] Br₂

<i>N(3A)-C(2A)-N(1A)</i>	108.6 (8)	<i>C(2A)-N(3A)-C(4A)</i>	109.1 (7)
<i>N(1A)-C(5A)-C(4A)</i>	107.9 (8)	<i>C(2A)-N(3A)-Ni(1)</i>	109.9 (6)
<i>N(1A)-C(5A)-C(12A)</i>	124.6 (9)	<i>C(4A)-N(3A)-Ni(1)</i>	140.9 (6)
<i>C(4A)-C(5A)-C(12A)</i>	127.4 (10)	<i>C(5A)-N(1A)-C(2A)</i>	106.4 (8)
<i>N(3A)-C(4A)-C(5A)</i>	107.9 (9)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	104.7 (6)
<i>N(3A)-C(4A)-C(11A)</i>	124.8 (8)	<i>C(2)-N(3)-Ni(1)</i>	112.3 (5)
<i>C(5A)-C(4A)-C(11A)</i>	127.3 (9)	<i>C(4)-N(3)-Ni(1)</i>	142.9 (5)
<i>N(3)-C(2)-N(1)</i>	112.3 (6)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	106.3 (7)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	118.1 (6)	<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	105.9 (6)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	129.5 (6)	<i>C(7)-N(8)-Ni(1)</i>	110.3 (4)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	109.3 (7)	<i>C(9)-N(8)-Ni(1)</i>	143.7 (5)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	130.5 (9)	<i>C(7)-N(6)-C(10)</i>	107.9 (6)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>N(3)-Ni(1)-N(3A)</i>	94.4 (2)	<i>N(3)-Ni(1)-N(8)</i>	79.2 (2)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	120.2 (9)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(8)</i>	92.8 (2)
<i>C(5)-C(4)-N(3)</i>	107.3 (7)	<i>N(6)-C(10)-C(9)</i>	105.9 (6)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	131.5 (8)	<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	121.4 (7)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	121.1 (8)	<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	132.6 (7)
<i>N(8)-C(7)-N(6)</i>	112.0 (6)	<i>C(10)-C(9)-N(8)</i>	108.4 (6)
<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	119.9 (6)	<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	127.6 (6)
<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	128.0 (6)	<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	124.0 (7)

Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3] \text{Br}_2$.

El exponente del factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma: $-2\pi^2[h^2 a^ 2U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$*

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
<i>C(2A)</i>	440 (3)	750 (5)	670 (5)	20 (4)	-30 (3)	130 (3)
<i>C(5A)</i>	710 (5)	880 (6)	740 (6)	200 (5)	10 (4)	380 (5)
<i>C(4A)</i>	560 (4)	850 (5)	800 (6)	130 (5)	90 (4)	370 (4)
<i>C(12A)</i>	1200 (9)	1420 (11)	770 (8)	230 (7)	-30 (6)	540 (8)
<i>C(11A)</i>	970 (6)	930 (6)	860 (7)	30 (5)	-70 (5)	540 (6)
<i>C(2)</i>	550 (4)	600 (4)	480 (4)	0 (3)	-20 (3)	310 (3)
<i>C(5)</i>	740 (5)	1010 (6)	680 (5)	-200 (5)	-90 (4)	580 (5)
<i>C(4)</i>	600 (4)	1020 (8)	540 (4)	80 (4)	70 (3)	500 (4)
<i>C(12)</i>	910 (9)	2020 (15)	1350 (12)	-660 (11)	-20 (7)	890 (9)
<i>C(11)</i>	700 (5)	1200 (8)	940 (8)	-90 (6)	150 (5)	520 (5)
<i>C(7)</i>	510 (3)	600 (4)	510 (4)	60 (3)	30 (3)	310 (3)
<i>C(10)</i>	480 (3)	750 (4)	590 (4)	-10 (4)	80 (3)	300 (3)
<i>C(9)</i>	500 (3)	680 (4)	620 (5)	20 (4)	120 (3)	250 (3)
<i>C(14)</i>	600 (5)	1180 (8)	850 (7)	-190 (6)	60 (4)	310 (5)
<i>C(13)</i>	570 (4)	820 (5)	960 (7)	-120 (5)	200 (4)	290 (4)
<i>N(3A)</i>	480 (3)	730 (4)	550 (4)	60 (3)	-10 (2)	230 (3)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>N(1A)</i>	660 (4)	1010 (5)	520 (4)	170 (4)	-40 (3)	240 (4)
<i>N(3)</i>	560 (3)	790 (4)	500 (3)	-20 (3)	20 (3)	420 (3)
<i>N(1)</i>	680 (4)	900 (4)	650 (4)	-160 (4)	-100 (3)	490 (3)
<i>N(8)</i>	500 (3)	600 (3)	560 (3)	-20 (3)	20 (2)	280 (2)
<i>N(6)</i>	600 (3)	650 (3)	510 (3)	-40 (3)	-20 (3)	260 (3)
<i>Br(1)</i>	1002 (7)	948 (7)	838 (7)	-16 (5)	125 (5)	588 (6)
<i>Ni(1)</i>	470 (6)	648 (7)	525 (7)	0	0	295 (5)



Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento para el compuesto $[Ni(bis-dmiz)_3] (NO_3)_2$

Fórmula empírica	C ₃₀ H ₄₂ N ₄ NiO ₆	
Peso fórmula	753.49	
Sistema cristalino	Hexagonal	
Grupo espacial	P6 ₂	
Dimensiones de la celda	a = 13.9883(5)Å	α = 90°
	b = 13.9883(5)Å	β = 90°
	c = 16.6034(6)Å	γ = 120°
Volumen	2813.6(2)Å ³	
Z	3	
Densidad (calculada)	1.334 Mg/m ³	
Temperatura	293 (2)K	
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹ 2.81	
F(000)	1188	
Dimensiones del cristal/mm	0.35 x 0.35 x 0.25 mm ³	
Intervalo de θ para la colección de datos	2.9-27.5°	
Intervalo de los índices	-187 ≤ h ≤ 17, -18 ≤ k ≤ 18, -20 ≤ l ≤ 21	
Reflexiones colectadas	24406	
Reflexiones independientes	4274 [R(int) = 0.0192]	
Reflexiones observadas [F > 4σ(F)]	2510	
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²	
Datos /restricciones /parámetros	4279/ 1 / 231	
Índices finales de R > [I > 2σ(I)] (%)	R1 = 0.051, wR2 = 0.134	
Índices de R (todos los datos) (%)	R1 = 0.128, wR2 = 0.219	

$$R_{int} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$



Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$. U (eq) es definido como un tercio del tensor U_{ij} ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> (eq)
C(2)	6883(5)	898(5)	425(3)	70(1)
C(5)	6990(7)	-228(6)	-431(4)	89(2)
C(4)	6112(6)	-807(5)	58(4)	80(2)
C(7)	7009(5)	1836(5)	877(4)	70(1)
C(10)	7565(6)	3469(5)	1348(5)	87(2)
C(9)	6606(6)	2748(5)	1714(4)	76(2)
C(12)	7473(10)	-541(8)	-1118(7)	131(4)
C(11)	5337(7)	-2017(6)	76(5)	107(2)
C(14)	8333(8)	4706(6)	1444(8)	123(3)
C(13)	5983(6)	2969(6)	2337(5)	99(2)
C(2A)	5433(6)	-130(4)	3164(5)	82(2)
C(5A)	6731(8)	-527(7)	3444(6)	104(2)
C(4A)	6608(6)	-527(5)	2638(5)	85(2)
C(12A)	7532(11)	-754(12)	3921(7)	160(5)
C(11A)	7211(8)	-796(8)	1965(6)	112(3)
N(3)	6029(4)	-96(4)	582(3)	69(1)
N(1)	7482(4)	852(4)	-182(4)	82(1)
N(8)	6263(4)	1711(3)	1407(3)	68(1)
N(6)	7813(4)	2881(4)	819(3)	79(1)
N(3A)	5799(5)	-264(4)	2458(3)	77(1)
N(1A)	5984(6)	-289(5)	3771(4)	97(2)
N(22)	3517(7)	3764(7)	2568(5)	112(2)
Ni(1)	5000	0	1492(1)	66(1)
O(23)	4187(8)	3766(10)	2099(5)	176(4)
O(24)	2786(6)	3829(8)	2288(5)	150(3)
O(25)	3577(10)	3748(10)	3290(5)	191(4)

❖ *Longitudes de enlace (Å) del [Ni(bis-dmiz)₃] (NO₃)₂*

<i>C(2)-N(1)</i>	1.333(8)	<i>C(2A)-N(1A)</i>	1.354(9)
<i>C(2)-N(3)</i>	1.330(8)	<i>C(2A)-C(2A)</i>	1.428(15)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.442(8)	<i>C(5A)-C(4A)</i>	1.349(11)
<i>C(5)-C(4)</i>	1.353(10)	<i>C(5A)-N(1A)</i>	1.357(11)
<i>C(5)-N(1)</i>	1.374(9)	<i>C(5A)-C(12A)</i>	1.530(13)
<i>C(5)-C(12)</i>	1.498(11)	<i>C(4A)-N(3A)</i>	1.387(10)
<i>C(4)-N(3)</i>	1.369(8)	<i>C(4A)-C(11A)</i>	1.555(12)
<i>C(4)-C(11)</i>	1.485(10)	<i>N(3)-Ni(1)</i>	2.136(5)
<i>C(7)-N(8)</i>	1.309(8)	<i>N(8)-Ni(1)</i>	2.154(4)
<i>C(7)-N(6)</i>	1.329(8)	<i>N(3A)-Ni(1)</i>	2.091(5)
<i>C(10)-C(9)</i>	1.354(10)	<i>N(22)-O(24)</i>	1.168(9)
<i>C(10)-N(6)</i>	1.361(9)	<i>N(22)-O(25)</i>	1.203(11)
<i>C(10)-C(14)</i>	1.522(10)	<i>N(22)-O(23)</i>	1.217(10)
<i>C(9)-N(8)</i>	1.379(7)	<i>Ni(1)-N(3A)</i>	2.091(5)
<i>C(9)-C(13)</i>	1.481(10)	<i>Ni(1)-N(3)</i>	2.136(5)
<i>C(2A)-N(3A)</i>	1.330(10)	<i>Ni(1)-N(8)</i>	2.154(4)

❖ *Ángulos de enlace (°) del [Ni(bis-dmiz)₃] (NO₃)₂*

<i>N(1)-C(2)-N(3)</i>	110.8(5)	<i>C(4)-N(3)-Ni(1)</i>	143.1(4)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	130.1(5)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	107.5(5)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	119.1(5)	<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	105.9(5)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	106.4(5)	<i>C(7)-N(8)-Ni(1)</i>	110.4(4)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	133.6(7)	<i>C(9)-N(8)-Ni(1)</i>	143.7(4)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	120.0(7)	<i>C(7)-N(6)-C(10)</i>	106.7(6)
<i>C(5)-C(4)-N(3)</i>	109.2(6)	<i>C(2A)-N(3A)-C(4A)</i>	105.7(6)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	128.4(6)	<i>C(2A)-N(3A)-Ni(1)</i>	111.9(5)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	122.5(6)	<i>C(4A)-N(3A)-Ni(1)</i>	142.4(5)
<i>N(8)-C(7)-N(6)</i>	112.0(6)	<i>C(2A)-N(1A)-C(5A)</i>	108.3(7)

<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	120.1(5)	<i>O(24)-N(22)-O(25)</i>	118.1(9)
<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	127.9(6)	<i>O(24)-N(22)-O(23)</i>	116.6(9)
<i>C(9)-C(10)-N(6)</i>	107.2(5)	<i>O(25)-N(22)-O(23)</i>	125.3(9)
<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	132.3(7)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(3A)</i>	79.8(3)
<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	120.4(7)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(3)</i>	95.4(2)
<i>C(10)-C(9)-N(8)</i>	108.1(6)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(8)</i>	93.9(2)
<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	128.7(6)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(8)</i>	91.9(2)
<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	123.1(6)	<i>N(3)-Ni(1)-N(8)</i>	79.61(19)
<i>N(3A)-C(2A)-N(1A)</i>	110.0(6)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(8)</i>	91.9(2)
<i>N(3A)-C(2A)-C(2A)</i>	118.1(4)	<i>N(3A)-Ni(1)-N(8)</i>	93.9(2)
<i>N(1A)-C(2A)-C(2A)</i>	131.9(5)	<i>C(5A)-C(4A)-C(11A)</i>	129.0(8)
<i>C(4A)-C(5A)-N(1A)</i>	106.5(7)	<i>N(3A)-C(4A)-C(11A)</i>	121.5(6)
<i>C(4A)-C(5A)-C(12A)</i>	128.3(10)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	106.1(5)
<i>N(1A)-C(5A)-C(12A)</i>	125.2(9)	<i>C(2)-N(3)-Ni(1)I</i>	110.7(4)
<i>C(5A)-C(4A)-N(3A)</i>	109.5(8)		

*Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^{-3}$) de l compuesto $[\text{Ni}(\text{bis-dmiz})_3](\text{NO}_3)_2$. El exponente del factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma: $-2\pi^2[h^2a^*2U^{11} + \dots + 2hk a^* b^* U^{12}]$*

	<i>U11</i>	<i>U22</i>	<i>U33</i>	<i>U23</i>	<i>U13</i>	<i>U12</i>
<i>C(2)</i>	78(4)	66(3)	64(3)	4(3)	0(3)	37(3)
<i>C(5)</i>	106(5)	84(4)	87(4)	-6(3)	11(4)	56(4)
<i>C(4)</i>	100(5)	73(4)	74(4)	-1(3)	2(3)	50(4)
<i>C(7)</i>	74(4)	66(3)	68(3)	1(3)	-5(3)	34(3)
<i>C(10)</i>	94(4)	64(3)	96(5)	-11(3)	-7(4)	34(3)
<i>C(9)</i>	83(4)	65(3)	79(4)	-11(3)	-10(3)	36(3)
<i>C(12)</i>	158(8)	99(6)	131(8)	-9(5)	38(7)	61(6)
<i>C(11)</i>	120(6)	78(4)	114(6)	-23(4)	7(5)	42(4)
<i>C(14)</i>	113(6)	68(4)	157(8)	-13(5)	12(6)	23(4)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(13)</i>	96(5)	76(4)	125(6)	-21(4)	6(4)	42(4)
<i>C(2A)</i>	91(4)	56(3)	80(4)	2(3)	-12(4)	22(3)
<i>C(5A)</i>	103(6)	86(5)	116(7)	4(4)	-27(5)	42(4)
<i>C(4A)</i>	90(5)	70(4)	89(5)	-4(3)	-14(4)	35(3)
<i>C(12A)</i>	184(11)	193(12)	132(10)	-18(8)	-61(8)	117(10)
<i>C(11A)</i>	111(6)	122(6)	118(6)	-20(5)	-18(5)	69(5)
<i>N(3)</i>	81(3)	62(3)	69(3)	0(2)	1(2)	39(2)
<i>N(1)</i>	89(3)	73(3)	83(3)	7(3)	15(3)	39(3)
<i>N(8)</i>	67(3)	54(2)	79(3)	0(2)	-2(2)	28(2)
<i>N(6)</i>	73(3)	68(3)	86(3)	6(3)	5(2)	28(3)
<i>N(3A)</i>	86(3)	69(3)	70(3)	2(2)	-8(3)	34(3)
<i>N(1A)</i>	115(5)	89(4)	70(3)	0(3)	-15(3)	37(4)
<i>N(22)</i>	129(6)	151(6)	93(5)	-10(4)	-11(4)	98(5)
<i>Ni(1)</i>	75(1)	57(1)	66(1)	0	0	33(1)
<i>O(23)</i>	178(8)	293(11)	135(6)	-37(7)	-2(5)	176(9)
<i>O(24)</i>	127(5)	220(8)	128(5)	17(5)	8(4)	105(6)
<i>O(25)</i>	295(12)	289(12)	108(6)	-15(6)	-27(6)	235(11)

❖ $[Cu(\text{Bis-dmiz})_2Cl]NO_3 \cdot H_2O$

Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento del compuesto $[Cu(\text{bis-dmiz})_2Cl]NO_3 \cdot H_2O$

Fórmula empírica	C ₂₀ H ₃₀ Cl Cu N ₉ O ₄
Peso fórmula	559.52
Sistema cristalino	Triclínico
Grupo espacial	P-1
Dimensiones de la celda	a = 10.2980(7) Å α = 66.289(6)° b = 11.2180(8) Å β = 85.453(5)° c = 13.9220(8) Å γ = 64.279(7)°
Volumen	1317.77(15) Å ³
Z	2
Densidad (calculada)	1.410 Mg/m ³
Temperatura	293 (2) K
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹
F(000)	582
Dimensiones del cristal/mm	0.5687 x 0.3456 x 0.0755 mm ³
Intervalo de θ para la colección de datos	3.18 to 24.71°
Intervalo de los índices	-12 ≤ h ≤ 10, -12 ≤ k ≤ 9, -16 ≤ l ≤ 16
Reflexiones colectadas	8846
Reflexiones independientes	4249 [R(int) = 0.0217]
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²
Datos /restricciones /parámetros	4249 / 0 / 336
Goodness-of-fit sobre F²	1.082
Índices finales de R > [I > 2σ(I)] (%)	R1 = 0.0411, wR2 = 0.1258
Índices de R (todos los datos) (%)	R1 = 0.0516, wR2 = 0.1292

$$R_{\text{int}} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$

Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ U(eq) es definido como un tercio del tensor U_{ij} ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U(eq)</i>
<i>C(2)</i>	4041(4)	1981(4)	9642(3)	38(1)
<i>C(2A)</i>	4817(3)	5513(4)	6151(2)	35(1)
<i>C(4)</i>	2812(4)	1397(4)	8868(3)	43(1)
<i>C(4A)</i>	6981(4)	3942(4)	6133(3)	41(1)
<i>C(5)</i>	2489(4)	1064(4)	9887(3)	45(1)
<i>C(5A)</i>	6886(4)	5287(4)	5532(3)	44(1)
<i>C(7)</i>	5044(4)	2524(4)	9735(2)	38(1)
<i>C(7A)</i>	3366(3)	6013(4)	6437(2)	36(1)
<i>C(9)</i>	6563(4)	3434(4)	9225(3)	41(1)
<i>C(9A)</i>	1500(4)	5849(4)	7170(3)	41(1)
<i>C(10)</i>	6445(4)	3219(4)	10249(3)	46(1)
<i>C(10A)</i>	1143(4)	7285(4)	6660(3)	44(1)
<i>C(11)</i>	2261(5)	1214(5)	8007(3)	61(1)
<i>C(11A)</i>	8234(4)	2503(5)	6390(3)	61(1)
<i>C(12)</i>	1486(5)	451(5)	10467(4)	67(1)
<i>C(12A)</i>	7977(5)	5767(5)	4954(4)	66(1)
<i>C(13)</i>	7497(5)	4042(5)	8502(3)	62(1)
<i>C(13A)</i>	595(4)	5144(5)	7818(4)	69(1)
<i>C(14)</i>	7140(5)	3490(6)	10985(3)	68(1)
<i>C(14A)</i>	-183(4)	8612(5)	6580(4)	68(1)
<i>N(01)</i>	6305(4)	-2146(3)	7219(3)	51(1)
<i>N(1)</i>	3277(3)	1439(3)	10359(2)	46(1)
<i>N(1A)</i>	5519(3)	6259(3)	5554(2)	42(1)
<i>N(3)</i>	3786(3)	1983(3)	8724(2)	39(1)
<i>N(3A)</i>	5660(3)	4103(3)	6520(2)	37(1)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>N(6)</i>	5463(3)	2643(4)	10561(2)	46(1)
<i>N(6A)</i>	2344(3)	7374(3)	6188(2)	40(1)
<i>N(8)</i>	5684(3)	2991(3)	8902(2)	39(1)
<i>N(8A)</i>	2904(3)	5049(3)	7028(2)	37(1)
<i>O(01)</i>	7091(3)	-2543(3)	8020(2)	61(1)
<i>O(02)</i>	6775(4)	-2002(4)	6357(2)	73(1)
<i>O(1W)</i>	3306(5)	9464(4)	5344(3)	101(1)
<i>O(03)</i>	5007(3)	-1894(4)	7295(2)	73(1)
<i>Cu(1)</i>	4767(1)	2924(1)	7567(1)	39(1)
<i>Cl(1)</i>	5635(1)	1111(1)	7004(1)	63(1)

❖ *Longitudes de enlace (Å) del [Cu(bis-dmiz)₂Cl] NO₃ · H₂O*

<i>C(2)-N(3)</i>	1.324(4)	<i>C(7A)-N(6A)</i>	1.341(4)
<i>C(2)-N(1)</i>	1.337(4)	<i>C(9)-C(10)</i>	1.351(5)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.444(5)	<i>C(9)-N(8)</i>	1.379(4)
<i>C(2A)-N(3A)</i>	1.321(4)	<i>C(9)-C(13)</i>	1.507(5)
<i>C(2A)-N(1A)</i>	1.336(4)	<i>C(9A)-C(10A)</i>	1.357(5)
<i>C(2A)-C(7A)</i>	1.436(5)	<i>C(9A)-N(8A)</i>	1.381(4)
<i>C(4)-C(5)</i>	1.367(5)	<i>C(9A)-C(13A)</i>	1.498(5)
<i>C(4)-N(3)</i>	1.384(4)	<i>C(10)-N(6)</i>	1.378(5)
<i>C(4)-C(11)</i>	1.485(5)	<i>C(10)-C(14)</i>	1.488(5)
<i>C(4A)-C(5A)</i>	1.362(5)	<i>C(10A)-N(6A)</i>	1.377(4)
<i>C(4A)-N(3A)</i>	1.387(4)	<i>C(10A)-C(14A)</i>	1.490(5)
<i>C(4A)-C(11A)</i>	1.483(5)	<i>N(01)-O(02)</i>	1.234(4)
<i>C(5)-N(1)</i>	1.368(5)	<i>N(01)-O(01)</i>	1.236(4)
<i>C(5)-C(12)</i>	1.493(5)	<i>N(01)-O(03)</i>	1.245(4)
<i>C(5A)-N(1A)</i>	1.364(5)	<i>N(3)-Cu(1)</i>	2.007(3)
<i>C(5A)-C(12A)</i>	1.495(5)	<i>N(3A)-Cu(1)</i>	2.003(3)
<i>C(7)-N(8)</i>	1.320(4)	<i>N(8)-Cu(1)</i>	2.191(3)

<i>C(7)-N(6)</i>	1.334(4)	<i>N(8A)-Cu(1)</i>	2.179(3)
<i>C(7A)-N(8A)</i>	1.319(4)	<i>Cu(1)-Cl(1)</i>	2.2680(10)

Ángulos de enlace (°) del [Cu(bis-dmiz)₂Cl] NO₃ · H₂O

<i>N(3)-C(2)-N(1)</i>	110.9(3)	<i>N(8A)-C(7A)-C(2A)</i>	119.0(3)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	118.9(3)	<i>N(6A)-C(7A)-C(2A)</i>	129.2(3)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	130.3(3)	<i>C(10)-C(9)-N(8)</i>	109.7(3)
<i>N(3A)-C(2A)-N(1A)</i>	110.9(3)	<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	127.7(3)
<i>N(3A)-C(2A)-C(7A)</i>	118.8(3)	<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	122.6(3)
<i>N(1A)-C(2A)-C(7A)</i>	130.3(3)	<i>C(10A)-C(9A)-N(8A)</i>	109.7(3)
<i>C(5)-C(4)-N(3)</i>	108.4(3)	<i>C(10A)-C(9A)-C(13A)</i>	128.4(3)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	129.2(3)	<i>N(8A)-C(9A)-C(13A)</i>	121.9(3)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	122.4(3)	<i>C(9)-C(10)-N(6)</i>	105.8(3)
<i>C(5A)-C(4A)-N(3A)</i>	108.3(3)	<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	132.4(4)
<i>C(5A)-C(4A)-C(11A)</i>	129.2(3)	<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	121.8(3)
<i>N(3A)-C(4A)-C(11A)</i>	122.6(3)	<i>C(9A)-C(10A)-N(6A)</i>	106.0(3)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	106.4(3)	<i>C(9A)-C(10A)-C(14A)</i>	132.7(4)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	131.8(4)	<i>N(6A)-C(10A)-C(14A)</i>	121.3(3)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	121.7(3)	<i>O(02)-N(01)-O(01)</i>	121.7(4)
<i>C(4A)-C(5A)-N(1A)</i>	106.7(3)	<i>O(02)-N(01)-O(03)</i>	119.7(4)
<i>C(4A)-C(5A)-C(12A)</i>	131.6(4)	<i>O(01)-N(01)-O(03)</i>	118.6(3)
<i>N(1A)-C(5A)-C(12A)</i>	121.7(4)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	108.0(3)
<i>N(8)-C(7)-N(6)</i>	111.4(3)	<i>C(2A)-N(1A)-C(5A)</i>	107.9(3)
<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	118.7(3)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	106.3(3)
<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	130.0(3)	<i>C(2)-N(3)-Cu(1)</i>	113.6(2)
<i>N(8A)-C(7A)-N(6A)</i>	111.8(3)	<i>C(4)-N(3)-Cu(1)</i>	139.8(2)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(2A)-N(3A)-C(4A)</i>	106.2(3)	<i>N(3A)-Cu(1)-N(3)</i>	170.41(11)
<i>C(2A)-N(3A)-Cu(1)</i>	113.1(2)	<i>N(3A)-Cu(1)-N(8A)</i>	80.71(10)
<i>C(4A)-N(3A)-Cu(1)</i>	140.1(2)	<i>N(3)-Cu(1)-N(8A)</i>	93.63(11)
<i>C(7)-N(6)-C(10)</i>	107.6(3)	<i>N(3A)-Cu(1)-N(8)</i>	92.61(11)
<i>C(7A)-N(6A)-C(10A)</i>	107.1(3)	<i>N(3)-Cu(1)-N(8)</i>	80.49(10)
<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	105.5(3)	<i>N(8A)-Cu(1)-N(8)</i>	98.36(10)
<i>C(7)-N(8)-Cu(1)</i>	107.9(2)	<i>N(3A)-Cu(1)-Cl(1)</i>	95.17(8)
<i>C(9)-N(8)-Cu(1)</i>	146.2(2)	<i>N(3)-Cu(1)-Cl(1)</i>	94.33(9)
<i>C(7A)-N(8A)-C(9A)</i>	105.3(3)	<i>N(8A)-Cu(1)-Cl(1)</i>	133.92(8)
<i>C(7A)-N(8A)-Cu(1)</i>	107.3(2)	<i>N(8)-Cu(1)-Cl(1)</i>	127.72(8)
<i>C(9A)-N(8A)-Cu(1)</i>	146.1(2)		

*Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) de la compuesto del $[\text{Cu}(\text{bis-dmiz})_2\text{Cl}]\text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. El exponente del factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma: $-2\pi^2[h^2a^{*2}U11 + \dots + 2hk a^* b^* U12]$*

	<i>U11</i>	<i>U22</i>	<i>U33</i>	<i>U23</i>	<i>U13</i>	<i>U12</i>
<i>C(2)</i>	38(2)	37(2)	39(2)	-12(2)	5(2)	-18(2)
<i>C(2A)</i>	37(2)	36(2)	31(2)	-12(1)	3(1)	-16(2)
<i>C(4)</i>	44(2)	34(2)	49(2)	-10(2)	-2(2)	-20(2)
<i>C(4A)</i>	37(2)	49(2)	37(2)	-19(2)	8(2)	-18(2)
<i>C(5)</i>	42(2)	39(2)	49(2)	-8(2)	0(2)	-21(2)
<i>C(5A)</i>	36(2)	58(2)	39(2)	-20(2)	8(2)	-22(2)
<i>C(7)</i>	42(2)	39(2)	34(2)	-14(2)	3(2)	-19(2)
<i>C(7A)</i>	35(2)	35(2)	34(2)	-11(1)	2(1)	-15(2)
<i>C(9)</i>	42(2)	41(2)	43(2)	-17(2)	2(2)	-21(2)
<i>C(9A)</i>	33(2)	40(2)	48(2)	-16(2)	5(2)	-16(2)
<i>C(10)</i>	46(2)	52(2)	47(2)	-24(2)	2(2)	-24(2)

DATOS CRISTALOGRAFICOS

<i>C(10A)</i>	33(2)	40(2)	49(2)	-14(2)	1(2)	-12(2)
<i>C(11)</i>	73(3)	65(3)	59(2)	-21(2)	0(2)	-45(2)
<i>C(11A)</i>	45(2)	60(3)	68(3)	-27(2)	13(2)	-13(2)
<i>C(12)</i>	60(3)	68(3)	72(3)	-16(2)	11(2)	-40(2)
<i>C(12A)</i>	53(2)	86(3)	67(3)	-29(2)	22(2)	-42(2)
<i>C(13)</i>	75(3)	77(3)	60(2)	-30(2)	15(2)	-54(3)
<i>C(13A)</i>	44(2)	50(3)	96(3)	-17(2)	26(2)	-22(2)
<i>C(14)</i>	70(3)	92(4)	67(3)	-46(3)	3(2)	-44(3)
<i>C(14A)</i>	45(2)	45(2)	93(3)	-23(2)	10(2)	-9(2)
<i>N(01)</i>	68(2)	43(2)	49(2)	-19(2)	19(2)	-30(2)
<i>N(1)</i>	47(2)	51(2)	36(2)	-10(1)	6(1)	-26(2)
<i>N(1A)</i>	43(2)	39(2)	43(2)	-12(1)	9(1)	-21(2)
<i>N(3)</i>	46(2)	39(2)	36(1)	-12(1)	3(1)	-24(1)
<i>N(3A)</i>	37(2)	36(2)	37(1)	-15(1)	4(1)	-14(1)
<i>N(6)</i>	50(2)	59(2)	36(2)	-20(2)	8(1)	-29(2)
<i>N(6A)</i>	37(2)	32(2)	43(2)	-9(1)	2(1)	-13(1)
<i>N(8)</i>	43(2)	41(2)	38(2)	-15(1)	4(1)	-23(1)
<i>N(8A)</i>	35(2)	37(2)	39(1)	-13(1)	6(1)	-18(1)
<i>O(01)</i>	61(2)	58(2)	59(2)	-26(1)	2(2)	-19(2)
<i>O(02)</i>	103(2)	80(2)	60(2)	-37(2)	39(2)	-59(2)
<i>O(1W)</i>	131(3)	97(3)	74(2)	11(2)	-18(2)	-85(3)
<i>O(03)</i>	62(2)	105(3)	58(2)	-32(2)	14(2)	-43(2)
<i>Cu(1)</i>	48(1)	36(1)	38(1)	-15(1)	10(1)	-23(1)
<i>Cl(1)</i>	89(1)	42(1)	65(1)	-29(1)	21(1)	-28(1)



Datos cristalográficos y parámetros de refinamiento del compuesto *[Zn(bis-dmiz)Cl₂] CH₃OH*

Fórmula empírica	C ₁₁ H ₁₈ Cl ₂ Zn N ₄ O	
Peso fórmula	358.56	
Sistema cristalino	Ortorómbico	
Grupo espacial	Pna2 ₁	
Dimensiones de la celda	a = 18.4237(5) Å	α = 90°
	b = 11.7303(3) Å	β = 90°
	c = 7.2682(2) Å	γ = 90°
Volumen	1570.77(7) Å ³	
Z	4	
Densidad (calculada)	1.516 Mg/m ³	
Temperatura	115(2) K	
Radiación	μ(Mo-Kα)/mm ⁻¹ 0.71073	
F(000)	736	
Dimensiones del cristal/mm	0.4759x0.1403x0.1047mm ³	
Intervalo de θ para la colección de datos	3.30 to 26.06°.	
Intervalo de los índices	-17<=h<=22, -11<=k<=14, -6<=l<=8	
Reflexiones colectadas	5060	
Reflexiones independientes	2361 [R(int) = 0.0192]	
Método de refinamiento	Mínimos cuadrados sobre la matriz completa F ²	
Datos /restricciones /parámetros	2361 / 67 / 88	
Goodness-of-fit sobre F²	1.086	
Índices finales de R>[I>2σ(I)](%)	R1 = 0.0443, wR2 = 0.0976	
Índices de R (todos los datos)(%)	R1 = 0.0558, wR2 = 0.1061	

$$R_{\text{int}} = \frac{\sum |F_o^2 - \langle F_o^2 \rangle|}{\sum F_o^2}, \quad R_1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|}, \quad wR_2 = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum w(F_o^2)^2}}, \quad S = \sqrt{\frac{\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2}{m-n}}$$

Coordenadas atómicas ($\times 10^4$) y parámetros de desplazamiento isotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto $[\text{Zn}(\text{bis-dmiz})\text{Cl}_2] \cdot \text{CH}_3\text{OH}$. $U(\text{eq})$ es definido como un tercio del tensor U_{ij} ortogonalizado.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U(eq)</i>
C(02)	241(3)	-4601(4)	6081(14)	26(1)
C(2)	-54(2)	40(4)	6230(20)	26(1)
C(4)	-823(2)	1445(4)	6210(20)	26(1)
C(5)	-1216(2)	463(4)	6230(20)	26(1)
C(7)	655(2)	-485(4)	6220(20)	26(1)
C(9)	1829(2)	-517(4)	6190(20)	26(1)
C(10)	1599(2)	-1629(4)	6169(17)	26(1)
C(11)	-1066(2)	2651(4)	6371(13)	26(1)
C(12)	-2010(2)	259(4)	6319(15)	26(1)
C(13)	2584(2)	-52(4)	6078(14)	26(1)
C(14)	2000(3)	-2722(4)	6430(11)	26(1)
N(1)	-719(2)	-412(3)	6173(17)	26(1)
N(3)	-85(2)	1164(3)	6193(15)	26(1)
N(6)	851(2)	-1587(3)	6190(18)	26(1)
N(8)	1234(2)	182(3)	6205(17)	26(1)
Cl(1)	1221(2)	2782(3)	8746(3)	63(1)
Cl(2)	1221(2)	2775(3)	3644(3)	62(1)
Zn(1)	934(1)	1864(1)	6221(4)	24(1)
O(01)	-186(2)	3596(3)	2254(7)	26(1)

❖ Longitudes de enlace (Å) de [Zn(bis-dmiz)Cl₂] CH₃OH

<i>C(02)-O(01)#1</i>	1.458(8)	<i>C(9)-N(8)</i>	1.370(6)
<i>C(2)-N(3)</i>	1.321(6)	<i>C(9)-C(10)</i>	1.371(6)
<i>C(2)-N(1)</i>	1.336(6)	<i>C(9)-C(13)</i>	1.497(6)
<i>C(2)-C(7)</i>	1.443(6)	<i>C(10)-N(6)</i>	1.379(6)
<i>C(4)-C(5)</i>	1.361(6)	<i>C(10)-C(14)</i>	1.492(6)
<i>C(4)-N(3)</i>	1.398(6)	<i>N(3)-Zn(1)</i>	2.050(4)
<i>C(4)-C(11)</i>	1.488(6)	<i>N(8)-Zn(1)</i>	2.049(4)
<i>C(5)-N(1)</i>	1.376(6)	<i>Cl(1)-Zn(1)</i>	2.193(4)
<i>C(5)-C(12)</i>	1.485(6)	<i>Cl(2)-Zn(1)</i>	2.221(4)
<i>C(7)-N(8)</i>	1.323(6)	<i>O(01)-C(02)#2</i>	1.458(8)
<i>C(7)-N(6)</i>	1.342(6)		

❖ Ángulos de enlace (°) del [Zn(bis-dmiz)Cl₂] CH₃OH

<i>N(3)-C(2)-N(1)</i>	110.8(4)	<i>C(9)-C(10)-C(14)</i>	131.5(5)
<i>N(3)-C(2)-C(7)</i>	117.8(4)	<i>N(6)-C(10)-C(14)</i>	121.6(4)
<i>N(1)-C(2)-C(7)</i>	131.3(4)	<i>C(2)-N(1)-C(5)</i>	108.2(4)
<i>C(5)-C(4)-N(3)</i>	108.5(4)	<i>C(2)-N(3)-C(4)</i>	106.2(4)
<i>C(5)-C(4)-C(11)</i>	130.0(4)	<i>C(2)-N(3)-Zn(1)</i>	111.0(3)
<i>N(3)-C(4)-C(11)</i>	121.2(4)	<i>C(4)-N(3)-Zn(1)</i>	142.8(3)
<i>C(4)-C(5)-N(1)</i>	106.1(4)	<i>C(7)-N(6)-C(10)</i>	107.7(4)
<i>C(4)-C(5)-C(12)</i>	131.4(4)	<i>C(7)-N(8)-C(9)</i>	107.0(4)
<i>N(1)-C(5)-C(12)</i>	122.5(4)	<i>C(7)-N(8)-Zn(1)</i>	110.6(3)
<i>N(8)-C(7)-N(6)</i>	110.6(4)	<i>C(9)-N(8)-Zn(1)</i>	142.4(3)
<i>N(8)-C(7)-C(2)</i>	118.5(4)	<i>N(8)-Zn(1)-N(3)</i>	82.04(15)
<i>N(6)-C(7)-C(2)</i>	130.9(4)	<i>N(8)-Zn(1)-Cl(1)</i>	114.4(3)
<i>N(8)-C(9)-C(10)</i>	108.8(4)	<i>N(3)-Zn(1)-Cl(1)</i>	115.2(3)

<i>N(8)-C(9)-C(13)</i>	121.8(4)	<i>N(8)-Zn(1)-Cl(2)</i>	113.3(3)
<i>C(10)-C(9)-C(13)</i>	129.3(4)	<i>N(3)-Zn(1)-Cl(2)</i>	113.7(3)
<i>C(9)-C(10)-N(6)</i>	106.0(4)	<i>Cl(1)-Zn(1)-Cl(2)</i>	114.34(7)

Transformación de simetría usada para generar los átomos equivalentes:

#1 -x,-y,z+1/2 #2 -x,-y,z-1/2

Parámetros de desplazamiento anisotrópico ($\text{Å}^2 \times 10^3$) del compuesto [Zn(bis-dmiz)Cl₂] CH₃OH. El exponente de la factor de desplazamiento anisotrópico toma la forma:
 $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	<i>U11</i>	<i>U22</i>	<i>U33</i>	<i>U23</i>	<i>U13</i>	<i>U12</i>
<i>C(02)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(2)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(4)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(5)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(7)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(9)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(10)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(11)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(12)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(13)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>C(14)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>N(1)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>N(3)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>N(6)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>N(8)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)
<i>Cl(1)</i>	85(3)	34(2)	69(2)	-19(2)	-53(2)	12(2)
<i>Cl(2)</i>	94(3)	25(2)	67(2)	9(2)	49(2)	-6(2)
<i>Zn(1)</i>	21(1)	15(1)	35(1)	0(1)	2(1)	-2(1)
<i>O(01)</i>	26(1)	22(1)	30(1)	-3(1)	0(1)	0(1)

II.

APÉNDICE

*RADIOS DE
van der Waals*

Tabla obtenida del libro *Inorganic Chemistry: Principles of Structure and Reactivity*^[38]

Element	r_{VDW}^a	r_{ion}^b	r_{cov}^c	C (Eq. 8.4)	Element	r_{VDW}^a	r_{ion}^b	r_{cov}^c	C (Eq. 8.4)
1. H	120 ^d -145 ^e		37		39. Y		104(+3)		
2. He	180 ^e		(32)		40. Zr				
3. Li	180	90(+1)	134		41. Nb				
4. Be		59(+2)	125		42. Mo				
5. B		41(+3)	90		43. Tc				
6. C	165 ^d -170 ^e		77	35	44. Ru				
7. N	155		75	38	45. Rh				
8. O	150	126(-2)	73	45	46. Pd	160			
9. F	150-160	119(-1)	71	43	47. Ag	170	108(+1)		
10. Ne	160 ^e		(69)		48. Cd	160	109(+2)		
11. Na	230	116(+1)	154		49. In	190	94(+3)		
12. Mg	170	86(+2)	145		50. Sn	220		140	20
13. Al		68(+3)	130		51. Sb			143	31
14. Si	210		118	31	52. Te	210	207(-2)	135	27
15. P	185		110	32	53. I	195-212	206(-1)	133	26
16. S	180	170(-2)	102	29	54. Xe	220 ^e		130	
17. Cl	170-190	167(-1)	99	28	55. Cs		181(+1)		
18. Ar	190 ^e		(97)		56. Ba		149(+2)		
19. K	280	152(+1)	196		57. La		117(+3)		
20. Ca		114(+2)			71. Lu		100(+3)		
21. Sc		88(+3)			72. Hf				
22. Ti		74(+4)			73. Ta				
23. V					74. W				45
24. Cr					75. Re				45
25. Mn			139 ^f		76. Os				
26. Fe			125 ^e		77. Ir				
27. Co			126 ^e		78. Pt	170-180			
28. Ni	160		121(Td) ^h		79. Au	170	151(+1)		
			116(Sq) ^h		80. Hg	150	116(+2)		
29. Cu	140	91(+1)			81. Tl	200	102(+3)		
30. Zn	140	88(+2)	120		82. Pb	200			
31. Ga	190	76(+3)	120		83. Bi				
32. Ge			122	22	84. Po				
33. As			122	35	85. At				
34. Se	190	184(-2)	117	28	86. Rn			(145)	
35. Br	180-200	182(-1)	114	27	92. U	190			
36. Kr	200 ^e		110		Organic groups				
37. Rb		166(+1)			CH ₃	200 ⁱ			
38. Sr		132(+2)			C ₆ H ₅	170 ^{i,j}			

^a Values of van der Waals radii from Bondi, A. *J. Phys. Chem.* **1964**, *68*, 441, unless otherwise noted.

^b Ionic radii (C.N. = 6) are from Table 4.4 and are listed for comparative purposes only. For additional values, see that table.

^c Covalent radii estimated from homonuclear bond lengths where available and from selected heteronuclear bonds otherwise. Bond lengths from *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*; Sutton, L., Ed.; Spec. Publ. Nos. 11 and 18; The Chemical Society: London, 1958, 1965, except where noted. Values in parentheses are for noble gases not known to form compounds and are extrapolated from the values of neighboring nonmetals: Allen, L. C.; Huheey, J. E. *J. Inorg. Nucl. Chem.* **1980**, *42*, 1523.

^d N. L. Allinger; Hirsch, J. A.; Miller, M. A.; Tyminski, I. J.; Van-Catledge, F. A. *J. Am. Chem. Soc.* **1968**, *90*, 1199.

^e Cook, G. A. *Argon, Helium and the Rare Gases*; Wiley (Interscience): New York, 1961; Vol. 1, p 13.

^f Cotton, F. A.; Richardson, D. C. *Inorg. Chem.* **1966**, *5*, 1851.

^g Dahl, L. F.; Rodulfo de Gil, E.; Feltham, R. D. *J. Am. Chem. Soc.* **1969**, *91*, 1655.

^h Kilbourn, B. T.; Powell, H. M. *J. Chem. Soc., A*, **1970**, 1688.

ⁱ Pauling, L. *The Nature of the Chemical Bond*, 3rd ed.; Cornell University: Ithaca, NY, 1960.

^j In direction perpendicular to ring.