



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

TESIS

**“SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN
CITOTÓXICA DE COMPUESTOS DEL TIPO
[dppf-(AuSR^F)₂]”.**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

QUÍMICO

PRESENTA

ADOLFO GARCÍA HERNÁNDEZ



México, D.F.

2012



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: Profesor: Marta Eva de los Ángeles Rodríguez Pérez

VOCAL: Profesor: José Manuel Méndez Stivalet

SECRETARIO: Profesor: David Morales Morales

1er. SUPLENTE: Profesor: Margarita Chávez Martínez

2° SUPLENTE: Profesor: Carmela Crisóstomo Lucas

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA: LABORATORIO 3 DE INORGÁNICA DEL INSTITUTO DE QUÍMICA, UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

ASESOR DEL TEMA: DR. DAVID MORALES MORALES

SUPERVISOR TÉCNICO: DRA. MARICELA ARROYO GÓMEZ

SUSTENTANTE: ADOLFO GARCÍA HERNÁNDEZ

Agradecimientos

A las personas más importantes en esta vida, que sin ellos yo no estaría donde estoy, por su apoyo incondicional en esta empresa que nos hizo sufrir, llorar y ahora gozar, que gracias a ellos soy la persona que soy y que siempre me he enorgullecido de ellos, que siempre me han dado todo lo que ellos pueden y a veces más, a esas personas que sin ellas no sería nada y que con ellas soy la persona más feliz y me hacen sentir que lo puedo todo. Gracias por ser ustedes, gracias por toda una vida de consejos y ejemplos. Gracias Sra. Teresa Hernández Rivera y Sr. Juan García Rosas, gracias a ustedes por hacerme feliz, por hacerme el hombre que soy y sobre todo por confiar en mí. No me alcanzan las palabras para expresar todo lo que siento y agradecerles todo lo que me han enseñado y dado en esta vida. Gracias por ser ustedes, mi Papá y mi Mamá. Gracias por todo su apoyo, amor, comprensión y más. ¡Gracias!

A Sandra “La Bunda” García, que sin tu gran apoyo no hubiera sido imposible el llegar a culminar esta tesis y que has sido una gran inspiración y ejemplo para mí. A Ber, Leo, Juano, Tete y que junto con La Bunda son esa parte de mi vida que no puedo vivir con ella pero tampoco sin ella, a la cual amo, adoro y respeto: mis hermanos. Y a Dani, mi sobrina *cuasi* hermana, que llegó a cambiar para bien la vida de todos nosotros.

A ti “cosa” que me has dado tu compañía, apoyo y amor en estos últimos 7 años, que has estado ahí en momentos muy importantes de mi vida, que has tolerado mis arranques y que me has dado felicidad, que me has levantado el ánimo en momentos de frustración, que me haces ser una mejor persona y que sencillamente eres un complemento que me hace ser mejor. Gracias Diana por tu amor y comprensión y por iluminar mi vida.

Al Dr. Morales por hacerme parte de su equipo de trabajo, por confiar en mis capacidades y por ser más que solo un guía académico.

A Carmela y Fabi, por sus consejos académicos y su amistad. A Felipe, “el Yoda”, Hugo, Paty, Brenda, Esteban, Poncho, Ana, Marco, Alcives, por su compañerismo y el hacer ameno el trabajo en el lab.

A Reyna que, además de ser una gran compañera, me asesoró en el análisis cristalográfico el cual no hubiera sido posible sin ella, además de sus invaluable comentarios en la revisión de este trabajo. Y a mi asesora técnica Maricela que es y será un gran apoyo.

Al Dr. Rubén A. Toscano y al M. en C. Simón Hernández Ortega por su ayuda en los experimentos de difracción de rayos-X, así como al equipo técnico analítico del Instituto de Química de la UNAM.

A los miembros del jurado por sus valiosas aportaciones a la presente trabajo, las cuales han enriquecido en gran manera al contenido de esta tesis.

Al proyecto PAPIIT (IN201711) y a CONACyT (154732) por el financiamiento otorgado para la realización de este trabajo de investigación.

A la UNAM por otorgarme una educación gratuita, integral y de máxima calidad, que si no fuera por ti, tal vez no habría podido realizar estudios a nivel superior. Gracias FQ.

“Goya, Goya cachun cachun...”

INDICE GENERAL

SIMBOLOS Y ABREVIATURAS	I
INDICE DE FIGURAS	II
INDICE DE TABLAS	V
INDICE DE ESPECTROS	VII
INTRODUCCÓN	1
Hipótesis	2
Objetivos	2
CAPITULO 1. ANTECEDENTES	5
CAPITULO 2. RESULTADO Y ANÁLISIS	17
2.1. Generalidades	17
2.2. Caracterización	18
2.2.1. Compuesto [dppf-(AuSC ₆ F ₅) ₂] (1)	19
2.2.1.1. EM-FAB ⁺	19
2.2.1.2. RMN de ¹ H	21
2.2.1.3. RMN de ³¹ P { ¹ H}	23
2.2.1.4. RMN de ¹⁹ F { ¹ H}	24
2.2.1.5. Difracción de rayos-X de monocristal	26
2.2.2. Caracterización de [dppf-(AuSC ₆ F ₄ -4-H) ₂] (2)	27
2.2.2.1. Análisis Elemental	27
2.2.2.2. EM-FAB ⁺	28
2.2.2.3. RMN de ¹ H	29
2.2.2.4. RMN de ³¹ P{ ¹ H}	32
2.2.2.5. RMN de ¹⁹ F{ ¹ H}	33
2.2.2.6. Difracción de rayos-X de monocristal	35
2.2.3. Caracterización de [dppf-(AuSC ₆ H ₃ -2,4-F ₂) ₂] (3)	36
2.2.3.1. Análisis Elemental	36
2.2.3.2. EM-FAB ⁺	36
2.2.3.3. RMN de ¹ H	38

2.2.3.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	40
2.2.3.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$	41
2.2.3.6. Difracción de rayos-X de monocristal	43
2.2.4. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₃-3,4- F₂)₂] (4)	47
2.2.4.1. Análisis Elemental	47
2.2.4.2. EM-FAB ⁺	47
2.2.4.3. RMN de ^1H	49
2.2.4.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	51
2.2.4.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$	52
2.2.4.6. Difracción de rayos-X de monocristal	53
2.2.5. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₄-4- F)₂] (5)	55
2.2.5.1. Análisis Elemental	55
2.2.5.2. EM-FAB ⁺	55
2.2.5.3. RMN de ^1H	58
2.2.5.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	60
2.2.5.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$	61
2.2.5.6. Difracción de rayos-X de monocristal	61
2.2.6. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₄-3- F)₂] (6)	62
2.2.6.1. Análisis Elemental	62
2.2.6.2. EM-FAB ⁺	62
2.2.6.3. RMN de ^1H	64
2.2.6.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	66
2.2.6.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$	67
2.2.6.6. Difracción de rayos-X de monocristal	68
2.2.7. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₄-2- F)₂] (7)	69
2.2.7.1. Análisis Elemental	69
2.2.7.2. EM-FAB ⁺	70
2.2.7.3. RMN de ^1H	71
2.2.7.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	73

2.2.7.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$	74
2.2.7.6. Difracción de rayos-X de monocristal	75
2.2.8. Caracterización de $[\text{dppf}-(\text{AuSC}_6\text{H}_4-2-\text{CF}_3)_2]$ (8)	76
2.2.8.1. Análisis Elemental	76
2.2.8.2. EM-FAB ⁺	77
2.2.8.3. RMN de ^1H	79
2.2.8.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	81
2.2.8.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$	82
2.2.8.6. Difracción de rayos-X de monocristal	83
2.2.9. Caracterización de $[\text{dppf}-(\text{AuS-benzoxazol})_2]$ (9)	85
2.2.9.1. Análisis Elemental	85
2.2.9.2. EM-FAB ⁺	85
2.2.9.3. RMN de ^1H	88
2.2.9.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	90
2.2.9.5. Difracción de rayos-X de monocristal	91
2.2.10. Caracterización de $[\text{dppf}-(\text{AuS-benzotiazol})_2]$ (10)	92
2.2.10.1. Análisis Elemental	93
2.2.10.2. EM-FAB ⁺	93
2.2.10.3. RMN de ^1H	95
2.2.10.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	98
2.2.10.5. Difracción de rayos-X de monocristal	99
2.3. Citotoxicidad	101
2.3.1. Evaluación citotóxica de los compuestos 1, 3, 4, 5, 6 y 7	102
2.4. Análisis de resultados	104
2.4.1. Análisis espectroscópico	104
2.4.2. Análisis Cristalográfico	105
CAPITULO 3. CONCLUSIONES	128
CAPITULO 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	129
4.1. Reactivos, disolventes y equipo	129

4.2. Reacciones	130
4.2.1. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ F ₅) ₂] (1)	130
4.2.2. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ F ₄ -4-H) ₂] (2)	130
4.2.3. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ H ₃ -2,4- F ₂) ₂] (3)	131
4.2.4. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ H ₃ -3,4- F ₂) ₂] (4)	132
4.2.5. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ H ₄ -4- F) ₂] (5)	132
4.2.6. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ H ₄ -3- F) ₂] (6)	133
4.2.7. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ H ₄ -2- F) ₂] (7)	133
4.2.8. Síntesis de [dppf-(AuSC ₆ H ₄ -2- CF ₃) ₂] (8)	134
4.2.9. Síntesis de [dppf-(AuS-benzoxazol) ₂] (9)	134
4.2.10. Síntesis de [dppf-(AuS-benzotiazol) ₂] (10)	135
4.2.11. Ensayo de biocitotoxicidad	136
REFERENCIAS	137
ANEXO 1. Tabla A. Datos cristalográficos relevantes de cada uno de los complejos cristalizados.	139
ANEXO 2. Constancia de participación en el Encuentro de Química Inorgánica 2011 (EQI 2011).	140

SIMBOLOS Y ABREVIATURAS

dppf	[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)].
SR ^F	Bencentiolatofluorado.
[Pb(SR ^F) ₂]	Tiolato de plomo.
RMN	Resonancia Magnética Nuclear.
¹ H	Protón.
³¹ P{ ¹ H}	Fósforo desacoplado de protón.
¹⁹ F{ ¹ H}	Flúor desacoplado de protón.
EM	Espectrometría de masas.
FAB ⁺	Fast Atomic Bombardiment (Bombardeo Rápido de Átomos).
AE	Análisis elemental.
K[AuCl ₄]	Tetracloroaurato de potasio.
CH ₂ Cl ₂	Diclorometano.
h	Hora.
PbCl ₂	Cloruro de plomo (II).
°	Grados.
°C	Grados Centígrados
M ⁺	Ion molecular.
m/z	Relación masa-carga.
ppm	Partes por millón.
Hz	Hertz.
mL	Mililitro.
mmol	Milimoles.
ORTEP	Oak Ridge Thermal Ellipsoid Plot.
J	Constante de acoplamiento.

INDICE DE FIGURAS

Figura	Tema	Pág.
1	Numeración de los 10 complejos ha sintetizar que se mencionan en los objetivos del inciso a.	3
2	Estructura química de tiolatos de oro usados en el tratamiento de artritis reumatoide: (a) aurotioglucosa, (b) aurotiosulfato de sodio (Auranofin [®]), (c) aurotiomalato de sodio y (d) aurotiopropanol sulfato de sodio	8
3	Estructuras de (a) (difenilfosfino)etano (dppe), (b) [dppe(AuCl ₂)], y (c) [Au(dppe) ₂ ⁺]	9
4	Interacciones oro-fílicas.	10
5	Extencion de interacciones oro-fílicas donde se combinan los tres tipos de interacciones presentados en la figura 3.	10
6	Representación de los dos polimorfos del complejo [(ciclohexil isocianada) ₂ Au(I)](PF ₆) donde se muestran las distancias de enlace y la influencia de las interacciones aurofílicas para este compuesto.	11
7	Ejemplos de interacciones electrostáticas: (a) interacciones ion-ion (en cloruro de tetrabutilamonio), (b) ion-dipolo (en el complejo de sodio del [15]corona-5) y (c) dipolo-dipolo (en acetona).	13
8	Arreglos estructurales de los anillos aromáticos.	14
9	En esta figura se muestra a un grupo carbonilo aceptando un enlace de hidrógeno de un grupo amina secundaria (a) y (b) la manera general de expresar a los átomos donadores y aceptores (D, átomo donador, A átomo aceptor).	14
10	Varios tipos de geometrías que adopta el enlace de hidrógeno: a) lineal, b) doblado, c) donante bifurcada, d) aceptor bifurcada, e) trifurcada, f) bifurcada tres centros.	15
11	Esquema de reacción de obtención del compuesto de coordinación precursor [dppf-Au ₂ Cl ₂].	18
12	Esquema de reacción general de metátesis para la obtención de los diferentes tiolatos de oro (I).	18
13	Representación de las posiciones de los protones de la parte ferrocénica para los compuesto 1-10 .	19
14	Ampliación de las tres señales que aparecen en el espectro 4 de RMN de ¹⁹ F del compuesto 1 donde se observa su multiplicidad.	25
15	Diagrama ORTEP al 50% de probabilidad del compuesto 1 . Los átomos de hidrógeno se omiten por claridad.	26
16	Ampliación del espectro de RMN- ¹ H para el único protón del grupo SC ₆ F ₄ -4-H del compuesto 2 donde se observan acoplamiento H-F.	31
17	Ampliación de los dos multipletes encontrados en RMN de ¹⁹ F del compuesto 2 . Arriba: multiplete correspondiente a los átomos de flúor en posición <i>orto</i> . Abajo: multiplete correspondiente a los átomos de flúor en posición <i>meta</i> .	34

18	Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto 2 donde se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.	35
19	Ampliación de las señales encontradas en RMN de ^{31}F . Arriba: doblete que corresponde al átomo de flúor en posición <i>orto</i> . Abajo: doblete asignado a los átomos de flúor en posición <i>para</i> .	42
20	Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto 3 (3A) . Por claridad se omiten los átomos de hidrógeno.	43
21	Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del polimorfo obtenido del compuesto 3 (3B) . Se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.	44
22	Estructuras vistas desde arriba. Imagen superior: 3A donde los anillos Cp están alternados. Imagen inferior: 3B donde los anillos Cp están muy cerca de estar eclipsados y se muestra la distancia intramolecular Au-Au que es de 6.752Å.	45
23	Ampliación de las señales del espectro 16 de RMN de ^{19}F . Izquierda: doblete debido a los átomos de flúor en posición <i>para</i> . Derecha: doblete de los átomos de flúor en <i>meta</i> .	53
24	Diagrama ORTEP al 50% de probabilidad del compuesto 4 donde se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.	53
25	Ampliación del triplete debido a los átomos equivalentes en posición <i>meta</i> al átomo de azufre. Se observa las constantes de acoplamiento H-H ($J=8.6$) y H-F ($J=8.7$) respectivamente	59
26	Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto 6 . Se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.	68
27	Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto 7 .	75
28	Ampliación de los cuatro multipletes de interés que aparecen en RMN de ^1H del compuesto 8 .	80
29	Por claridad el diagrama ORTEP de 8 se muestra al 7% de probabilidad y se omiten los átomos de hidrógeno, donde adicionalmente se exhibe una interacción aurofílica del tipo semisoportada con una distancia Au-Au de 3.159Å.	83
30	Ampliación de la zona de multipletes del espectro de RMN de ^1H del compuesto 9 donde se observa con mayor claridad la integración de los multipletes mostrados y donde se puede apreciar que no se incluye la señal del cloroformo deuterado.	89
31	Diagrama ORTEP del compuesto 9 . Por claridad se omiten los átomos de hidrógeno y con un 7% de probabilidad.	91
32	Estructura propuesta del complejo 10 donde se numeran las posiciones de los protones del anillo benzotiazol.	96
33	Ampliación de la zona de aromáticos del espectro de RMN de ^1H del complejo 10 donde se observan los multipletes debidos a los protones del anillo benzotiazol (con sus constantes de acoplamiento) y a los protones de los grupos fenilo de la estructura propuesta.	97

34	Diagrama ORTEP al 7% de probabilidad del compuesto 10 donde por claridad se omiten los átomos de hidrógeno.	99
35	Cadena lineal que formadas por interacciones C-H...Cl del compuesto M. P.	107
36	Arreglo en laminar o 2D del compuesto M. P.	107
37	Cadena lineal del compuesto 1 formadas por interacciones del tipo C-H...F.	109
38	Arreglo 2D del compuesto 1 estabilizado por interacciones del tipo C-H...F y C-H...π. Se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.	109
39	Cadena lineal del compuesto 2 estabilizada por interacciones C-H...π.	110
40	Arreglo laminar del compuesto 2 . Los átomos de hidrógeno se omiten por claridad.	111
41	Cadena lineal formada por el compuesto 3A por medio de interacciones C-H...π	112
42	Arreglo laminar del compuesto 3A estabilizado por interacciones C-H...π. Los átomos de hidrógeno se omiten por claridad.	112
43	Cadena lineal del polimorfo de 3B estabilizada por interacciones C-H...F.	114
44	Arreglo laminar del compuesto polimorfo de 3B .	114
45	Cadena lineal del compuesto 4 estabilizada por interacciones C-H...π.	115
46	Arreglo laminar o 2D del compuesto 4 .	116
47	Cadena lineal del compuesto 6 .	117
48	Arreglo laminar presentado por el compuesto 6 . Tanto los átomos de hidrógeno como sus interacciones e omiten por claridad.	118
49	Cadena lineal del compuesto 7 .	119
50	Arreglo laminar del compuesto 7 . Las interacciones de este arreglo se omiten por claridad.	120
51	Estructura lineal del compuesto 8 .	121
52	Arreglo laminar del compuesto 8 . Las interacciones se omiten por claridad.	122
53	Posible interacción del tipo π-π entre anillos con grupos CF ₃ que estabilizan el arreglo 3D del compuesto 8 .	123
54	Posible Interacción del tipo π-π entre grupos fenilo que estabilizan el arreglo 3D del compuesto 8 .	123
55	Cadena lineal del compuesto 9 .	124
56	Arreglo laminar del compuesto 9 .	125
57	Cadena lineal del compuesto 10	126
58	Arreglo laminar del compuesto 10	126

INDICE DE TABLAS

Tabla	Tema	Pág.
1	Actividad antitumoral y citotoxicidad de algunos tiolatos de oro análogo al Auranofin®.	7
2	Resumen de los tipos de interacciones supramoleculares.	12
3	Interacciones del Enlace de hidrógeno y sus propiedades (A, aceptor; D, donador).	16
4	Fragmentos detectados por medio de EM del compuesto 1 .	21
5	Distancias de enlace de interés del compuesto 1 .	27
6	Ángulos de enlace de interés del compuesto 1 .	27
7	Fragmentos detectados por medio de EM en el compuesto 2 .	29
8	Distancias de enlaces de interés del compuesto 2 .	36
9	Ángulos de enlace de interés del compuesto 2 .	36
10	Fragmentos detectados del compuesto 3 .	37
11	Distancias de interés del compuesto 3A .	46
12	Ángulos de enlace de interés del compuesto 3A .	46
13	Distancias de enlace de interés del polimorfo encontrado 3B .	46
14	Ángulos de enlace de interés del polimorfo encontrado 3B .	46
15	Fragmentos detectados del compuesto 4 .	49
16	Distancias de enlace de interés del compuesto 4 .	54
17	Ángulos de enlace de interés del compuesto 4 .	54
18	Fragmentos detectados del compuesto 5 .	57
19	Fragmentos detectados del compuesto 6	63
20	Distancias de enlace de interés del compuesto 6 .	69
21	Ángulos de enlace de interés del compuesto 6 .	69
22	Fragmentos detectados del complejo 7 .	71
23	Distancias de enlaces de interés del compuesto 7 .	76
24	Ángulos de enlace de interés del compuesto 7 .	76
25	Fragmentos detectados del compuesto 8 .	78
26	Distancias de enlace de interés para el compuesto 8 .	84
27	Ángulos de enlace de interés del compuesto 8 .	84
28	Fragmentos detectados del compuesto 9 .	87
29	Distancia de enlace de interés del compuesto 9 .	92
30	Ángulos de enlace de interés del compuesto 9 .	92
31	Fragmentos detectados del compuesto 10 .	94

32	Distancias de enlace de interés del compuesto 10 .	100
33	Ángulos de enlace de interés del compuesto 10 .	100
34	Actividad citotóxica de los compuestos de Au(I) con [dppf] y tiolatos fluorados.	103
35	Distancias de enlace representativo del compuesto de coordinación M.P.	106
36	Ángulos de enlaces representativos del compuesto M. P.	106
37	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto M. P. .	108
38	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan el compuesto 1 .	110
39	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan al compuesto 2 .	111
40	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto 3A .	113
41	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura de 3B .	115
42	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto 4 .	116
43	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto 6 .	118
44	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto 7 .	119
45	Geometría de los enlaces de que estabilizan la estructura del compuesto 8 .	124
46	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto 9 .	125
47	Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto 10 .	127

INDICE DE ESPECTROS

Espectro	Tema	Pág.
1	Espectro de EM-FAB ⁺ obtenido para 1 .	20
2	Espectro de RMN de ¹ H a 300MHz del compuesto 1 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	22
3	Espectro de RMN de ³¹ P{ ¹ H} a 121MHz del compuesto 1 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	23
4	Espectro de RMN de ¹⁹ F{ ¹ H} a 282MHz del compuesto 1 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	24
5	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 2 .	28
6	Espectro de RMN de ¹ H a 300MHz del compuesto 2 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> a 25°C.	30
7	Espectro de RMN de ³¹ P a 121MHz del compuesto 2 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y 25°C.	32
8	Espectro de RMN de ¹⁹ F a 295MHz del compuesto 2 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	33
9	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 3 .	38
10	Espectro de RMN de ¹ H a 300MHz del compuesto 3 . Disolvente Cloroformo- <i>d</i> y 25°C.	39
11	Espectro de RMN de ³¹ P{ ¹ H} a 121MHz del compuesto 3 Disolvente Cloroformo- <i>d</i> y 25°C.	40
12	Espectro de RMN de ¹⁹ F{ ¹ H} a 282MHz del compuesto 3 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> a 25°C.	41
13	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 4 .	48
14	Espectro de RMN de ¹ H a 300MHz del compuesto 4 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y 25°C.	50
15	Espectro de RMN de ³¹ P{ ¹ H} a 121MHz del compuesto 4 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> a 25°C.	51
16	Espectro de RMN de ¹⁹ F{ ¹ H} a 282MHz del compuesto 4 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	52
17	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 5 .	56
18	Espectro de RMN- ¹ H a 300MHz del compuesto 5 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	58

19	Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto 5 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	60
20	Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto 5 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	61
21	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 6 .	63
22	Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto 6 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	65
23	Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto 6 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	66
24	Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto 6 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	67
25	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 7 .	70
26	Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto 7 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	72
27	Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto 7 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	73
28	Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto 7 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	74
29	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 8 .	77
30	Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto 8 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	79
31	Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto 8 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	81
32	Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto 8 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	82
33	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 9 .	86
34	Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto 9 disuelto en Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C	88
35	Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto 9 usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y a 25°C.	90
36	Espectro de EM-FAB ⁺ del compuesto 10 .	93
37	Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto 10 a 25°C y disuelto en Cloroformo- <i>d</i> .	95
38	Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ del compuesto 10 a 121MHz usando como disolvente Cloroformo- <i>d</i> y 25°C.	

INTRODUCCIÓN

Desde la antigüedad, el oro ha sido apreciado no sólo por su belleza, sino también por sus usos con fines medicinales. El uso terapéutico del oro en China y otras civilizaciones antiguas se remonta a alrededor del 2500 a. C. Bhasma Swarna (ceniza de oro) es un medicamento el cual contiene oro puro utilizado por médicos de la India desde tiempos antiguos para tratar una variedad de trastornos y enfermedades incluyendo la pérdida de la memoria, infertilidad, asma bronquial, la artritis reumatoide y la diabetes mellitus.

Además, se sabe que el flúor al ser relativamente pequeño en tamaño y por su alta electronegatividad hace que el enlace C-F en compuestos orgánicos esté altamente polarizado dándole una inusual resistencia e interaccionando electrostáticamente con su entorno. Aunado a esto, la introducción de átomos de flúor a moléculas orgánicas causa un mayor cambio en las propiedades fisicoquímicas, reactividad y su actividad biológica se ve potencializada en comparación a sus análogos no fluorados, ya que este es fácilmente intercambiable por el hidrógeno gracias a su similitud en radios de Van der Waals respetando así requerimientos estéricos y aumentando la liposolubilidad dentro del cuerpo humano.

Por otro lado, el ferroceno es un compuesto versátil para la síntesis de múltiples derivados con diferentes funcionalidades. Esto ha sido posible gracias a métodos de síntesis bien establecidos para su incorporación a estructuras complejas con heteroátomos donadores (P, N, S, O) sustituidos en los anillos de ciclopentadienilo. Uno de estos derivados es el [1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)] (dppf) que ha sido ampliamente usado en las últimas tres décadas debido a su interesante estructura que permite modificar su ángulo de “mordida” a fin de adaptar diferentes geometrías que requieran según el metal a coordinar, así como sus propiedades redox. En particular, los compuestos con metales del grupo 10 con dppf han sido los más extensamente estudiados. Irónicamente complejos de oro con dppf han sido escasamente reportados en la literatura y sólo algunos de estos son complejos de oro (III). Por otro lado, compuestos de diferentes metales de transición con ligandos tiolatos han sido extensamente estudiados en los últimos años debido a su importancia y empleo en medicina, en la industria del vidrio y la cerámica, y en el campo de las nanopartículas; además por su creciente interés en catálisis.

Con el propósito de remarcar la importancia y desarrollo de este tipo de compuestos, se presenta en este trabajo la síntesis de complejos de Au (I) a partir de diferentes tiolatos de plomo, de fórmula general $[\text{Pb}(\text{SR}^{\text{F}})_2]$, donde R representa grupos fenilos con átomos de flúor en diferentes posiciones y en dos de los casos que aquí se presentan se refiere a los grupos benzoxazol y benzotiazol; su caracterización por técnicas espectroscópicas como lo son Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ^1H , de ^{31}P $\{^1\text{H}\}$, $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$, Análisis Elemental (AE), espectrometría de masas (EM) y Difracción de Rayos-X de monocristal en los casos donde fue posible obtener cristales adecuados. También se presenta la actividad citotóxica de algunos de estos compuestos en diferentes líneas celulares cancerosas tales como células de pulmón, glía de sistema nervioso, próstata, leucemia, colon y mama.

Hipótesis

La reacción de metátesis entre $[\text{dppf}(\text{AuCl})_2]$ y diversas sales de plomo del tipo $[\text{Pb}(\text{SR}^{\text{F}})_2]$ darán lugar a la formación de compuestos $[\text{dppf}(\text{AuSR}^{\text{F}})_2]$, que debido a la presencia de los grupos aromáticos fluorados y a los átomos de oro mismos exhibirán interacciones no covalentes (π - π aromáticas y aurofílicas) importantes en estado sólido. Así mismo, estos derivados presentarán actividad citotóxica en diversas líneas celulares cancerosas.

Objetivos.

a) Sintetizar una serie de complejos del tipo $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSR}^{\text{F}})_2]$; los cuales son:

1. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{F}_5)_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{F}_5)_2]$
2. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{F}_4\text{-4-H})_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{F}_4\text{-4-H})_2]$
3. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{H}_3\text{-2,4-F}_2)_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{H}_3\text{-2,4-F}_2)_2]$
4. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{H}_3\text{-3,4-F}_2)_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{H}_3\text{-3,4-F}_2)_2]$
5. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-4-F})_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-4-F})_2]$
6. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-3-F})_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-3-F})_2]$
7. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-2-F})_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-2-F})_2]$
8. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-2-CF}_3)_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuSC}_6\text{H}_4\text{-2-CF}_3)_2]$
9. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuS-benzoxazol})_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuS-benzoxazol})_2]$
10. $[1,1\text{-bis}(\text{difenilfosfinoferroceno})(\text{AuS-benzotiazol})_2]$; $[\text{dppf}(\text{AuS-benzotiazol})_2]$

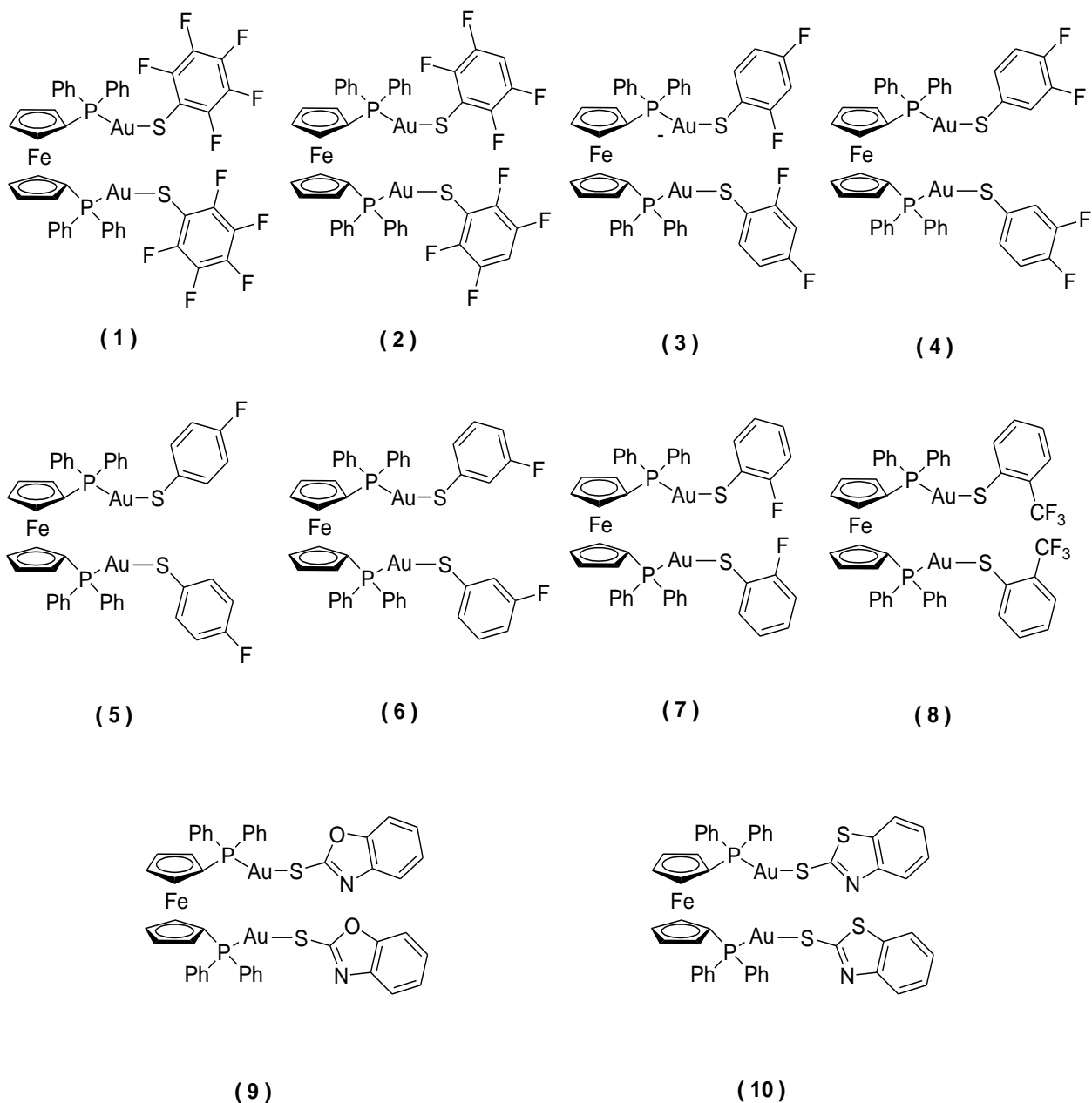


Figura 1. Numeración de los 10 complejos ha sintetizar que se mencionan en los objetivos del inciso a.

b) Caracterizar dichos compuestos por técnicas espectroscópicas como lo son RMN de ^1H , de ^{31}P $\{^1\text{H}\}$ y de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$; así como por Espectrometría de Masas y Análisis Elemental.

c) Obtener cristales adecuados de cada compuesto para realizar un estudio en estado sólido de las posibles interacciones del tipo π - π aromáticas; así como posibles interacciones del tipo aurofílicas.

d) Realizar el estudio de la actividad citotóxica de los compuestos sintetizados en líneas celulares de diferentes tipos de cáncer.

CAPITULO 1. ANTECEDENTES

El descubrimiento del compuesto diciticlopentadienilhierro, mejor conocido como ferroceno, a principios de los años 50's, abrió la puerta a nuevos campos de investigación [1,2^{a,b}]. Debido a la relativa sencillez para sintetizarlo y purificarlo; y a que es un compuesto muy estable a condiciones de reacción agresivas, se hace muy extenso su empleo. Debido a esto, el ferroceno es un compuesto versátil para la síntesis de otros derivados con funcionalidades específicas. Esto ha sido posible gracias a métodos bien establecidos para su incorporación a estructuras complejas con heteroátomos donadores (P, N, S, O) sustituidos en los anillos de ciclopentadienilos. Uno de estos ligandos es la [1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)] que ha sido extensamente usada en las últimas tres décadas debido a su interesante estructura y propiedades redox. La popularidad de las difosfinas está en su habilidad de modificar su ángulo de "mordida" a fin de adaptar diferentes geometrías según sea requerido por el metal respectivo. En particular los metales del grupo 10 (Ni, Pd y Pt) con dppf han sido los más extensamente estudiados, y hasta hace algunos años complejos de oro con dppf habían sido muy poco reportados en la literatura [3].

Algunos de estos compuestos de Au(I) los presenta Laguna y colaboradores [4]. Él y su grupo de trabajo describen la síntesis del complejo del tipo $[Au_2(SC_6F_5)_2(\mu-dppf)]$ y $[Au_2(\mu-SC_6F_5)(\mu-dppf)]$ y su reactividad frente a varios fragmentos metálicos donde reporta una serie de complejos homo y heterometálicos con ligantes pentafluorobencenotiolato y con varios modos de coordinación, con diferentes o en el mismo metal y en diferentes estados de coordinación para el mismo ligante tiolato.

Además de la estabilidad química que presenta el ferroceno, también se ha probado la actividad citotóxica de algunos de sus derivados. A manera de ejemplo se encuentra en la literatura [5] que el metabolito activo del tamoxifeno, un medicamento que es utilizado en el tratamiento del cáncer de mama, el derivado hidroxilado de esta especie se ha incorporado a una estructura ferrocénica dando lugar al hidroxiferrocifeno, habiéndose observado una citotoxicidad de esta compuesto frente a las células cancerosas comparable a la del hidroxitamoxifeno.

Por otro lado, se sabe que desde la antigüedad, el oro ha sido apreciado no sólo por su belleza, sino también por sus usos con fines medicinales. El uso terapéutico del oro en

China y otras civilizaciones antiguas se remonta a alrededor del 2500 a. C. Bhasma Swarna (ceniza de oro) es un medicamento que contiene oro puro utilizado por médicos en la India desde tiempos antiguos para tratar una variedad de trastornos y enfermedades incluyendo la pérdida de la memoria, infertilidad, asma bronquial, la artritis reumatoide y la diabetes mellitus. En este contexto, el Au (I), con una configuración electrónica $[\text{Xe}]4f^{14}5d^{10}$, forma numerosos complejos, muchos de los cuales son muy estables, pero experimentan reacciones de intercambio de ligandos con facilidad. Estos complejos pueden tener números de coordinación que van de 1 a 4, siendo el número 2 el más común. Complejos dicoordinados de Au(I) con estructuras lineales o cercanas a la linealidad son numerosos e incluye ejemplos del tipo aniónico ($[\text{Au}(\text{I})(\text{CN})_2]^-$, $[\text{Au}(\text{I})\text{Cl}_2]^-$), neutro $[(\text{R}_3\text{P})\text{Au}(\text{I})\text{Cl}]$, $[(\text{OC})\text{Au}(\text{I})\text{Cl}]$, y catiónicos ($[(\text{R}_3\text{P})_2\text{Au}^+]$, $[(\text{RNC})_2\text{Au}^+]$) [6].

En la medicina moderna el uso del oro, llamado *Crisoterapia*, (del griego *khrysós* que significa oro y de *théraps*, servir o cuidar, que proviene de *therapeúein* que significa tratar médicamente [7]) término desarrollado por el trabajo pionero del microbiólogo Alemán Robert Koch, quien reportó que el cianuro de oro muestra efectos antibacteriales *in Vitro* frente al bacilo de la tuberculosis iniciando así estudios para el tratamiento la tuberculosis bovina y humana con derivados de oro durante los siguientes 40 años [8]. Por su parte el médico francés Jacques Forestier hizo la suposición de que la artritis reumatoide era una enfermedad infecciosa similar a la tuberculosis, lo cual condujo a los estudios clínicos que mostraron que los compuestos de oro efectivamente, tienen actividad como antiartrítico *in Vivo*. Aunque aún no hay pruebas concluyentes sobre las causas de la artritis reumatoide, no hay duda de que la introducción de compuestos de oro para tratar esta enfermedad fue un hito importante en la medicina terapéutica. Recientemente, ha habido un interés creciente en compuestos de oro que comienzan a usarse como agentes antitumorales.

Si bien el estudio de compuestos de oro para la artritis se ha llevado a cabo por muchas décadas, sólo desde la década de los años 80's ha habido un interés cada vez mayor en estos compuestos para su uso como agentes antitumorales. La fuerza motriz detrás de este renovado interés es la importancia actual de compuestos inorgánicos como el *cis*-platino (*cis*-diammindicloroplatino (II)) [9], habiendo demostrado ser un compuesto eficaz en tratamientos oncológicos, sobre todo para la cabeza, el cuello, ovario y cáncer testicular [10]. Por otro lado, los compuestos de Au (III) son de particular interés ya que es isoelectrónico con Pt (II) y ambas especies forman compuestos de coordinación similares.

Además cuando se llevan a cabo estudios donde se mide la tasa de mortalidad de pacientes que tomaron crisoterapia y se compara con los que no la tomaron, se encuentra que la incidencia de cáncer es menor para los pacientes que tomaron la crisoterapia que para pacientes que no se trataron con ella [11]. Esto claramente sugiere un vínculo entre el oro y su actividad contra el cáncer. Además, varios medicamentos conocidos contra el cáncer, tales como ciclofosfamida y 6-mercaptopurina, también se han utilizado con éxito como agentes antiartríticos cuando otros medicamentos anti-inflamatorios no funcionan [12,13] Derivados de Au (I) y Au (III) se han probado por su potencial actividad antitumoral. Durante el estudio de dicha actividad, se observó que, en general, los tiolatos de oro (I) eran inactivos, ya que la presencia de un ligando fosfina es importante para que se observe actividad (Tabla 1). Mientras que una menor actividad fue observada en compuestos donde la fosfina no estaba presente, como en los derivados de tiolatos de oro (I), así como aquellos donde los átomos donadores eran átomos de carbono o nitrógeno [14].

Tabla 1. Actividad antitumoral y citotoxicidad de algunos tiolatos de oro análogos al Auranofin[®].

Especie	B16 Melanoma IC ₅₀ (μM)	P388 Leucemia ILS _{max} (%)
[AuSH] _n	166	15
Au(SCH ₂ CH ₂ OH)	140	24
(C ₅ H ₅ N)AuCl	125	35
(CH ₃ CH ₂)PAuSH	2	68
(CH ₃ CH ₂)PAuCl	1	36
(CH ₃ CH ₂)PAuCN	0.4	68

Los compuestos de oro más activos incluyen los que tienen el arreglo P-Au-S, por lo que los análogos del Auranofín (aurotiosulfato de sodio, Figura 1) parecen mantener una promesa significativa para el desarrollo de nuevos agentes antitumorales [15].

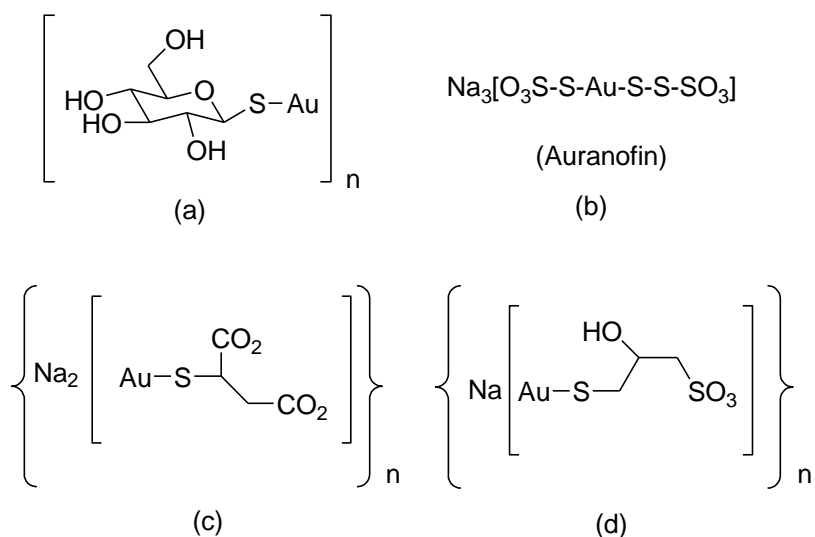


Figura 2. Estructura química de tiolatos de oro usados en el tratamiento de artritis reumatoide: (a) aurotioglucosa, (b) aurotiosulfato de sodio (Auranofin[®]), (c) aurotiomalato de sodio y (d) aurotiopropanol sulfato de sodio

Una clara diferencia entre las dos clases de medicamentos de oro es que los compuestos lipofílicos fosfano-oro fácilmente pueden entrar en las células, mientras que los tiolatos oligoméricos mas hidrofílicos no pueden. En consecuencia, los tiolatos oligoméricos no se acumulan en las células [16].

Un estudio comparativo con la 6-mercaptopurina (6-MP) y Ph_3PAuCl muestra que el aumento de la actividad antitumoral es gracias al arreglo en cuanto a la coordinación P-Au-S. Individualmente, el ligando tiol y Ph_3PAuCl son potentes. Sin embargo, cuando se combinan en un nuevo compuesto de oro, Ph_3PAu (6-MP), se obtiene un compuesto más potente [17].

Los estudios farmacológicos de compuestos de Au (I) se han centrado en el diseño de nuevos ligandos que puedan mejorar la actividad citostática, y que sean particularmente eficaces contra las líneas celulares resistentes al *cis*-platino. Compuestos de Au (I) con ligandos 1,2-bis(difenilfosfina)etano (dppe) y 1,2-bis(dipiridylphosphine)etano, donde un grupo fenilo ha sido sustituido con grupos piridilo, han demostrado actividad antitumoral, especialmente en las líneas celulares resistentes al *cis*-platino (Figura 2). Sin embargo, en contraste con el *cis*-platino, el ADN no parece ser el objetivo principal de estos compuestos de oro. En cambio, su citotoxicidad pudiera derivarse de su capacidad de alterar la función mitocondrial e inhibiendo la síntesis de proteínas [18,19]. Un estudio de compuestos fosfano-Au (I) con grupos fenilo o piridilo reveló que sus valores de IC50 fueron

dependientes de la lipofilia del compuesto (fármaco) y por lo tanto de su absorción por las células tumorales específicas [20].

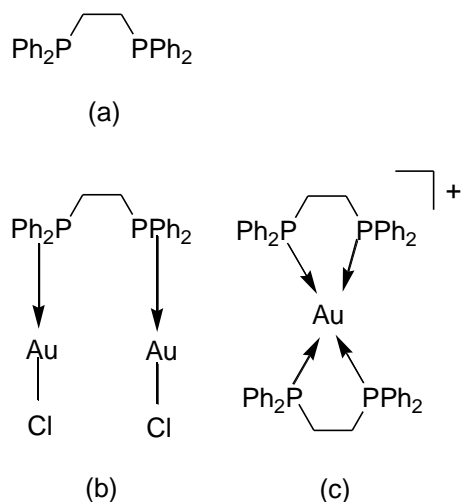
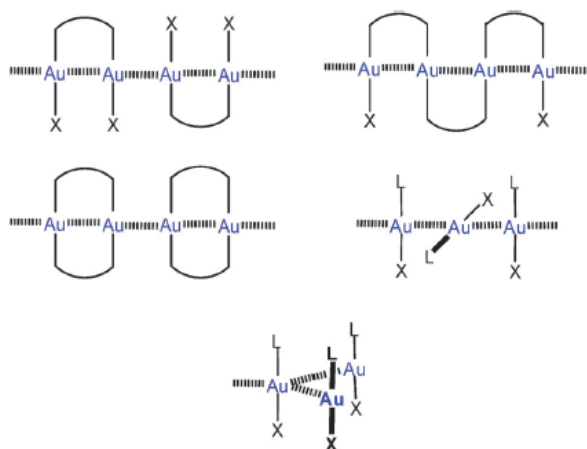
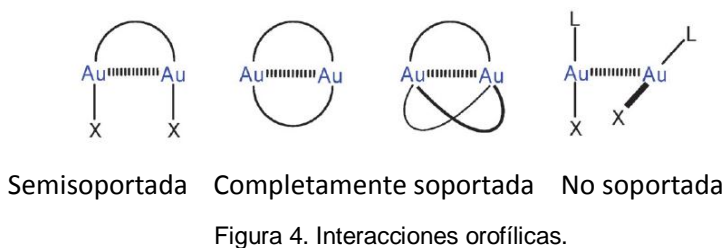


Figura 3. Estructuras de (a) (difenilfosfino)etano (dppe), (b) $[\text{dppe}(\text{AuCl}_2)]$, y (c) $[\text{Au}(\text{dppe})_2]^+$

Por otro lado, el flúor al ser relativamente pequeño en tamaño y por su alta electronegatividad hace que el enlace C-F en compuestos orgánicos este significativamente polarizado dándole una estabilidad inusual e interaccionando electrostáticamente con su entorno [21]. Aunado a esto, la introducción de átomos de flúor en moléculas orgánicas, en general, causa un cambio mayor en las propiedades fisicoquímicas, reactividad y su actividad biológica se ve potencializada en comparación a sus análogos no fluorados, ya que éste es fácilmente intercambiable por el hidrógeno gracias a su similitud en radios de Van der Waals, respetando requerimientos estéricos y aumentando la liposolubilidad dentro del cuerpo humano [22].

En este contexto los tiolatos fluorados han sido estudiados desde los inicios de la química de coordinación. Sin embargo, en los últimos años algunos factores han sido responsables del incremento en los reportes en esta área: el primero de ellos ha sido el descubrimiento de que la coordinación de iones metálicos a través de tiolatos está presente en muchas metaloenzimas que incluyen a las nitrogenasas, molibdo-oxidasas, metalotioneínas, ferredoxinas y hemocianinas [23]. Además, es conocido que se puede ejercer un control preciso de las propiedades estéricas y electrónicas de los fluorobencentiolatos al variar tanto el número como la posición de los átomos de flúor dentro del anillo aromático [24].

Una propiedad que presentan algunos compuestos de Au (I) es la tendencia a formar dímeros, oligómeros, cadenas o cualquier capa por medio de interacciones Au(I)-Au(I). A este tipo de interacciones se les conoce como *Interacciones Auofílicas*. Este término de *Auofilicidad* (del latín “Aurum” oro y de la palabra griega “Philos” amor a, afinidad a) fue acuñado en la década de los años 80 para describir esta tendencia del Au (I) a interactuar con otro átomo similar. En este tipo de interacciones, la distancia entre los átomos de oro adyacentes oscila entre 2.7 a 3.6 Å y es más corta que la suma de los radios de Van der Waals (3.6Å) [25]. Estas interacciones son reconocidas por presentar distancias cortas en el estado sólido o por una limitada flexibilidad estructural en disolución. Para los casos más comunes en que los átomos de oro están linealmente bicoordinados dos categorías de enlace auofílico intramolecular pueden ser distinguidos, en el que sólo uno o en el que dos ligantes bifuncionales conectan al átomo de oro, estos son descritos como contactos Au-Au **semisoportados** o **completamente soportados**, respectivamente (Figuras 4 y 5). En contraste, cuando ninguna interacción auofílica intramolecularmente es descrita se le denomina **no soportado** [26].



Las Interacciones aurofílicas son también importantes en estructuras en estado sólido de muchos compuestos bicoordinados de Au (I). El compuesto de [(ciclohexil isocianida)₂Au(I)](PF₆) representa un excelente ejemplo; estas sales cristalizan en dos formas diferentes. El polimorfo incoloro contiene estrictamente cadenas lineales de cationes con contactos cercanos entre los átomos de oro. Mientras que el polimorfo que es de color amarillo [(ciclohexil isocianida)₂Au(I)](PF₆) cristaliza formando cadenas dobladas con separaciones aún más cortas entre los iones de oro [27] (Figura 6).

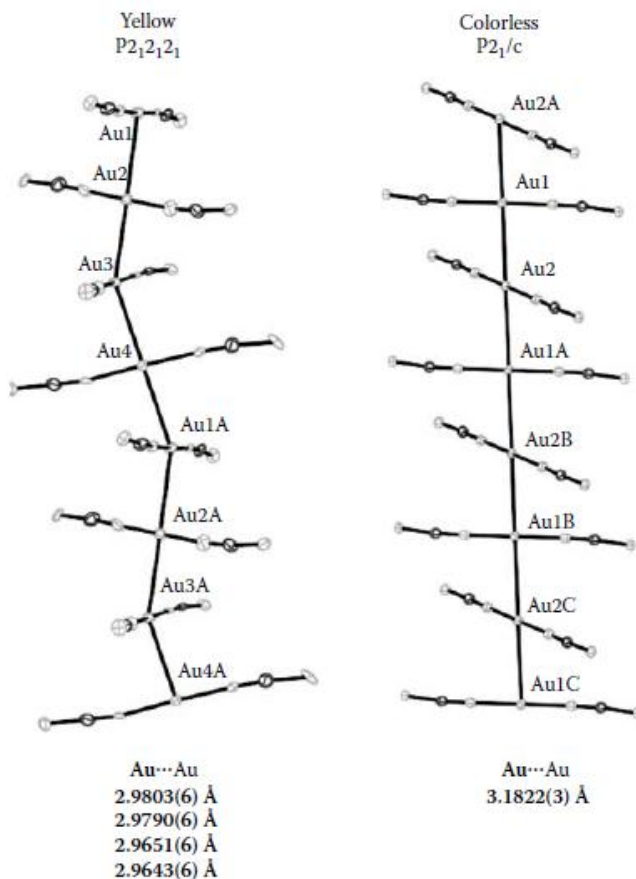


Figura 6. Representación de los dos polimorfos del complejo [(ciclohexil isocianida)₂Au(I)](PF₆) donde se muestran las distancias de enlace y la influencia de las interacciones aurofílicas para este compuesto.

Por otra parte, gracias a la técnica de difracción de rayos-X de monocristal se han desarrollado estudios de química supramolecular, ya que además de obtenerse ángulos y distancias de enlace que esta técnica proporciona, se puede conocer el arreglo de la red cristalina y a partir de esto poder identificar interacciones inter e intramoleculares, por medio de las cuales la red cristalina es estabilizada.

La química supramolecular [32] se ha descrito como " la química más allá de la molécula", donde una supermolécula es una especie que se mantiene unida por interacciones no covalentes entre dos o más moléculas o iones. También puede ser descrita como la "química lego™" en la que cada bloque representa un bloque de construcción molecular y estos bloques se mantienen unidos por interacciones moleculares (enlaces), de carácter reversible, para formar un agregado supramolecular. Estos enlaces intermoleculares son interacciones electrostáticas como lo son los llamados enlaces de hidrógeno, las interacciones π - π , las interacciones de dispersión y efectos solvofóbicos y/o hidrofóbicos.

Las interacciones no covalentes representan la energía que mantienen unidas a las especies supramoleculares y son considerablemente más débiles que las interacciones covalentes, que puede oscilar entre 150 kJ mol^{-1} a 450 kJ mol^{-1} para enlaces simples. Los enlaces no covalentes tienen un intervalo de 2 kJ mol^{-1} para las interacciones de dispersión a 300 kJ mol^{-1} para las interacciones ion-ion. Sin embargo, cuando estas interacciones son usadas de manera cooperativa un complejo supramolecular estable puede existir. El término "no-covalentes" incluye una amplia gama de atracciones y repulsiones que se resumen en la Tabla 2 [32].

Tabla 2. Resumen de los tipos de interacciones supramoleculares.

Interacción	Fuerza	Ejemplo
Ion-ion	200-300	Cloruro de tetrabutilamonio
Ion-dipolo	50-200	Sodio [15]corona-5
Dipolo-dipolo	5-50	Acetona
Enlace de hidrógeno	4-120	Bases nitrogenadas
Catión- π	5-80	K^+ en benceno
π - π	0-50	Benceno en grafito
Van der Waals	< 5 kJ/mol pero varia dependiendo del área de la superficie	Argón; empaquetamiento en cristal molecular
hidrofóbico	Relacionado con la energía debida a la interacción disolvente-disolvente	Ciclodextrin en compuestos de inclusión

Las interacciones iónicas y dipolares se puede dividir en tres categorías: las interacciones ion-ion, las interacciones ion-dipolo, y las interacciones dipolo-dipolo, que se basan en la atracción de Coulomb entre cargas opuestas. La más fuerte de estas interacciones es la ion-ion, que es comparable con las interacciones covalentes. Las interacciones del tipo ion-ion son no-direccionales en naturaleza, lo que significa que la interacción puede ocurrir en cualquier orientación. Las interacciones del tipo ion-dipolo y dipolo-dipolo, sin embargo, dependen de la orientación donde se quiere que dos entidades que se alinien de tal modo que las interacciones sean óptimas (Figura 6). Debido a la rigidez relativa de las interacciones direccionales, sólo las especies complementarias son capaces de formar agregados, mientras que las no direccionales puede estabilizar una amplia gama de redes moleculares. La fuerza de estas interacciones depende de la especie en cuestión. Las interacciones ion-dipolo son más fuertes que interacciones dipolo-dipolo ($50\text{-}200\text{ kJ mol}^{-1}$ y $50\text{-}50\text{ kJ mol}^{-1}$, respectivamente) ya que los iones tienen una mayor densidad de carga que los dipolos [32].

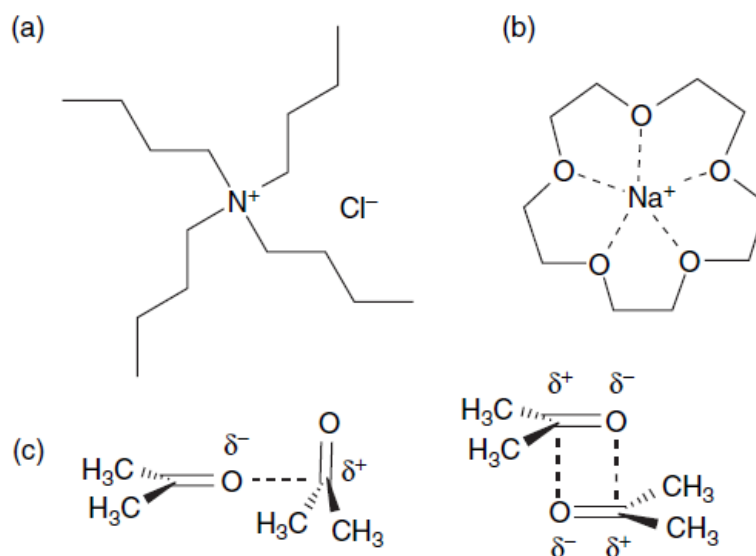


Figura 7. Ejemplos de interacciones electrostáticas: (a) interacciones ion-ion (en cloruro de tetrabutilamonio), (b) ion-dipolo (en el complejo de sodio del [15]corona-5) y (c) dipolo-dipolo (en acetona).

Para los anillos aromáticos se pueden distinguir dos arreglos estructurales. Uno son las interacciones $\pi\text{-}\pi$; y dos, las interacciones del tipo catión- π . Dentro de las interacciones del tipo $\pi\text{-}\pi$ tenemos también dos tipos de arreglos [33]: alineamiento facial total y desfaseamiento paralelo. Estos arreglos se dan cuando las nubes π de dos anillos aromáticos interaccionan entre sí para estabilizar un arreglo cristalino. Las interacciones

del tipo catión- π se producen gracias a la interacción de un átomo de hidrógeno de un anillo aromático con la nube π de otro anillo vecino (Figura 8). Estas interacciones son consideradas como interacciones no covalentes [34]. Las interacciones que involucran a los sistemas π se pueden encontrar en la naturaleza, por ejemplo, en las interacciones débiles cara a cara entre los pares de bases a lo largo de la doble hélice y que son responsables de la forma que toma el ADN [32].

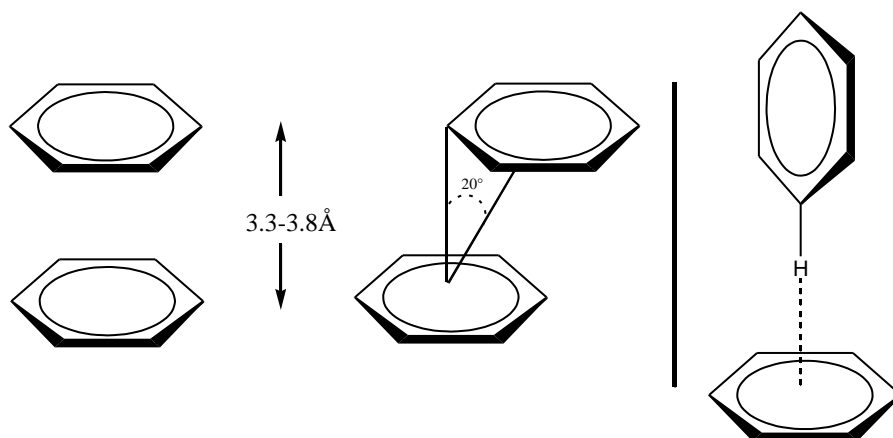


Figura 8. Arreglos estructurales de los anillos aromáticos.

Por otro lado, se sabe [32] que el “enlace de hidrógeno” es sin duda el más importante de las interacciones no covalentes en el diseño de arquitecturas supramoleculares, debido a su fuerza y alto grado de direccionalidad representa a un tipo especial de interacción dipolo-dipolo entre un donador de protones (D) y un receptor de protones (A). En la naturaleza existe una serie importante de “bloques de construcción” que son abundantes en donadores y receptores de enlaces de hidrógeno (por ejemplo, aminoácidos, hidratos de carbono y bases nitrogenadas). Este tipo de enlace se ejemplifica en la Figura 9.

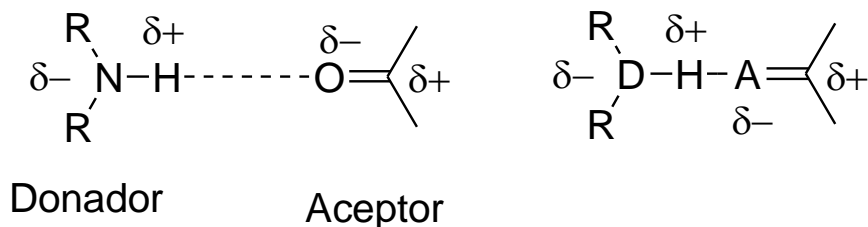


Figura 9. En esta figura se muestra a un grupo carbonilo aceptando un enlace de hidrógeno de un grupo amina secundaria (a) y (b) la manera general de expresar a los átomos donadores y aceptores (D, átomo donador, A átomo aceptor).

La fuerza de los enlaces de hidrógeno puede ser muy diferente entre los diversos sistemas y no está necesariamente relacionada con la acidez de Brønstead del protón

donador. Eso depende del tipo de átomo electronegativo al que se encuentre unido el átomo de hidrógeno y la geometría que adopta el enlace de hidrógeno en la estructura.

Las geometrías que puede adquirir el enlace de hidrógeno (Figura 10) se denominan *interacciones de enlace de hidrógeno primarias* - esto significa que hay una interacción directa entre el grupo donador y el grupo aceptor. También existen *interacciones secundarias* entre los grupos vecinos que deben ser consideradas. Las cargas parciales de los átomos adyacentes pueden aumentar la fuerza de unión en virtud de la atracción entre cargas opuestas o disminuir la afinidad debido a la repulsión entre cargas iguales [32].

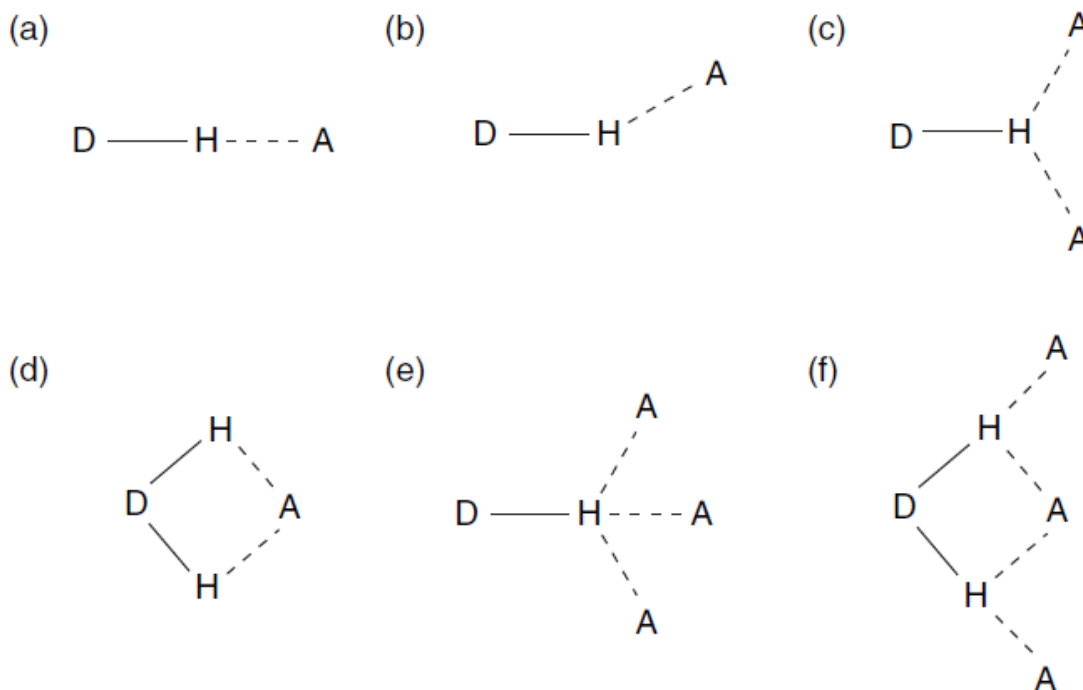


Figura 10. Varios tipos de geometrías que adopta el enlace de hidrógeno: a) lineal, b) doblado, c) donante bifurcada, d) aceptor bifurcada, e) trifurcada, f) bifurcada tres centros.

La geometría de un enlace de hidrógeno y el tipo de donador y aceptor de los grupos determinan la fuerza, duración y naturaleza de la interacción. Las interacciones de enlaces de hidrógeno se pueden dividir en tres grandes categorías en la química supramolecular (Tabla 3) que sin embargo resultan de mayor utilidad en la ingeniería de cristales.

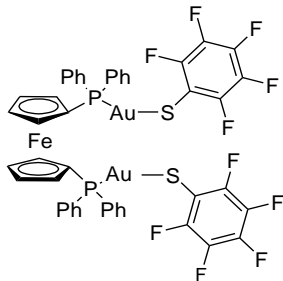
Tabla 3. Interacciones del Enlace de hidrógeno y sus propiedades (A, aceptor; D, donador).

Interacción/propiedades	Fuerte	Moderada	Débil
D-H...A	Fuertemente covalente	Fuertemente electrostática	electrostática
Energía de enlace (kJ/mol)	60-120	16-60	< 12
Longitud de enlace (Å)			
H...A	1.2-1.5	1.5-2.2	2.2-3.2
D...A	2.2-2.5	2.5-3.2	3.2-4.0
Ángulo de enlace (grados, °)	175-180	130-180	90-150
Ejemplos	HF H ₅ O ₂ ⁺ --	Ácidos Alcoholes ADN/ARN	C-H...A D-H...π --

CAPITULO 2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

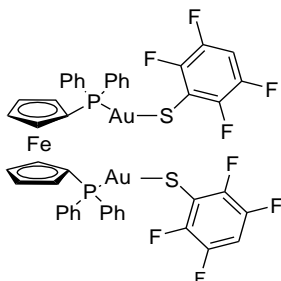
2.1. Generalidades

Durante el desarrollo de este proyecto se sintetizaron los siguientes compuestos:



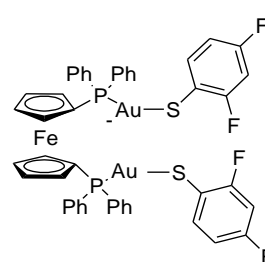
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆F₅)₂]
([dppf(AuSC₆F₅)₂])

(1)



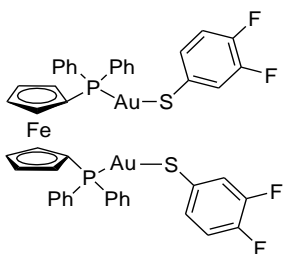
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆F₄-4-H)₂]
([dppf(AuSC₆F₄-4-H)₂])

(2)



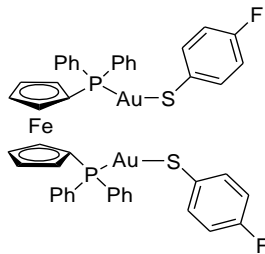
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆H₃-2,4-F)₂]
([dppf(AuSC₆H₃-2,4-F)₂])

(3)



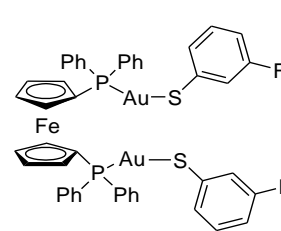
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆H₃-2,4-F)₂]
([dppf(AuSC₆H₃-2,4-F)₂])

(4)



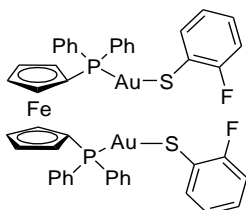
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆H₄-4-F)₂]
([dppf(AuSC₆H₄-4-F)₂])

(5)



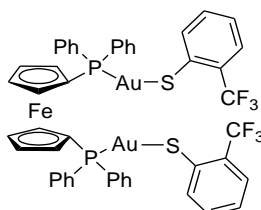
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆H₄-3-F)₂]
([dppf(AuSC₆H₄-3-F)₂])

(6)



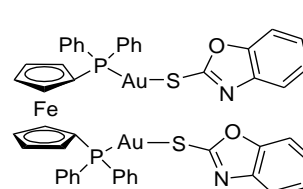
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆H₄-2-F)₂]
([dppf(AuSC₆H₄-2-F)₂])

(7)



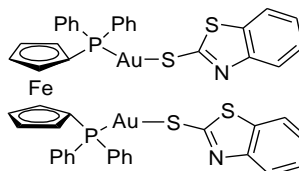
[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuSC₆H₄-2-CF₃)₂]
([dppf(AuSC₆H₄-2-CF₃)₂])

(8)



[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuS-benzoxazol)₂]
([dppf(AuS-benzoxazol)₂])

(9)



[1,1-bis(difenilfosfinoferroceno)(AuS-benzotiazol)₂]
([dppf(AuS-benzotiazol)₂])

(10)

El precursor de estos compuestos fue sintetizado siguiendo el procedimiento descrito en la literatura [28] según el esquema en la Figura 11:

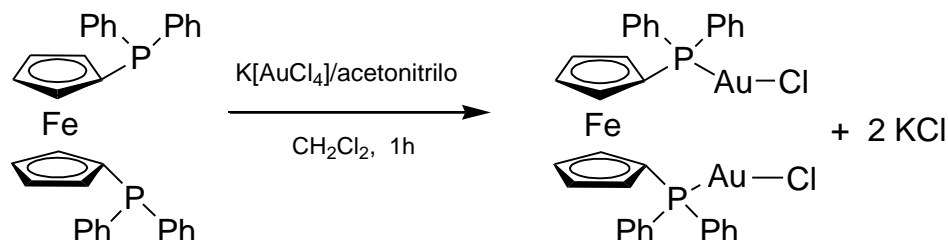


Figura 11. Esquema de reacción de obtención del compuesto de coordinación precursor $[dppf-Au_2Cl_2]$.

Después de obtenido el compuesto de coordinación $[dppf-Au_2Cl_2]$, se hace reaccionar con las diferentes sales de plomo (II) del tipo $[Pb(SR^F)_2]$ que, a través de reacciones de metátesis, dan lugar a los compuestos **1-10** siguiendo el esquema que se muestra en la Figura 12:

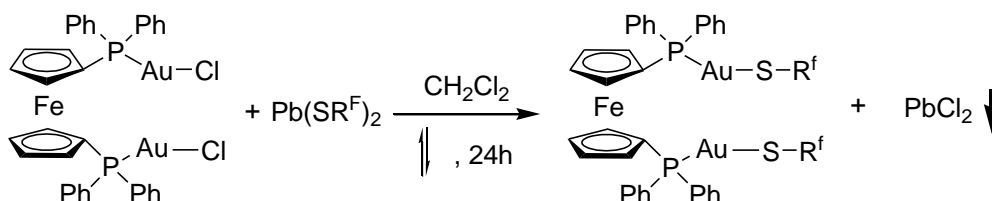


Figura 12. Esquema de reacción general de metátesis para la obtención de los diferentes tiolatos de Au (I).

2.2. Caracterización

Los complejos $[dppf-(AuSR^F)_2]$ obtenidos (compuestos **1-10**) fueron caracterizados por:

- 1.- Espectrometría de masas (EM) en su modalidad de FAB^+ .
- 2.- Resonancia magnética nuclear de protón, fósforo y flúor (RMN de 1H , $^{31}P\{^1H\}$ y $^{19}F\{^1H\}$).
- 3.- Análisis elemental (AE).
- 4.- Difracción de Rayos-X de monocristal para aquellos compuestos en los cuales fue posible obtener cristales adecuados.

Para poder hacer una fácil asignación de las señales en los espectros de RMN se presenta la Figura 13 donde se hace referencia a las posiciones de los átomos de

hidrógeno en toda la serie de compuestos y donde, por claridad, solo en el Espectro 1 de RMN de ^1H del compuesto (**2**) se muestra la figura con dicha asignación.

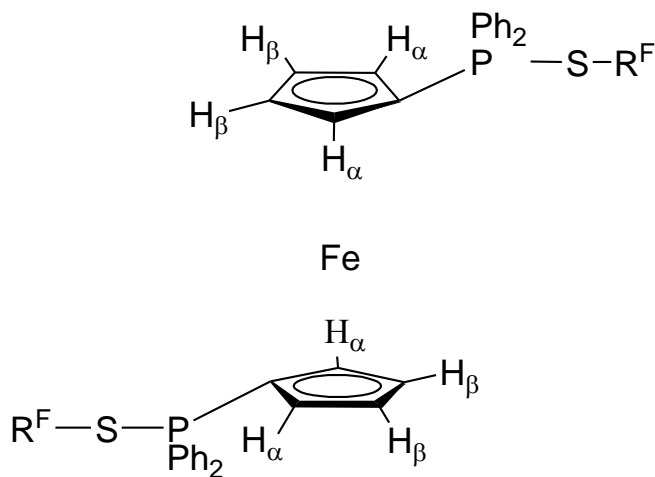


Figura 13. Representación de las posiciones de los protones de la parte ferrocénica para los compuesto **1-10**.

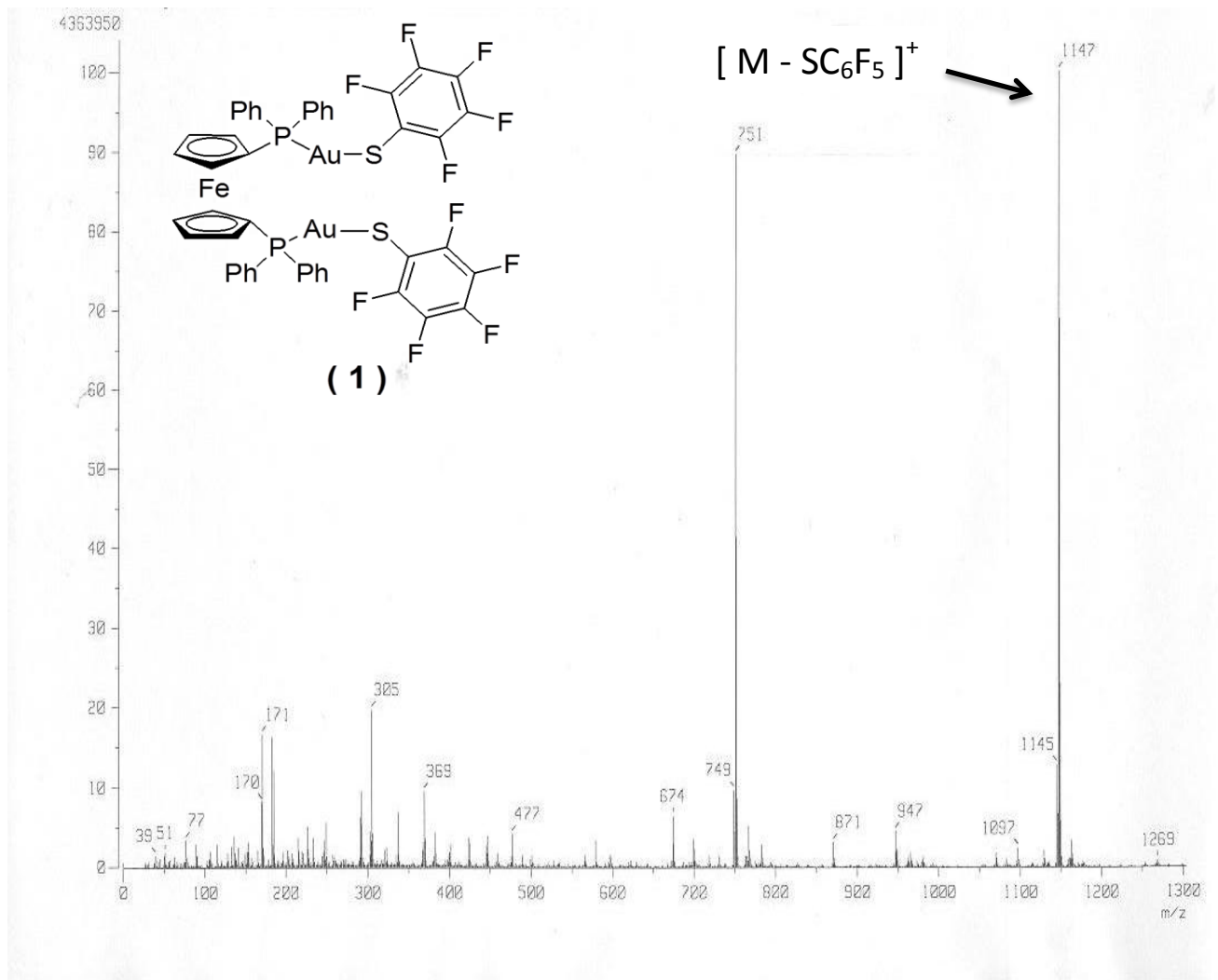
2.2.1 Compuesto [dppf-(AuSC₆F₅)₂] (**1**)

El compuesto **1** se obtuvo como un sólido naranja de la reacción entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆F₅)₂]; con un rendimiento del 65% en base a [dppf-Au₂Cl₂]. Tiene un punto de descomposición mayor a 200°C. Es soluble en disolventes comunes tales como acetona, diclorometano y acetato de etilo.

Hay que hacer notar que para este compuesto se encuentra una ruta sintética reportada [29] diferente a la que en este trabajo se presenta. Además, su estructura de rayos-X de monocristal es reportada por primera vez.

2.2.1.1. EM-FAB⁺

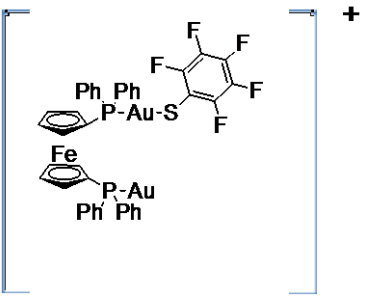
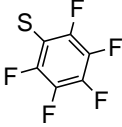
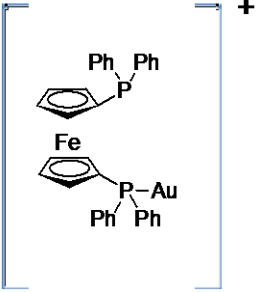
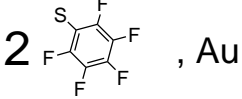
Para el compuesto **1** se obtuvo el siguiente espectro de masas:



Espectro 1. Espectro de EM-FAB⁺ obtenido para **1**.

En este espectro de masas no se observa el ion molecular (M^+), sin embargo sí se detecta la pérdida de un grupo fluorobencilato (marcado en el espectro como $[M^+ - SC_6F_5]^+$) que corresponde a la relación masa/carga (m/z) de 1147, que también es el pico base en este espectro. El pico en $m/z = 751$ corresponde a la pérdida de los dos grupos fluorobencilato con un átomo de oro, como se muestra en la tabla siguiente (Tabla 4):

Tabla 4. Fragmentos detectados por medio de EM del compuesto 1.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1360 (M^+)	No se observa	---
1147 (100%)		
751 (92%)		

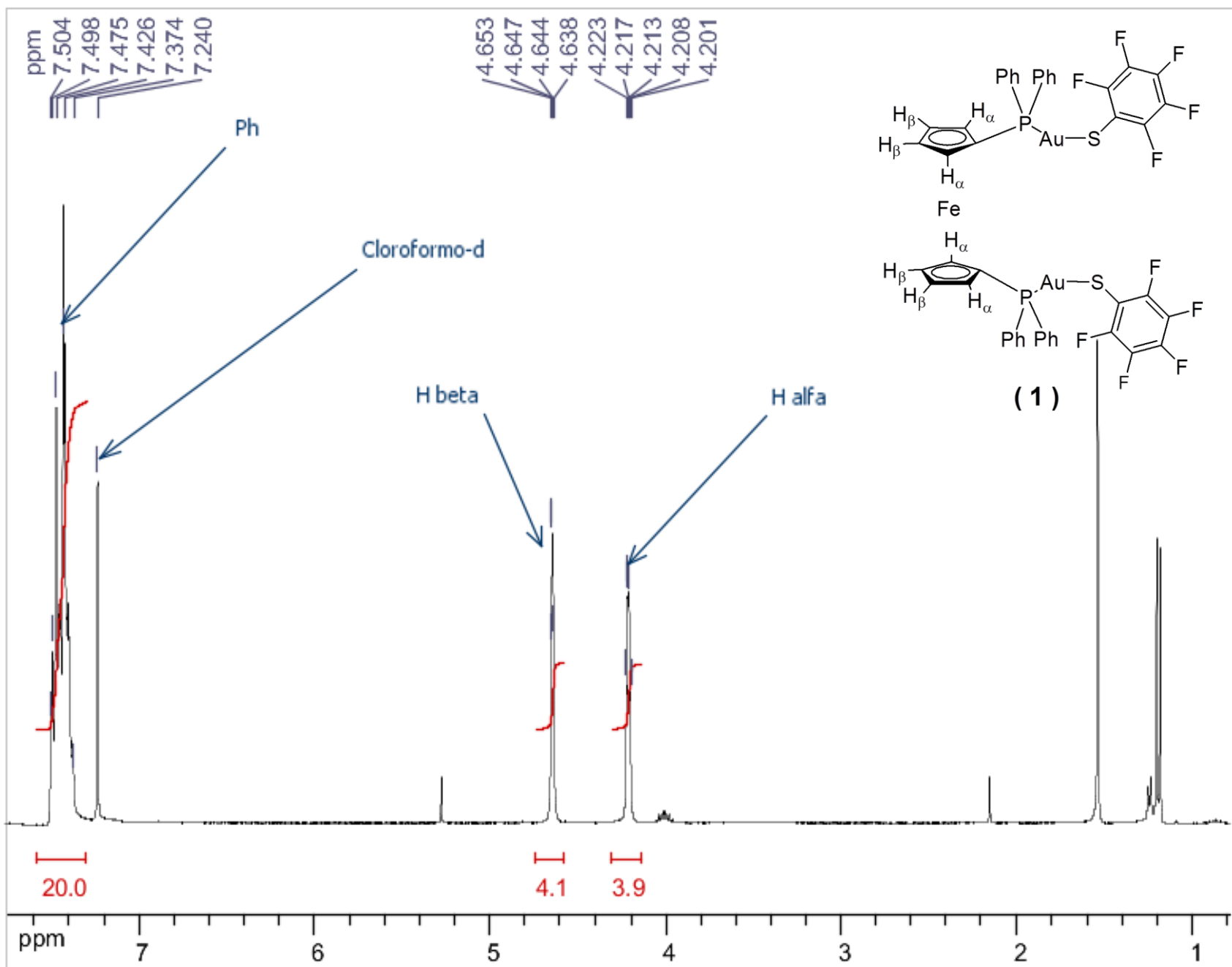
2.2.1.2. RMN de ^1H

En el Espectro 2 correspondiente al compuesto (1), se observan dos multipletes con desplazamientos químicos de $\delta = 4.2$ y 4.6 ppm debida a los dos tipos de protones α y β de los ciclopentadienilos de la parte ferrocénica en la molécula, respectivamente (Figura 13). Solo aparecen dos señales debido a que los protones son equivalentes. Entre $\delta = 7.4$ y 7.5 ppm se encuentra un multiplete debido a los protones de los anillos aromáticos unidos a los átomos de fósforo.

Para este compuesto, todas las señales descritas anteriormente son congruentes con lo reportado en la literatura [29].

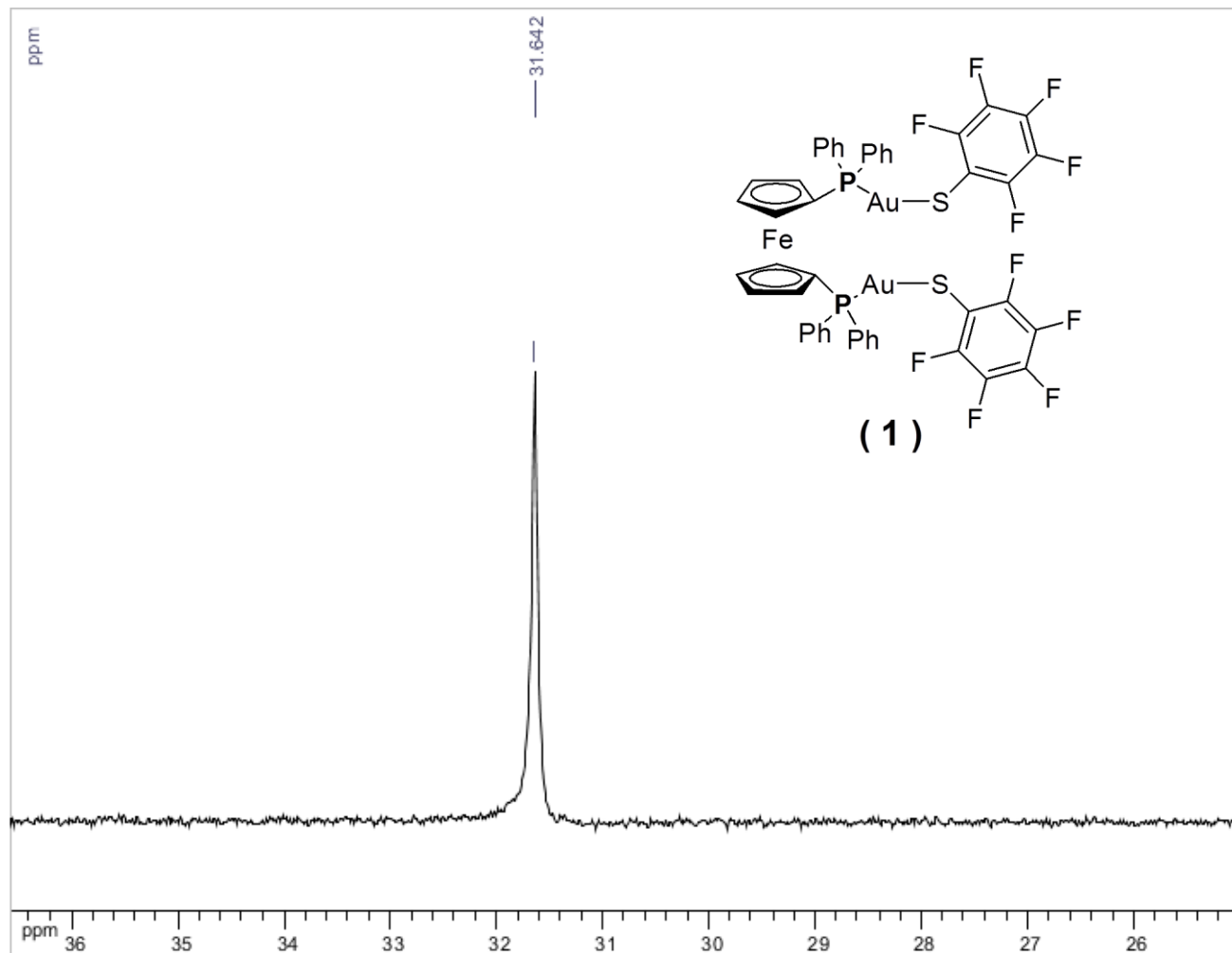
Las señales que se encuentran entre $\delta = 0.8$ y 2.2 ppm corresponden a los disolventes empleados en la reacción y purificación del producto.

Espectro 2. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **1** usando como disolvente Cloroformo- d_3 a 25°C.



2.2.1.3. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

Enseguida se presenta el espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ del compuesto **1**:

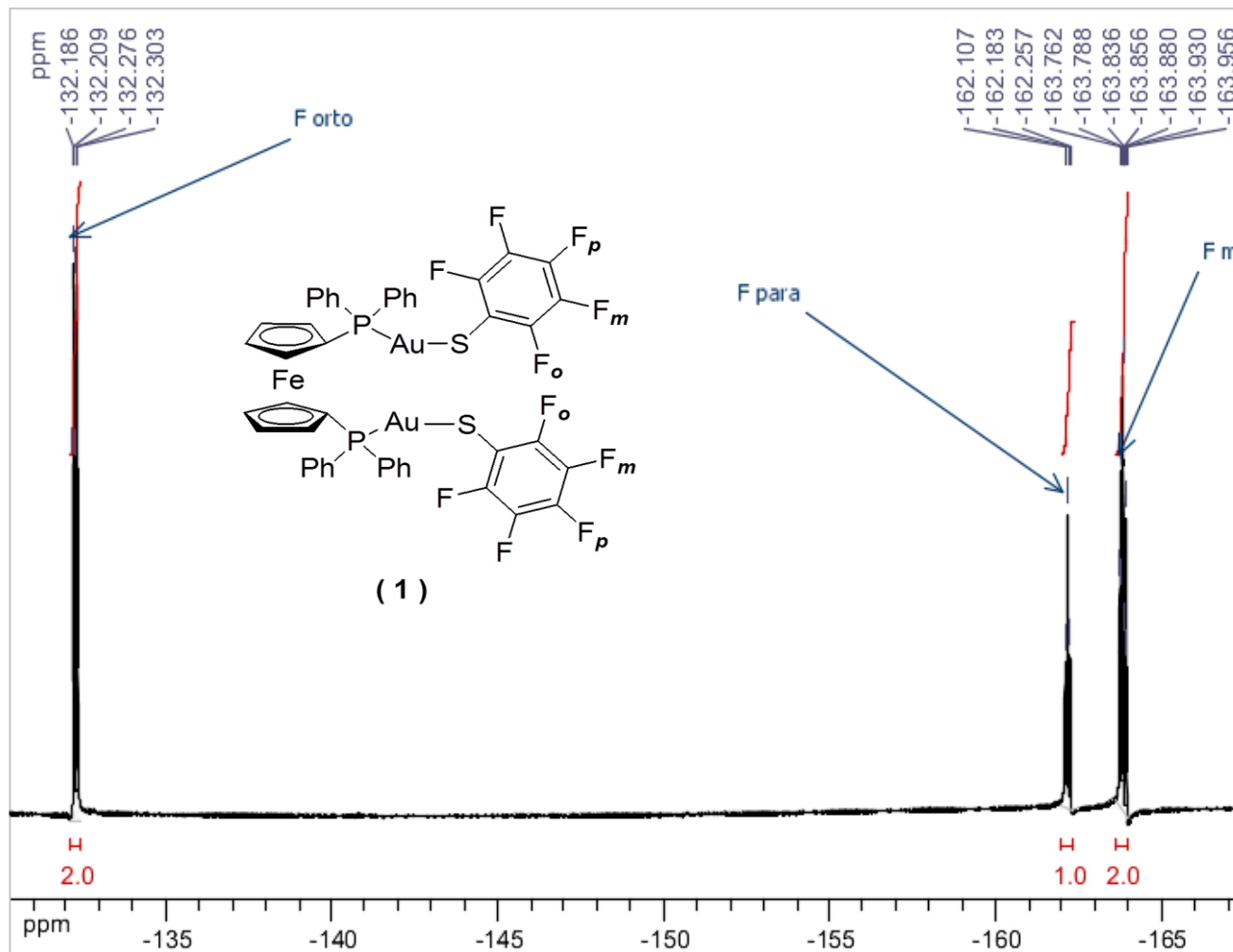


Espectro 3. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **1** usando como disolvente Cloroformo-*d* y a 25°C.

En el espectro anterior aparece un singlete en $\delta = 31.6$ ppm lo cual indica que los átomos de fósforo son equivalentes debido a que el ambiente electrónico en el que se encuentra es similar. Dicha observación concuerda con lo reportado en la literatura [29].

2.2.1.4. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

A continuación se presenta el espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ del compuesto **1**:



Espectro 4. Espectro de RMN de ^{19}F a 282MHz del compuesto **1** usando como disolvente Cloroformo- d_3 y a 25°C.

En este espectro se observan tres señales debidas a los tres diferentes tipos de átomos de flúor. Al hacer una ampliación de estas tres señales se puede observar su multiplicidad (Figura 14).

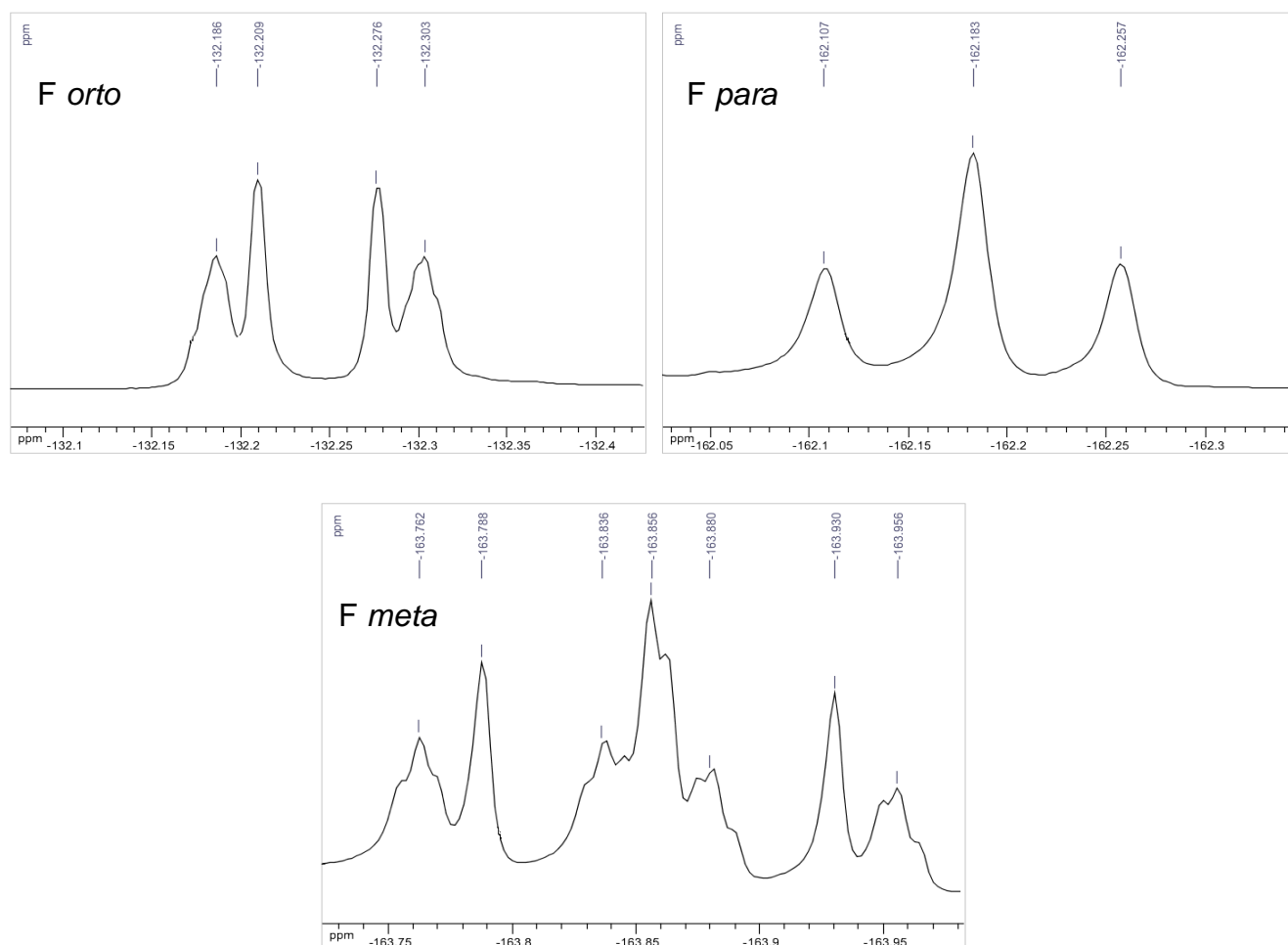


Figura 14. Ampliación de las tres señales que aparecen en el espectro 4 de RMN de ^{19}F del compuesto 1 donde se observa su multiplicidad.

De la Figura 14, del lado superior izquierdo se puede observar un doblete dobleteado que esta en un desplazamiento químico $\delta = -132\text{ppm}$ asignada a los átomos de flúor en posición *orto* en los anillos del fluorobencitolato de este compuesto, deduciendo así que presenta acoplamiento a tres y cuatro enlaces de distancia con dos átomos de flúor dentro del mismo anillo. Los valores de estas constantes son $^3J_{\text{F-F}}=18.9\text{ Hz}$ y $^4J_{\text{F-F}}=6.6\text{ Hz}$. Por otro lado, del lado superior derecho de esta misma figura, tenemos un triplete en $\delta = -162\text{ ppm}$ correspondiente al átomo de flúor en posición *para* dentro del anillo fluorobencitolato con una constante de acoplamiento a tres enlaces de distancia de $^3J_{\text{F-F}} = 21.5\text{ Hz}$. La imagen restante muestra un multiplete con un desplazamiento químico de $\delta = -163$ correspondiente a los átomos de flúor en posición *meta* dentro del anillo pentafluorobencitolato.

2.2.1.5. Difracción de rayos –X de monocristal

Por medio de una recristalización bifásica en una mezcla de disolventes diclorometano/isopropanol se obtuvieron cristales adecuados del compuesto **1** para su estudio por difracción de rayos-X de monocristal; el diagrama ORTEP se muestra a continuación:

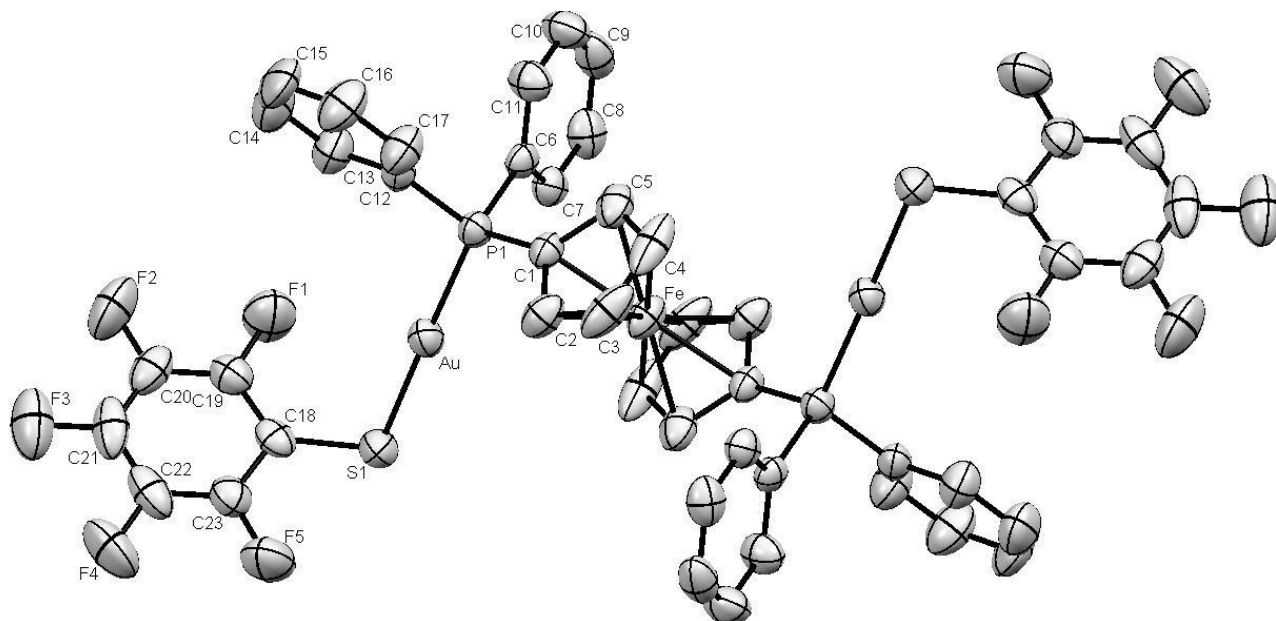


Figura 15. Diagrama ORTEP al 50% de probabilidad del compuesto **1**. Los átomos de hidrógeno se omiten por claridad.

La estructura muestra dos centros de Au(I) coordinados cada uno a un átomo de fósforo del ligante dppf y completando la esfera de coordinación están dos grupos tiolato, cada uno de estos grupos está coordinado por el átomo de azufre a cada uno de los átomos de oro de manera prácticamente lineal con ángulos de $178.53(7)^\circ$. Cada uno de los “brazos” de esta estructura se encuentran en dirección opuesta uno del otro, probablemente por cuestiones estéricas y como consecuencia no exhibe interacciones aurofílicas intramoleculares.

Distancias y ángulos de enlace de interés para el compuesto **1** se muestran en las tablas 5 y 6 respectivamente.

Tabla 5. Distancias de enlace de interés del compuesto **1**.

Distancias de enlace [Å]			
Au-S(1)	2.2977(18)	P(1)-C(6)	1.797(6)
S(1)-C(18)	1.763 (7)	P(1)-C(12)	1.809(7)
P(1)-C(1)	1.794(6)		

Tabla 6. Ángulos de enlace de interés del compuesto **1**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au-S(1)	178.53(7)	C(1)-P(1)-Au	114.2(2)
C(6)-P(1)-Au	113.8(2)	C(18)-S(1)-Au	102.0(2)
C(12)-P(1)-Au	111.8(2)		

2.2.2. Caracterización de [dppf-(AuSC₆F₄-4-H)₂] (**2**)

El compuesto **2** se obtuvo como un sólido naranja a partir de la reacción entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆F₄-4-H)₂] con un rendimiento del 52.4% con respecto a [dppf-Au₂Cl₂]. El producto es poco soluble en diclorometano, 1,2-dicloroetano y en cloroformo e insoluble en acetona. Tiene un punto de descomposición mayor a 200°C.

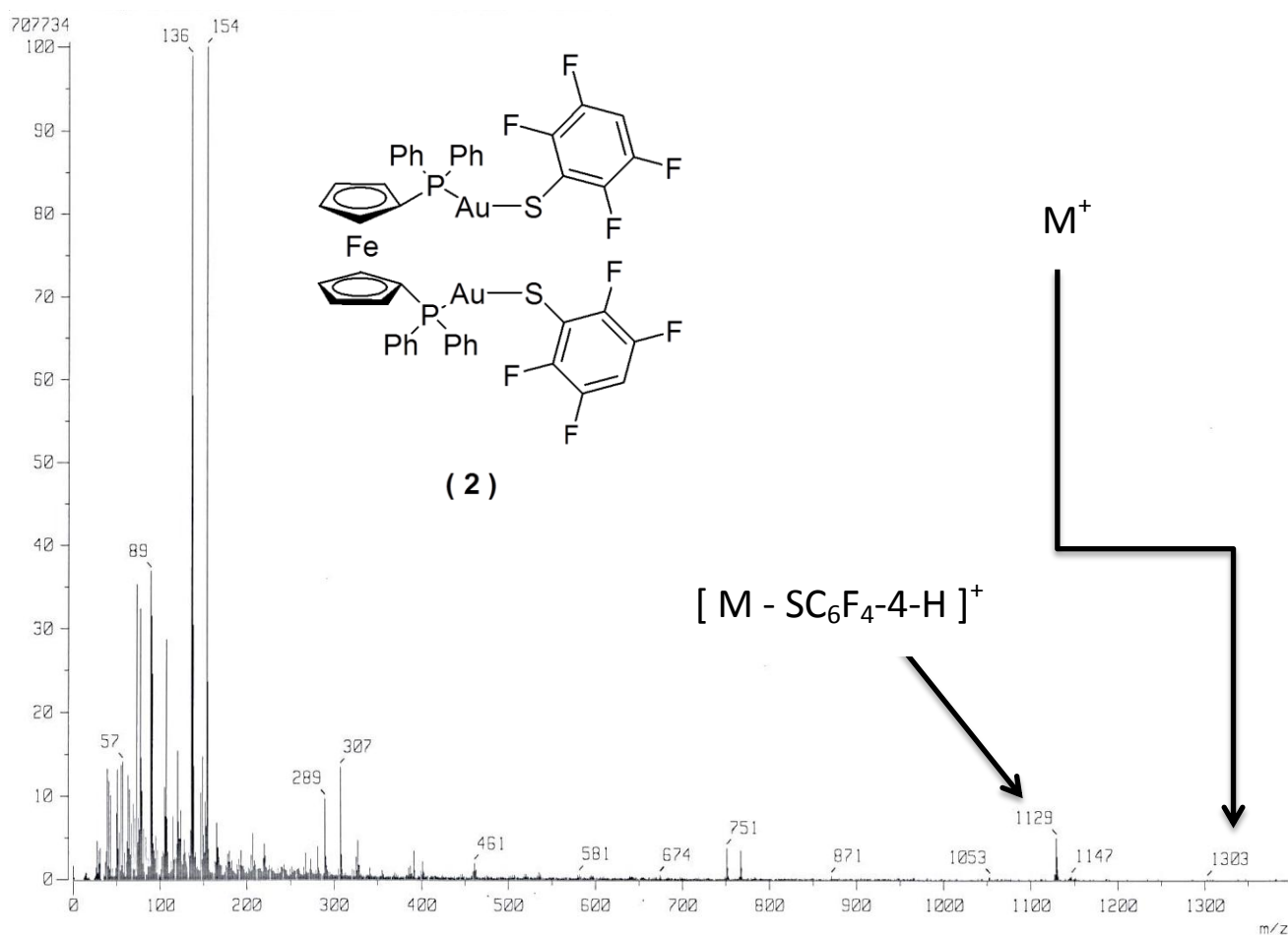
2.2.2.1. Análisis Elemental

Experimental: %C=42.69%; %H= 2.44%.

Calculado: %C= 42.16%; %H= 2.31%

2.2.2.2.EM-FAB⁺

Para el compuesto **2** se obtuvo el siguiente espectro de masas:



Espectro 5. Espectro de EM-FAB⁺ del compuesto **2**.

El análisis de este espectro (Espectro 5) muestra que el ion molecular (M⁺) aparece en una relación masa carga, m/z, de 1310 con solamente el 1% de abundancia. En m/z de 1129 se observa la pérdida de un grupo fluorobencilato, que en el espectro se marca como [M⁺ - SC₆F₄-4-H]⁺, con el 7% de abundancia. Estas bajas abundancias se pueden deber a que el compuesto es poco soluble en disolventes tales como diclorometano, cloroformo y 1,2-dicloroetano. Los fragmentos antes mencionados se describen en la Tabla 7.

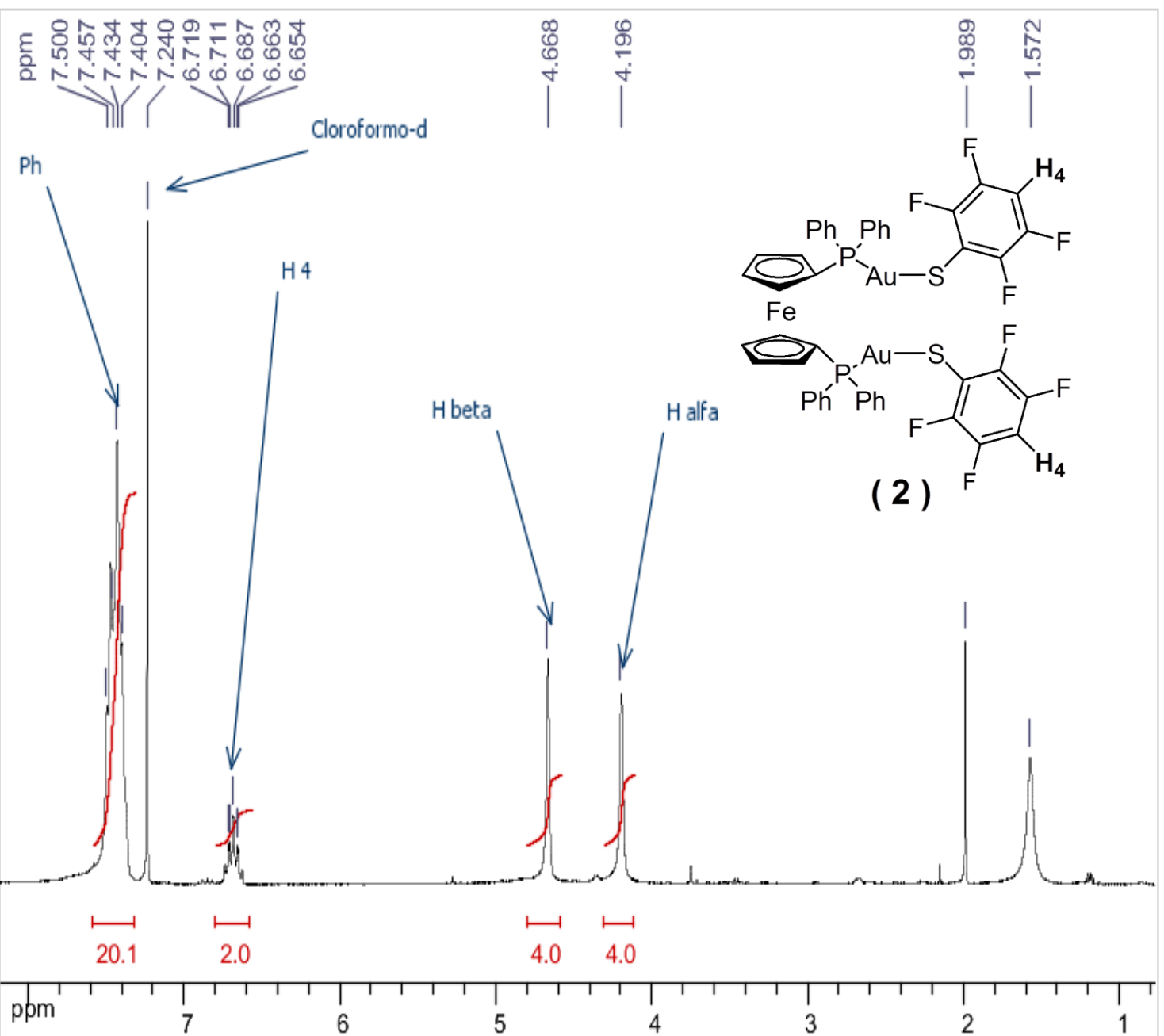
Tabla 7. Fragmentos detectados por medio de EM en el compuesto 2.

m/z(% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1310 (1%)		e^-
1129 (7%)		
751 (4%)		

2.2.2.3. RMN de ^1H

De esta prueba espectroscópica se obtiene más información para este compuesto. Así, entre $\delta = 7.5$ y 7.2 ppm se encuentra una señal compleja debida a los protones de los anillos aromáticos unidos a los átomos de fósforo. El multiplete que se encuentra en un desplazamiento químico $\delta = 6.7$ ppm corresponde al único protón que está en el anillo del tiolato fluorado $\text{SC}_6\text{F}_4\text{-4-H}$ (Figura 16). Esta multiplicidad se debe a que tanto el átomo de hidrógeno como aquellos de flúor tienen un espín de $\frac{1}{2}$ por lo que hay acoplamiento fuerte entre ellos y las reglas utilizadas para el acoplamiento protón-flúor son las mismas que para el acoplamiento protón-protón [30].

Adicionalmente tenemos dos señales más, una en $\delta = 4.2$ ppm y otra en $\delta = 4.7$ ppm, estos dos singletes pertenecen a los protones α y β de los anillos Cp de la parte ferrocénica del compuesto **2**, respectivamente. Mientras que las señales que se encuentran entre $\delta = 1.94$ y 1.52 ppm son debidas a los disolventes usados al llevar a cabo la reacción y purificación de esta especie.



Espectro 6. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **2** usando como disolvente Cloroformo-*d* a 25°C

Una ampliación de la zona aromática del Espectro 6 (Figura 16) permite calcular las constantes de acoplamiento para el protón en $^{-}\text{SC}_6\text{F}_4\text{-4-H}$. Encontramos que el protón está acoplado a 3 y a 4 enlaces de distancia con los átomos de flúor ($^3J_{\text{F-H}}=9.81\text{Hz}$; $^4J_{\text{F-H}}=7.2\text{Hz}$).

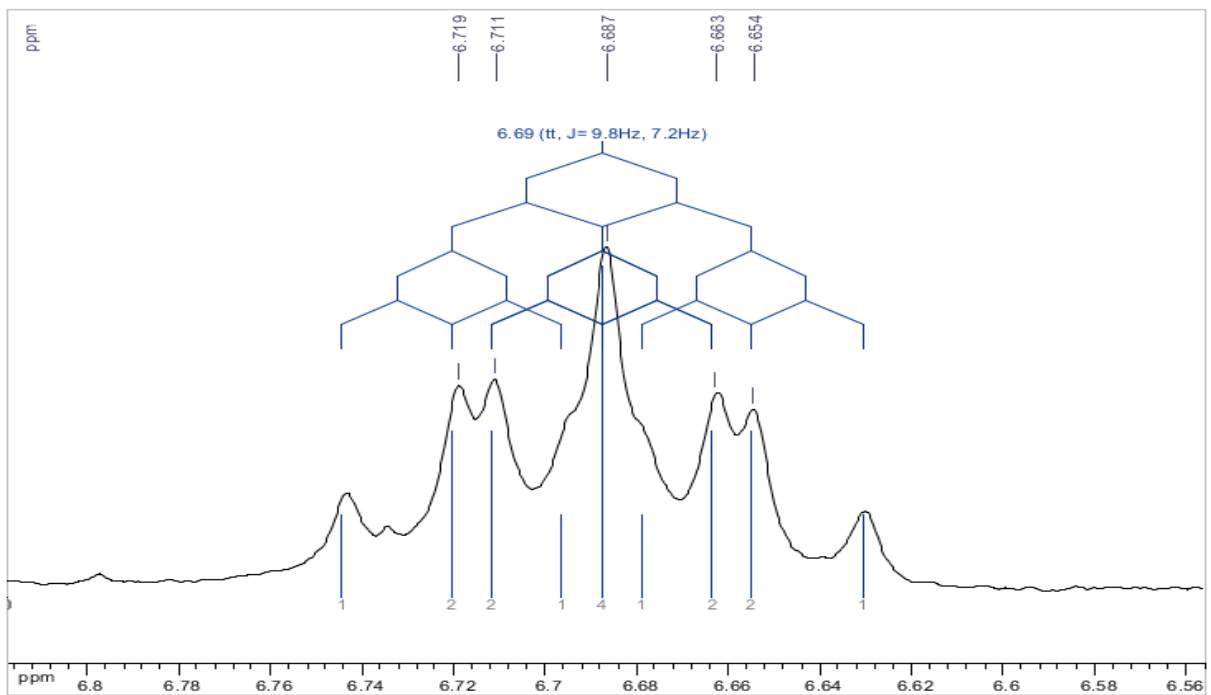
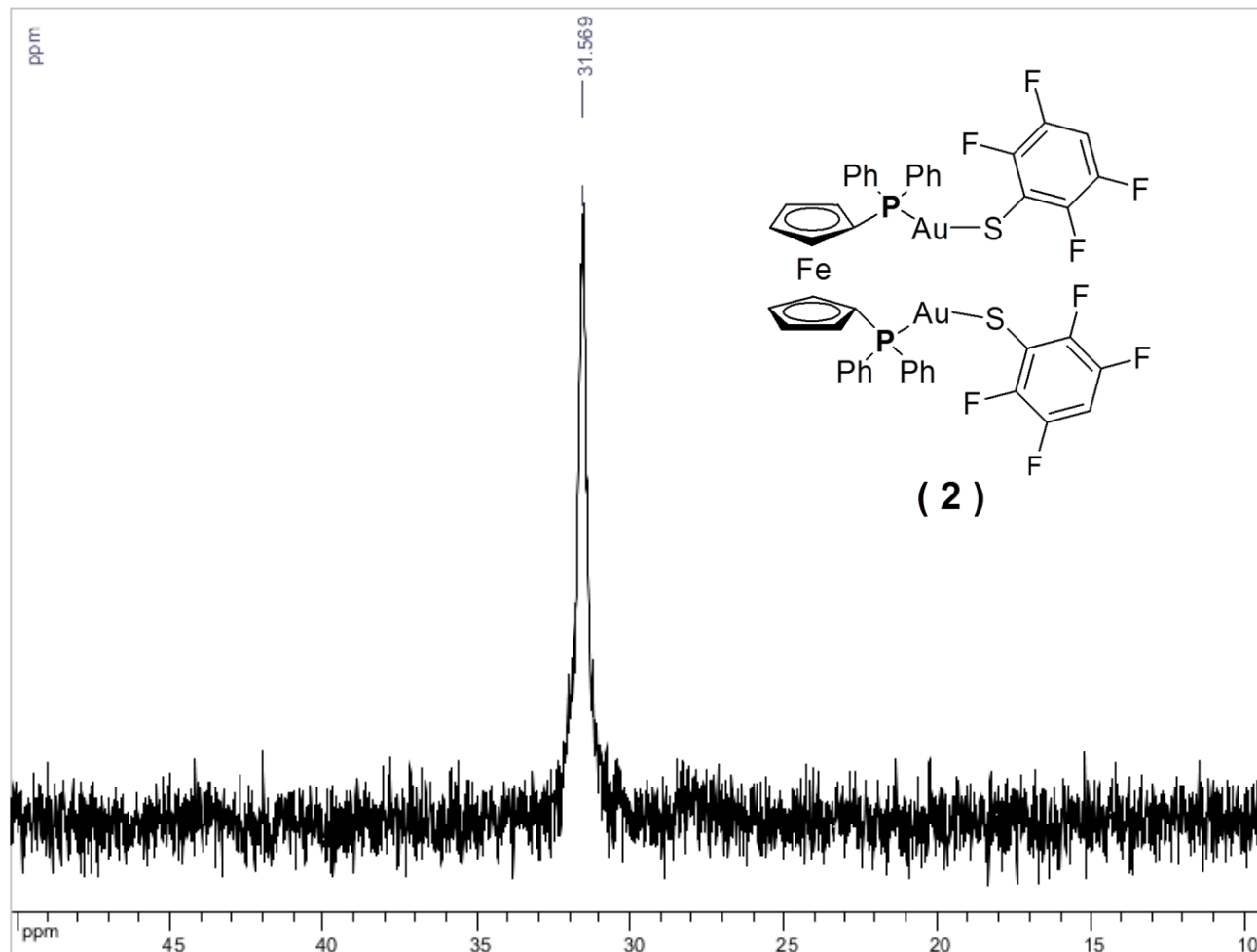


Figura 16. Ampliación del espectro de RMN- ^1H para el único protón del grupo $\text{SC}_6\text{F}_4\text{-4-H}$ del compuesto **2** donde se observan acoplamientos H-F.

2.2.2.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

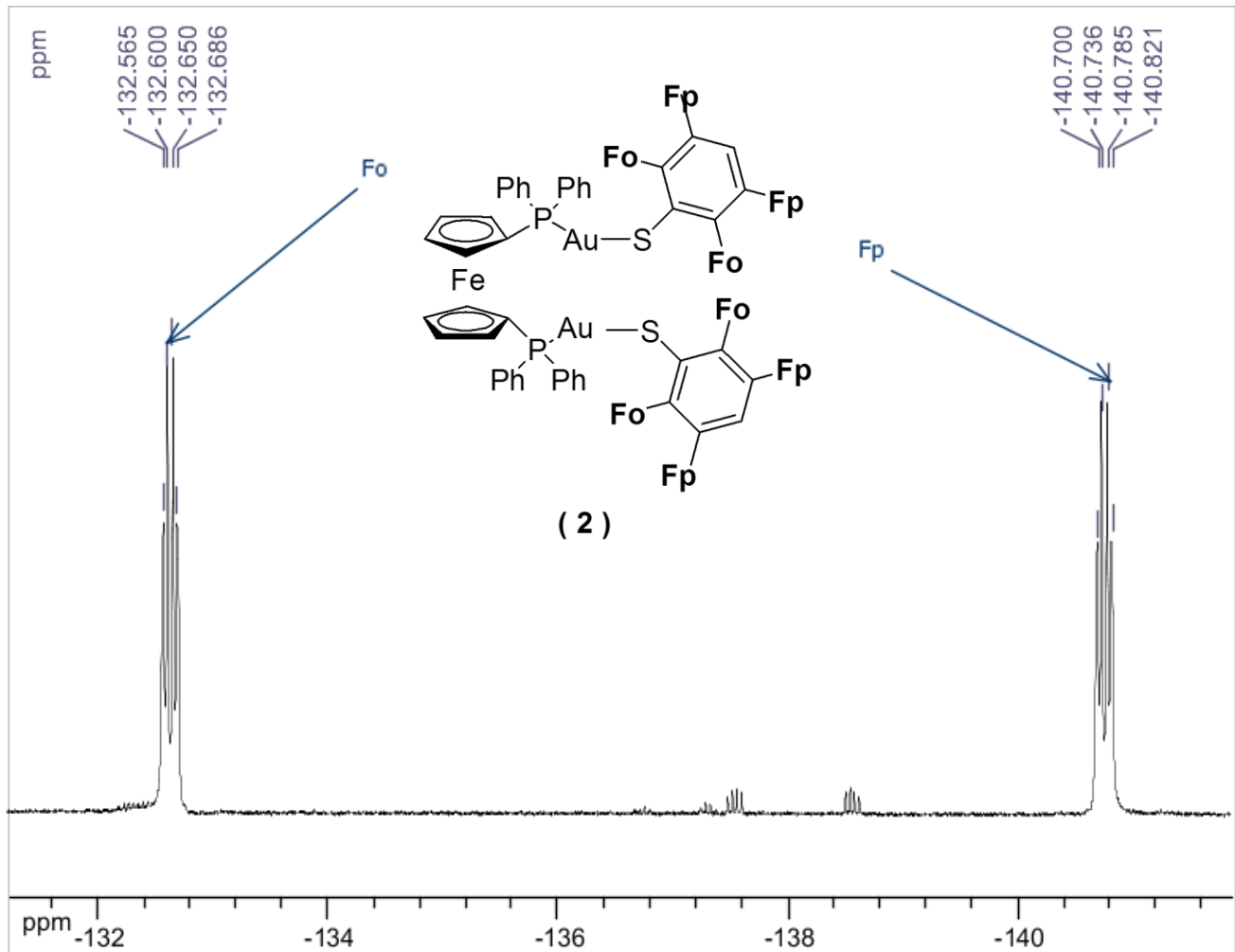
La RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ de este compuesto (**2**) muestra una sola señal en un desplazamiento químico $\delta = 31.6$ ppm. Al ser un singulete inferimos que los átomos de son equivalentes, lo cual es congruente con la estructura propuesta (Espectro 7).



Espectro 7. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **2** usando como disolvente Cloroformo-*d* y 25°C

2.2.2.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

A continuación se muestra el espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ del compuesto **2**:



Espectro 8. Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 295MHz del compuesto **2** disuelto en Cloroformo- d_3 y 25°C

En el espectro RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ de este compuesto (**2**), observamos dos señales multipletes que son debidas a los átomos de flúor presentes en la estructura. Una de ellas con un desplazamiento químico δ -132 ppm y otra en δ -140 ppm correspondientes a los átomos de flúor en posición *orto* y *meta*, respectivamente. El hecho de que tengamos únicamente dos tipos de flúor en ambientes electrónicos diferentes indica que los átomos de flúor en cada uno de los grupos tiolato son equivalentes.

Al hacer una expansión de las señales en el Espectro 14 se tiene lo siguiente:

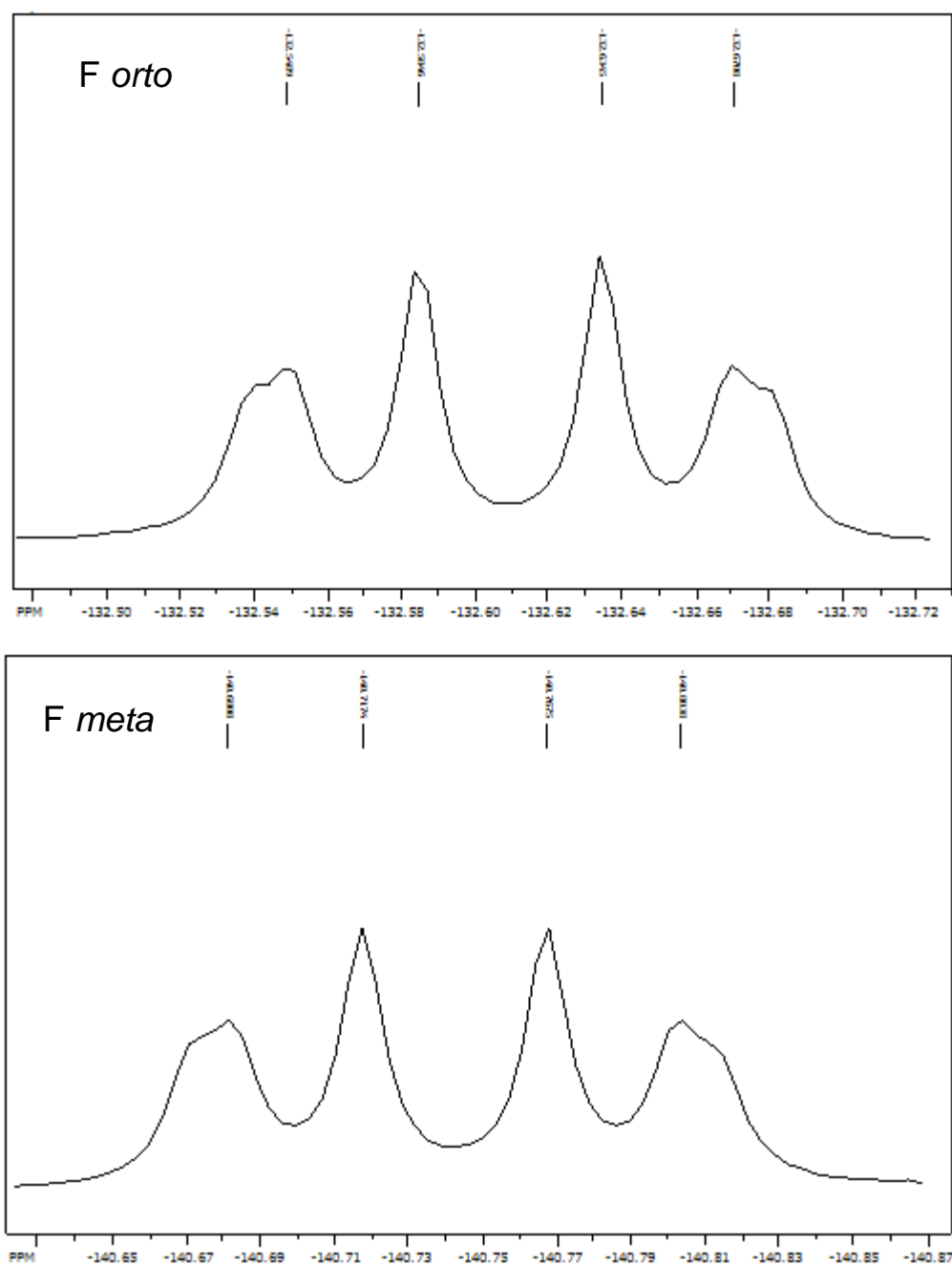


Figura 17. Ampliación de los dos multipletes encontrados en RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ del compuesto **2**. Arriba: multiplete correspondiente a los átomos de flúor en posición *orto*. Abajo: multiplete correspondiente a los átomos de flúor en posición *meta*.

De la Figura 17 se aprecia que hay acoplamiento F-F a 3 y 4 enlaces de distancia, esto debido a la multiplicidad encontrada para cada señal (dobletes dobleteados) con constantes de acoplamiento $^3J_{\text{F-F}}=14.05\text{Hz}$ y $^4J_{\text{F-F}}=10.47\text{Hz}$.

2.2.2.6. Difracción de rayos-X de monocristal

Después de una recristalización bifásica de diclorometano/acetonitrilo del compuesto **2** se obtuvieron cristales adecuados para su estudio por difracción de rayos-X de monocristal, obteniendo el siguiente diagrama ORTEP:

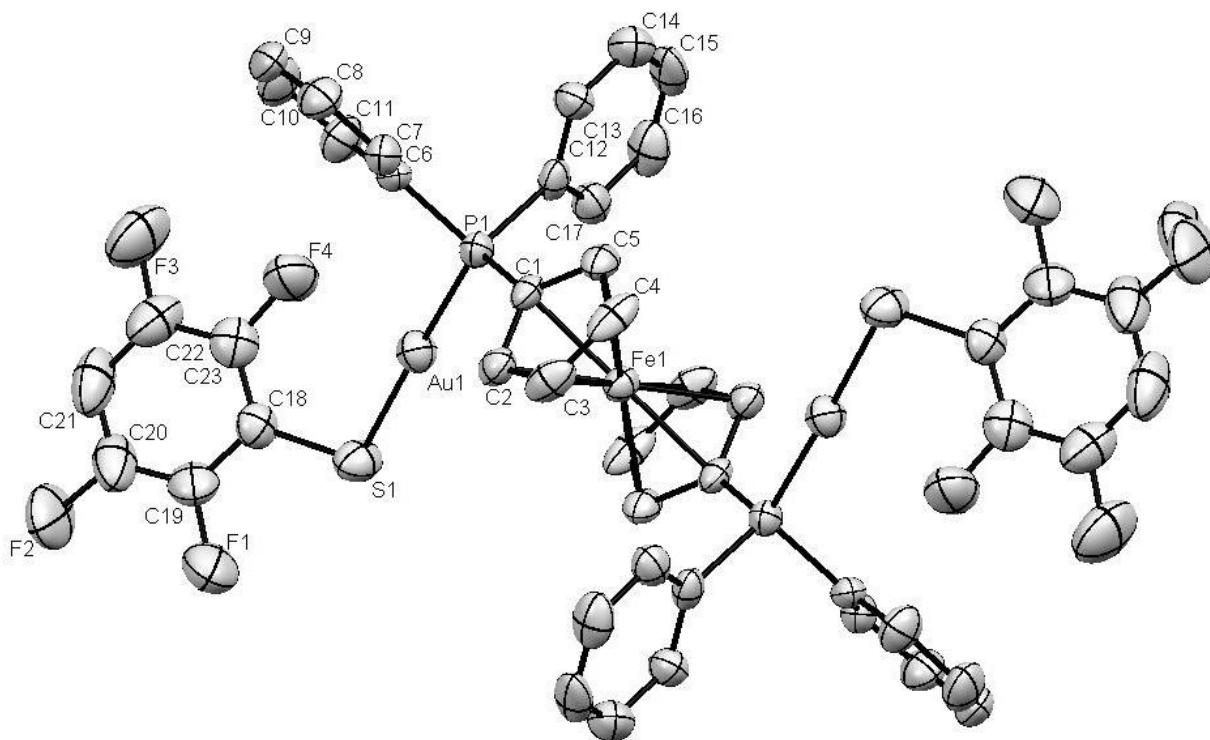


Figura 18. Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto **2** donde se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.

Este compuesto posee características muy similares, tanto geométricas como estructurales a las del compuesto **1**. El ángulo formado entre los átomos de P-Au-S es muy cercano a 180° , lo que ilustra la geometría lineal sobre el átomo de oro.

Algunas distancias y ángulos de enlace de interés se muestran en las tablas 8 y 9, respectivamente.

Tabla 8. Distancias de enlaces de interés del compuesto **2**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.2520(17)	P(1)-C(12)	1.810(6)
Au(1)-S(1)	2.2960(19)	P(1)-C(6)	1.826(6)
P(1)-C(1)	1.790(6)	S(1)-C(18)	1.751(7)

Tabla 9. Ángulos de enlace de interés del compuesto **2**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au(1)-S(1)	176.93(6)	C(18)-S(1)-Au	107.5(2)
C(1)-P(1)-Au(1)	113.2(2)	C(6)-P(1)-Au(1)	109.8
C(12)-P(1)-Au(1)	116.7(2)		

2.2.3. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₃-2,4-F₂)₂] (**3**)

El compuesto **3** se obtuvo a partir de la reacción entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆H₃-2,4-F₂)₂] con un rendimiento del 59% con respecto a la [dppf-Au₂Cl₂], el cual es un sólido naranja con punto de fusión de 178-180°C. Este compuesto es soluble en diclorometano, 1,2-dicloroetano y cloroformo; y poco soluble en acetona.

2.2.3.1. Análisis Elemental

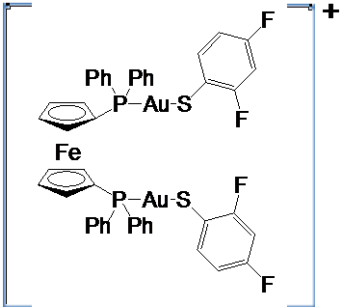
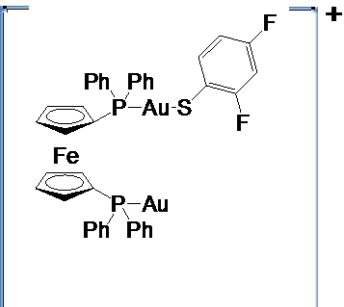
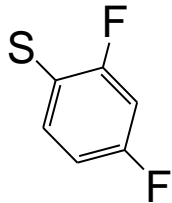
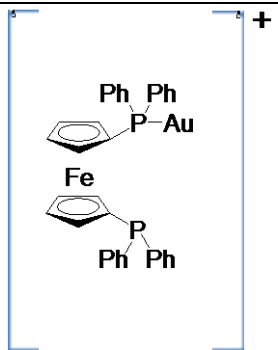
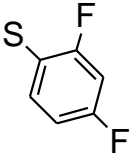
Experimental: %C=43.20% %H= 2.65%

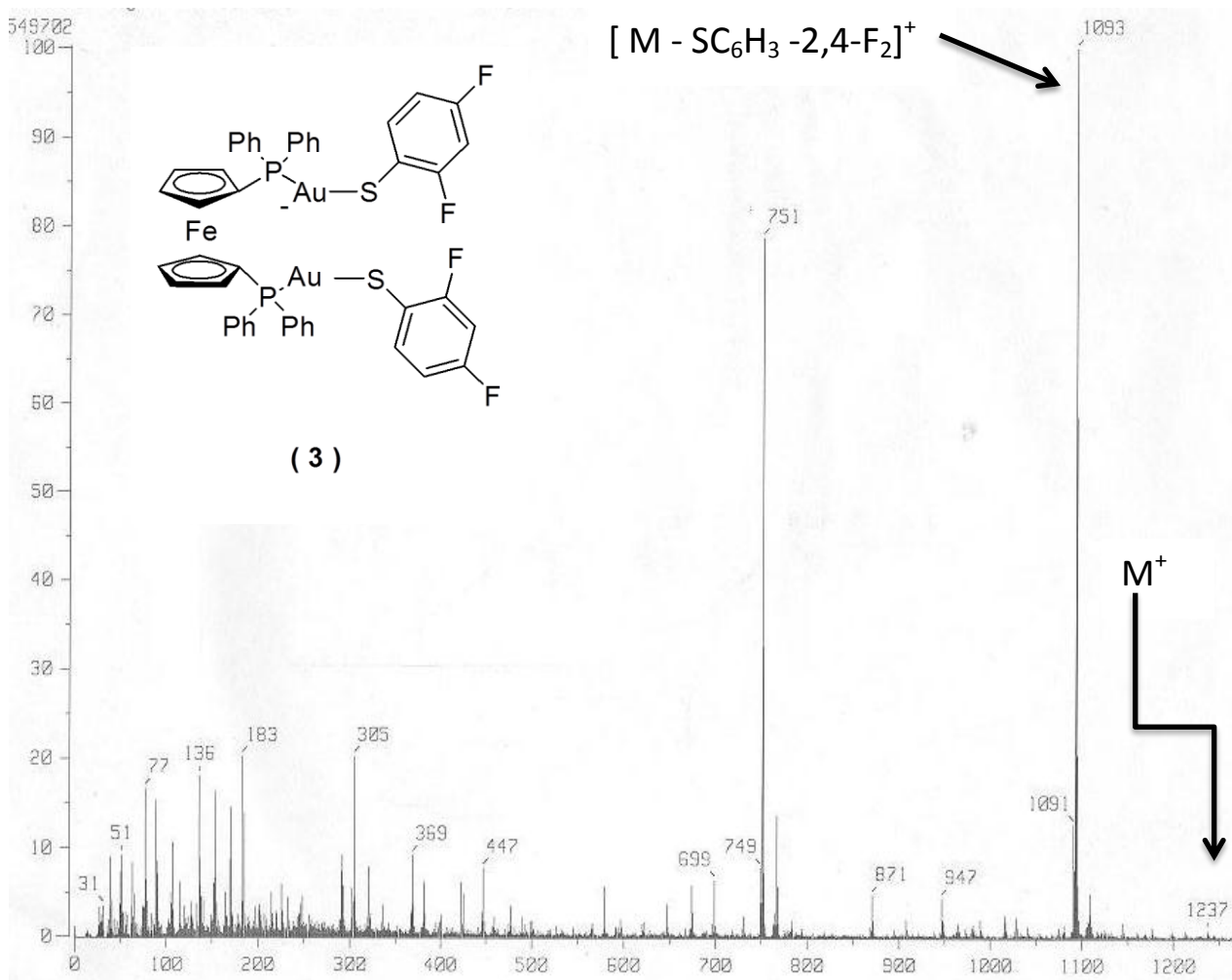
Calculado: %C= 44.61%; %H= 2.77%

2.2.3.2. EM-FAB⁺

En el espectro de masas (Espectro 15) se alcanza a distinguir el ion molecular (M⁺) con tan solo un 2% de abundancia relativa al pico base, que aparece en una relación masa/carga (m/z) de 1093 y corresponde a la pérdida de un grupo tiolato de la estructura propuesta. Una señal mas aparece con m/z de 751 y es debida a la pérdida de los dos grupos tiolato junto con un átomo de oro con un porcentaje de 83% de abundancia. En la tabla 10 se resumen estos tres picos.

Tabla 10. Fragmentos detectados del compuesto 3.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1238 (2%)		e ⁻
1093 (100%)		
751 (83%)		2  , Au

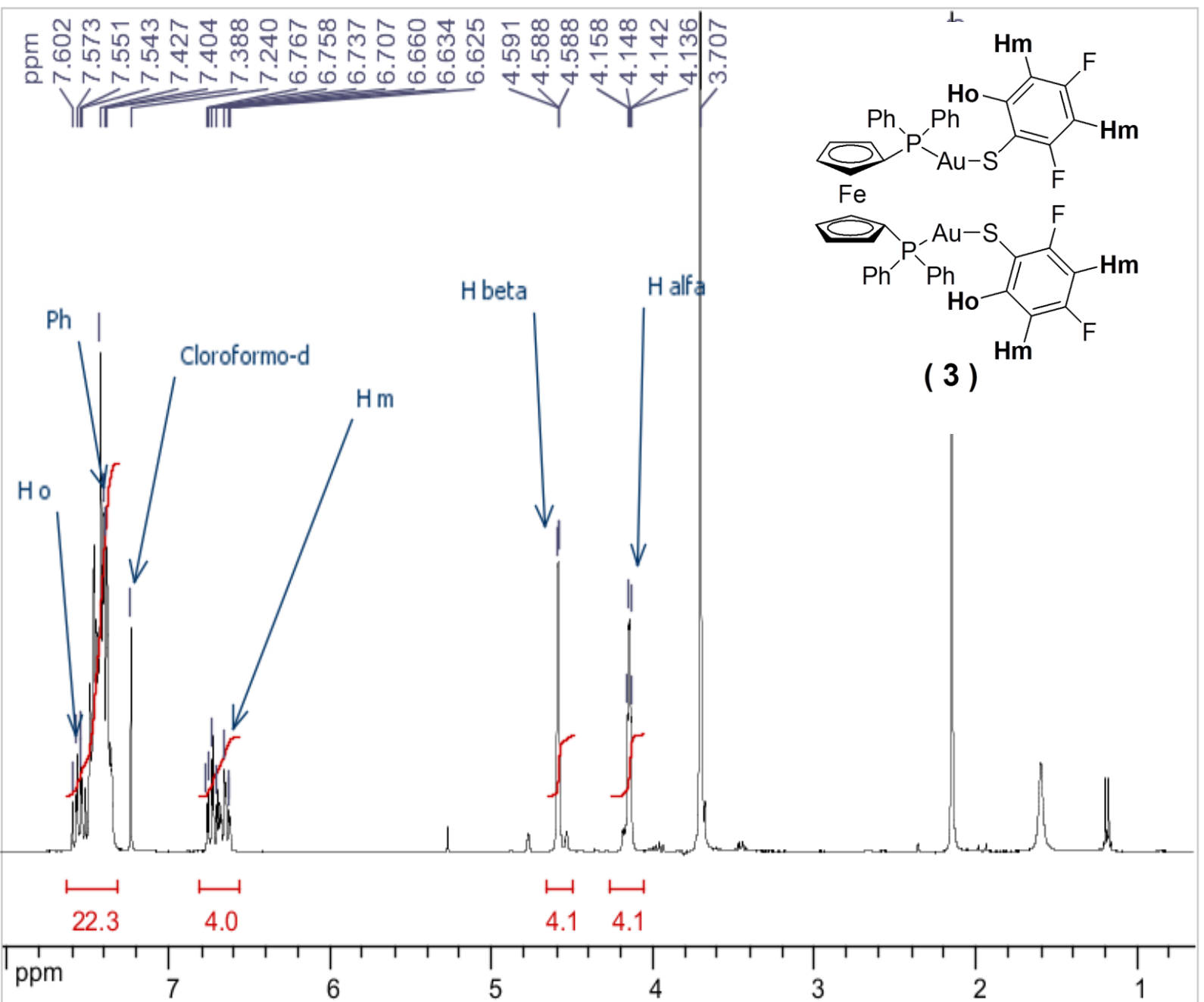


Espectro 9. Espectro de EM-FAB⁺ del compuesto **3**.

2.2.3.3. RMN de ¹H

En el espectro de RMN de ¹H del complejo **3** (Espectro 10) se observa un multiplete entre $\delta = 7.6$ y 7.4 ppm que integra para 22H, correspondientes a los protones de los fenilos que están unidos a los átomos de fósforo y a los protones (2H) pertenecientes a los anillos fluorados de los ligantes tiolato. En aproximadamente $\delta = 6.7$ a 6.6 ppm encontramos un multiplete, cuya integración (4H) y desplazamiento químico concuerdan con los protones *meta* al átomo de azufre de los mismos anillos fluorados. Debido al ambiente electrónico en el que se encuentran estos dos protones, su desplazamiento químico es muy similar, por lo cual, la señal se hace difícil de resolver para observar su multiplicidad. Aun así, este pequeño multiplete es esperado y característico para este compuesto. Adicionalmente observamos las señales en $\delta = 4.1$ y 4.5 ppm que son debidas

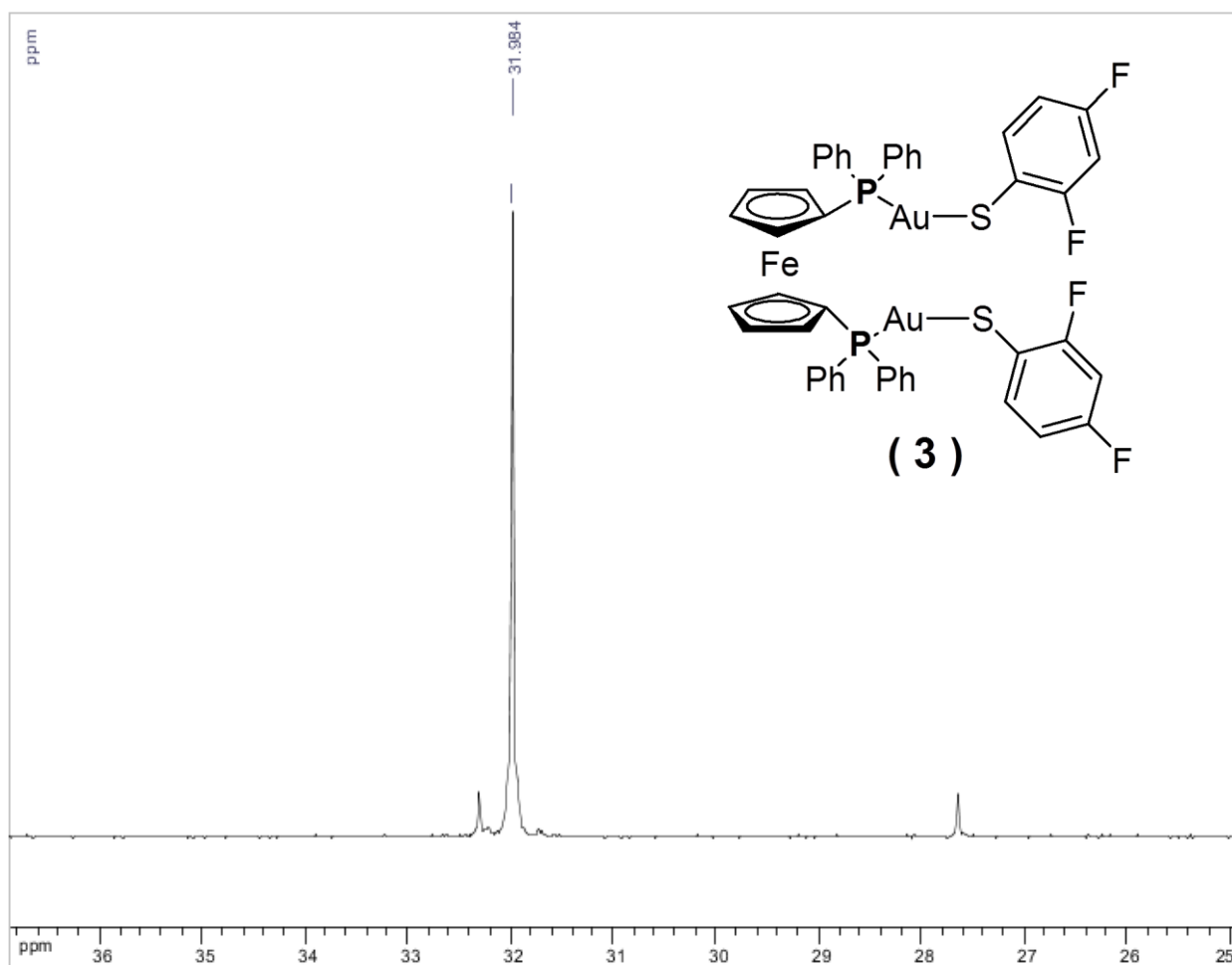
a los protones en las posiciones definidas como α y β , respectivamente, de los anillos Cp del ferroceno.



Espectro 10. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **3**. Disolvente Cloroformo- d y 25°C.

2.2.3.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

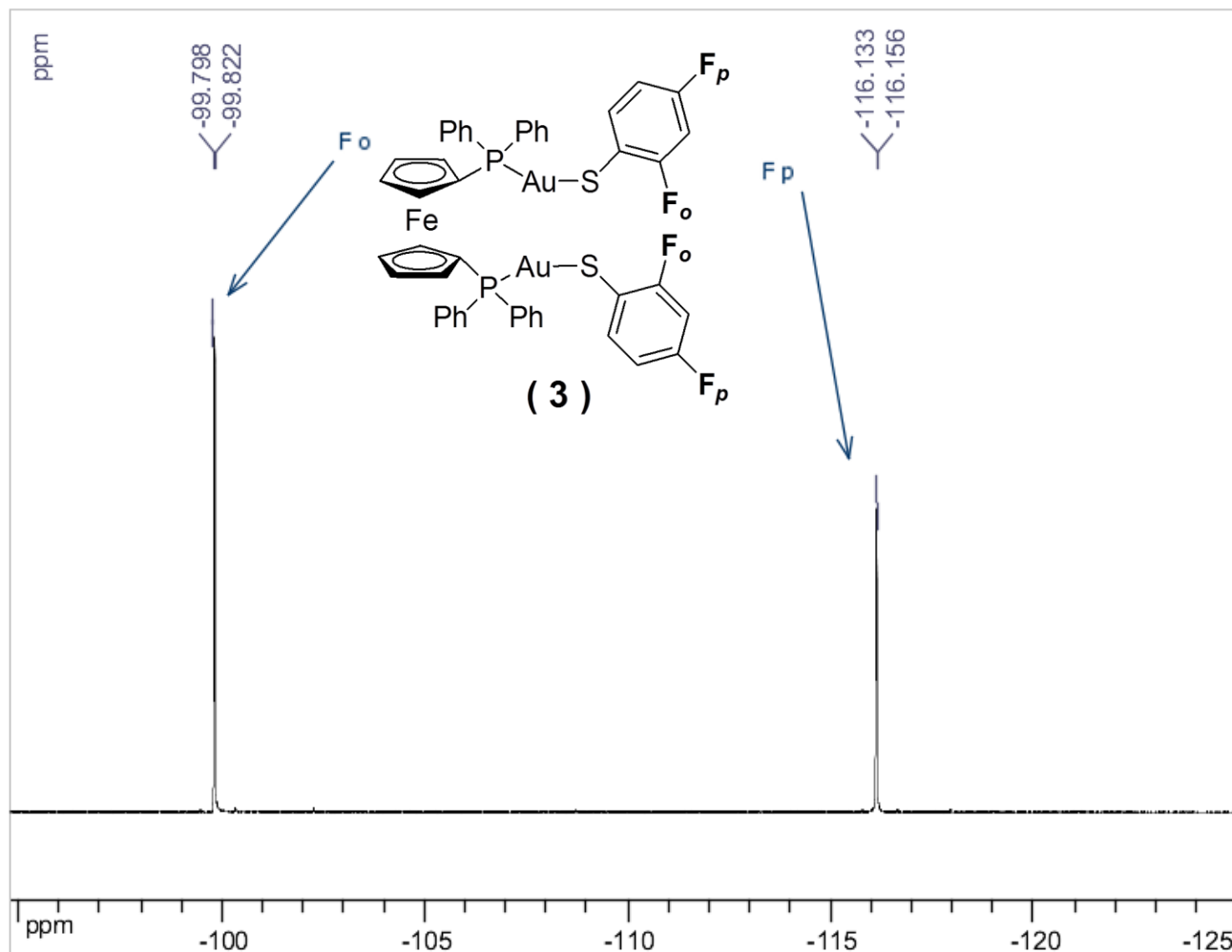
También para este complejo se obtuvo el espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ (Espectro 11) el cual muestra un singlete en aproximadamente $\delta = 32.0$ ppm, siendo este resultado congruente con la estructura propuesta donde los dos átomos de fósforo son equivalentes magnéticamente. Además se observa que a pesar de la disminución en contenido de flúor en el anillo aromático el desplazamiento químico de los átomos de fósforo varía muy poco debido probablemente a la presencia de un átomo muy rico en densidad electrónica como lo es el oro.



Espectro 11. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **3** Disolvente Cloroformo-*d* y 25°C.

2.2.3.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

Adicionalmente, en el espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ obtenido para este complejo (Espectro 12), se observan dos señales con desplazamientos químicos $\delta = -99$ y $\delta = -116$ ppm que son esperadas para este compuesto. Estas señales corresponden a los átomos de flúor en posición *orto* y *para*, respectivamente.



Espectro 12. Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto **3** disuelto en Cloroformo-*d* a 25°C.

Realizando una ampliación (Figura 19) se observa la multiplicidad de estas dos señales e indica que los átomos de flúor se están acoplando entre sí con constantes iguales a cuatro enlaces: $^4J_{\text{F-F}} = 6.23\text{Hz}$.

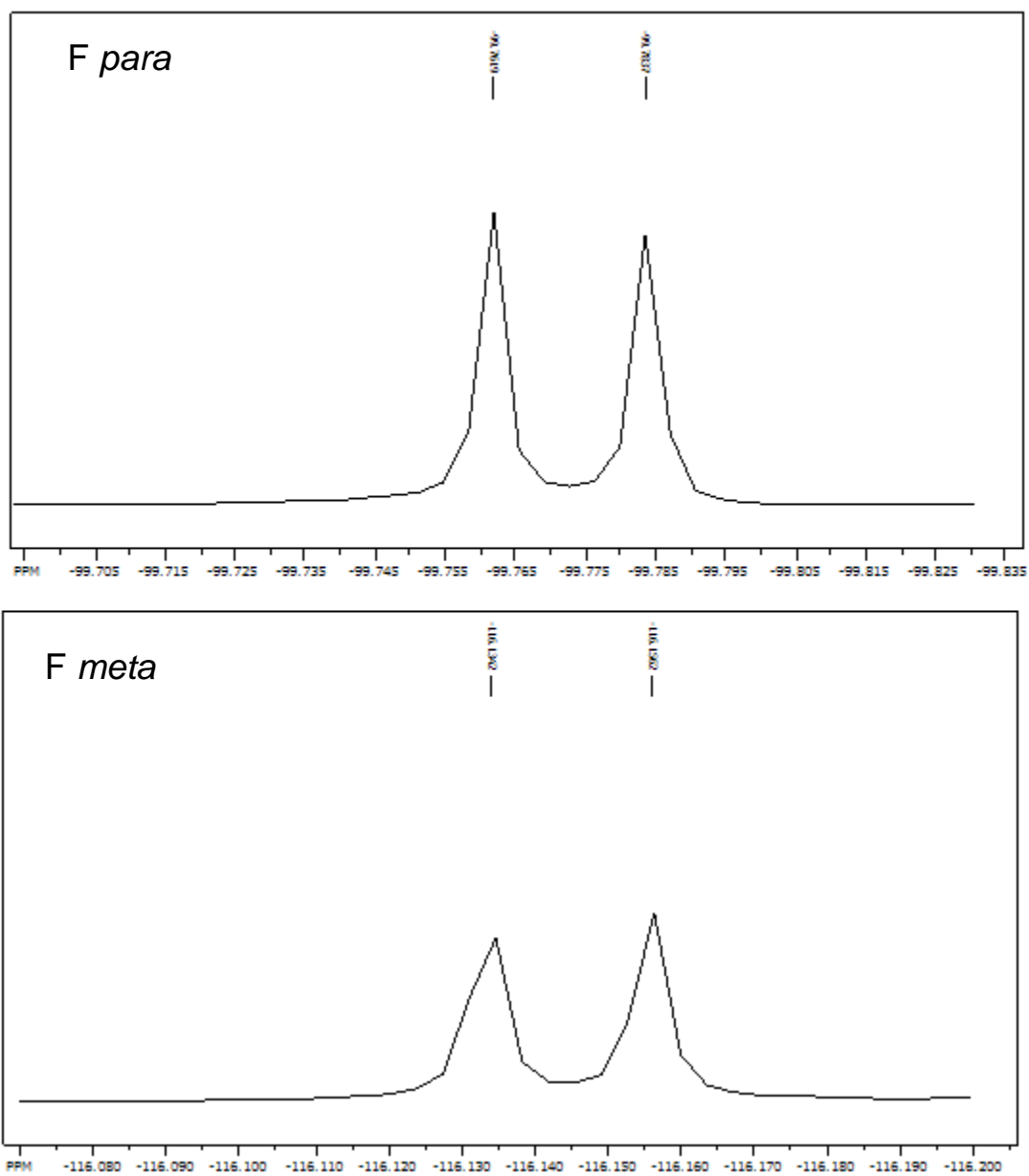


Figura 19. Ampliación de las señales encontradas en RMN de ^{31}F . Arriba: doblete que corresponde al átomo de flúor en posición *orto*. Abajo: doblete asignado a los átomos de flúor en posición *para*.

2.2.3.6. Difracción de rayos-X de monocristal

También para este compuesto (**3**) fué posible obtener cristales adecuados para su estudio por difracción de rayos-X de monocristal (Figura 20). Esto fue posible gracias a una recristalización bifásica de diclorometano/isopropanol.

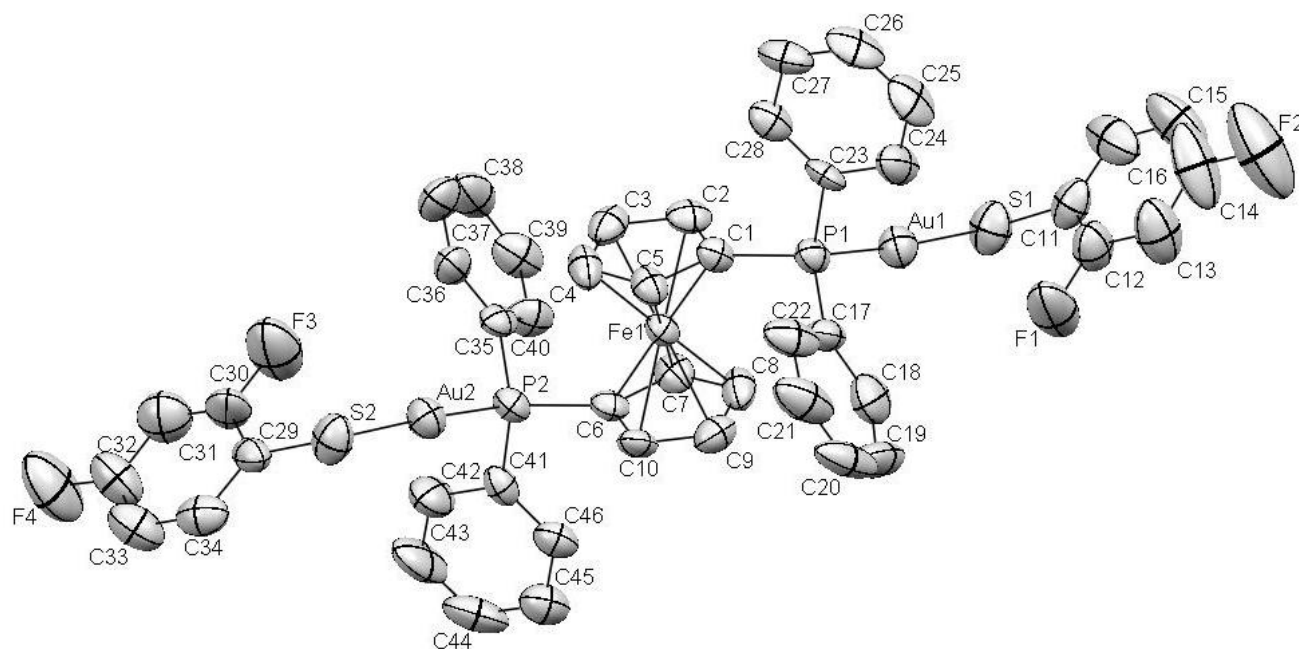


Figura 20. Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto **3 (3A)**. Por claridad se omiten los átomos de hidrógeno.

Adicionalmente, de este complejo se logró obtener un polimorfo de un sistema bifásico de recristalización diclorometano/acetonitrilo obteniéndose así el siguiente diagrama ORTEP (Figura 21).

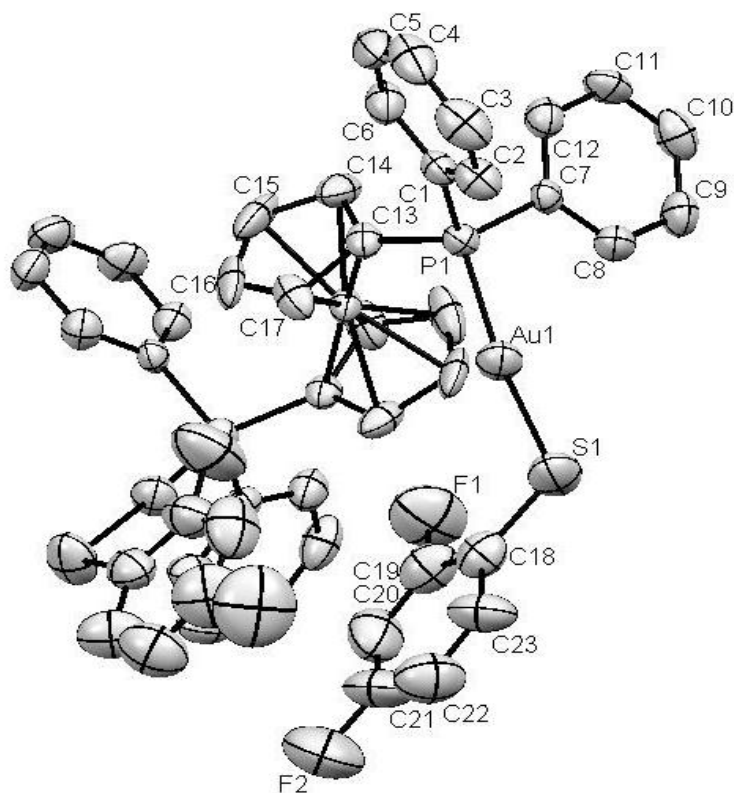


Figura 21. Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del polimorfo obtenido del compuesto **3** (**3B**). Se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.

Para diferenciarlos más fácilmente estas dos estructuras se denominaron como **3A**, a la estructura mostrada en la Figura 16; y **3B** al polimorfo mostrado en la Figura 17.

De estas dos estructuras podemos observar claramente que en **3A** los “brazos” están en dirección opuesta el uno del otro, al igual que en los compuestos **1** y **2** ya descritos anteriormente. En **3B** los “brazos” están haciendo, por así decirlo, las veces de las tenazas de un cangrejo, cuyos átomos de oro se acercan mas entre ellos. Dicho acercamiento es todavía muy grande para poder considerarlo una interacción aurofílicas ya que la distancia entre Au-Au intramolecular es de 6.752Å (Figura 18). Otra diferencia que cabe mencionar es que sí se mira a las dos estructuras desde arriba, los anillos Cp del ferroceno en **3A** los átomos de carbono están alternados mientras que en **3B** se presentan prácticamente eclipsados (Figura 22).

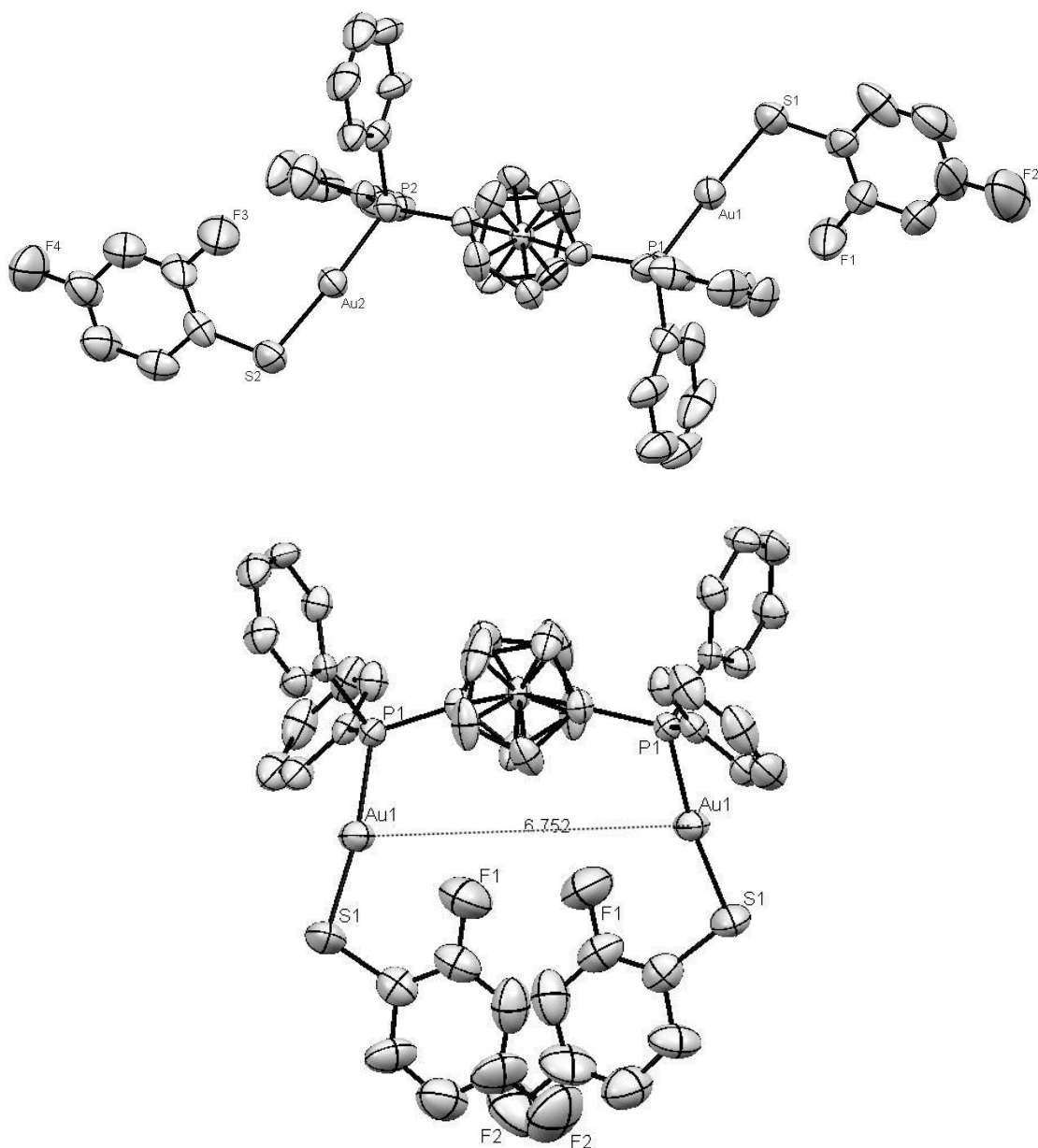


Figura 22. Estructuras vistas desde arriba. Imagen superior: **3A** donde los anillos Cp están alternados. Imagen inferior: **3B** donde los anillos Cp están muy cerca de estar eclipsados y se muestra la distancia intramolecular Au-Au que es de 6.752Å.

También se observa que para las dos estructuras no hay un cambio significativo en cuanto al ángulo que forman los átomos de P-Au-S que sigue obedeciendo a una geometría lineal ligeramente distorsionada con valores aproximados de 174°, para **3A**; y 172° para **3B**. Estos datos y algunos otros de interés se proporcionan en las siguientes tablas (Tablas 11, 12, 13 y 14).

Tabla 11. Distancias de interés del compuesto **3A**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.243(2)	P(1)-C(17)	1.803(10)
Au(1)-S(1)	2.302(3)	P(2)-C(6)	1.797(9)
Au(2)-P(2)	2.256(2)	P(2)-C(41)	1.821(10)
Au(2)-S(2)	2.301(2)	P(2)-C(35)	1.836(10)
P(1)-C(1)	1.762(8)	S(1)-C(11)	1.783(11)
P(1)-C(23)	1.800(9)	S(2)-C(29)	1.763(11)

Tabla 12. Ángulos de enlace de interés del compuesto **3A**.

Ángulos de enlace [°]			
C(1)-P(1)-Au(1)	116.8(3)	C(41)-P(2)-Au(2)	108.4(3)
C(23)-P(1)-Au(1)	108.0(3)	C(35)-P(2)-Au(2)	115.2(3)
C(17)-P(1)-Au(1)	115.6(3)	C(11)-S(1)-Au(1)	102.0(3)
C(6)-P(2)-Au(2)	115.4(3)	C(29)-S(2)-Au(2)	102.0(3)
P(1)-Au(1)-S(1)	174.52(10)	P(2)-Au(2)-S(2)	174.49(10)

Tabla 13. Distancias de enlace de interés del polimorfo encontrado **3B**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.2686(16)	P(1)-C(13)	1.786(6)
Au(1)-S(1)	2.2837(19)	P(1)-C(1)	1.816(6)
S(1)-C(18)	1.765(8)	P(1)-C(7)	1.823(6)

Tabla 14. Ángulos de enlace de interés del polimorfo encontrado **3B**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au(1)-S(1)	172.24(7)	C(1)-P(1)-Au(1)	112.1(2)
C(18)-S(1)-Au(1)	110.7(3)	C(7)-P(1)-Au(1)	112.22(19)
C(13)-P(1)-Au(1)	114.5(2)		

2.2.4. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₃-3,4-F₂)₂] (4)

El compuesto **4** se obtuvo de la reacción de cantidades equimolares entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆H₃-3,4-F₂)₂] con un rendimiento del 36% respecto a [dppf-Au₂Cl₂]. Es un sólido color naranja con punto de descomposición mayor a 205°C. Es poco soluble en 1,2-dicloroetano y cloroformo caliente, THF caliente y en DMSO caliente; es insoluble en acetona.

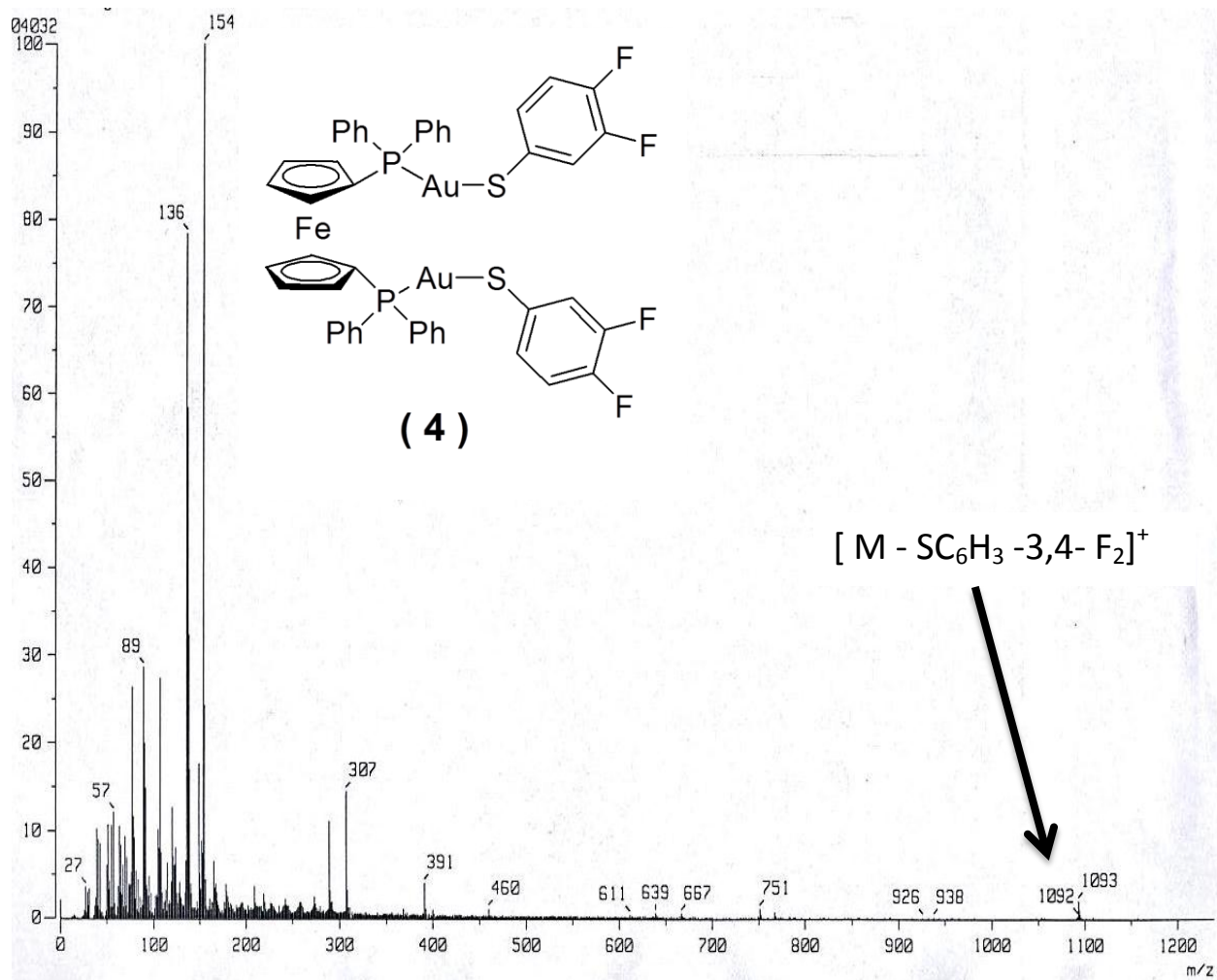
2.2.4.1. Análisis Elemental

Experimental: %C=44.98% %H= 2.89%

Calculado: %C= 44.61%; %H= 2.77%

2.2.4.2. EM-FAB⁺

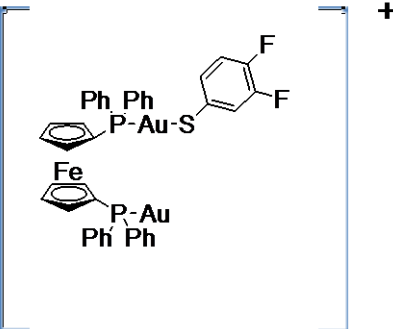
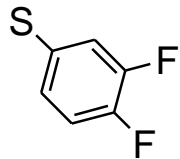
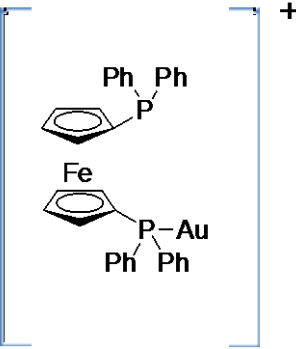
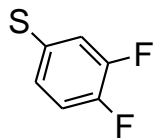
A continuación se muestra el espectro de masas del compuesto **4**:



Espectro 13. Espectro EM-FAB⁺ del compuesto 4.

Como en los compuestos anteriores, no se observa el ion molecular (Espectro 13). Aun así, se pueden detectar dos picos con una relación m/z de 1093 y 751 que coinciden, al igual que en los casos anteriores, con la pérdida de un grupo tiolato y a la pérdida de dos grupos tiolato con un átomo de oro, respectivamente. Las abundancias relativas para estos picos son bajas debido a que el compuesto es muy poco soluble en disolventes orgánicos comunes. En la Tabla 15 se hace un resumen de los fragmentos detectados y sus abundancias relativas para este complejo.

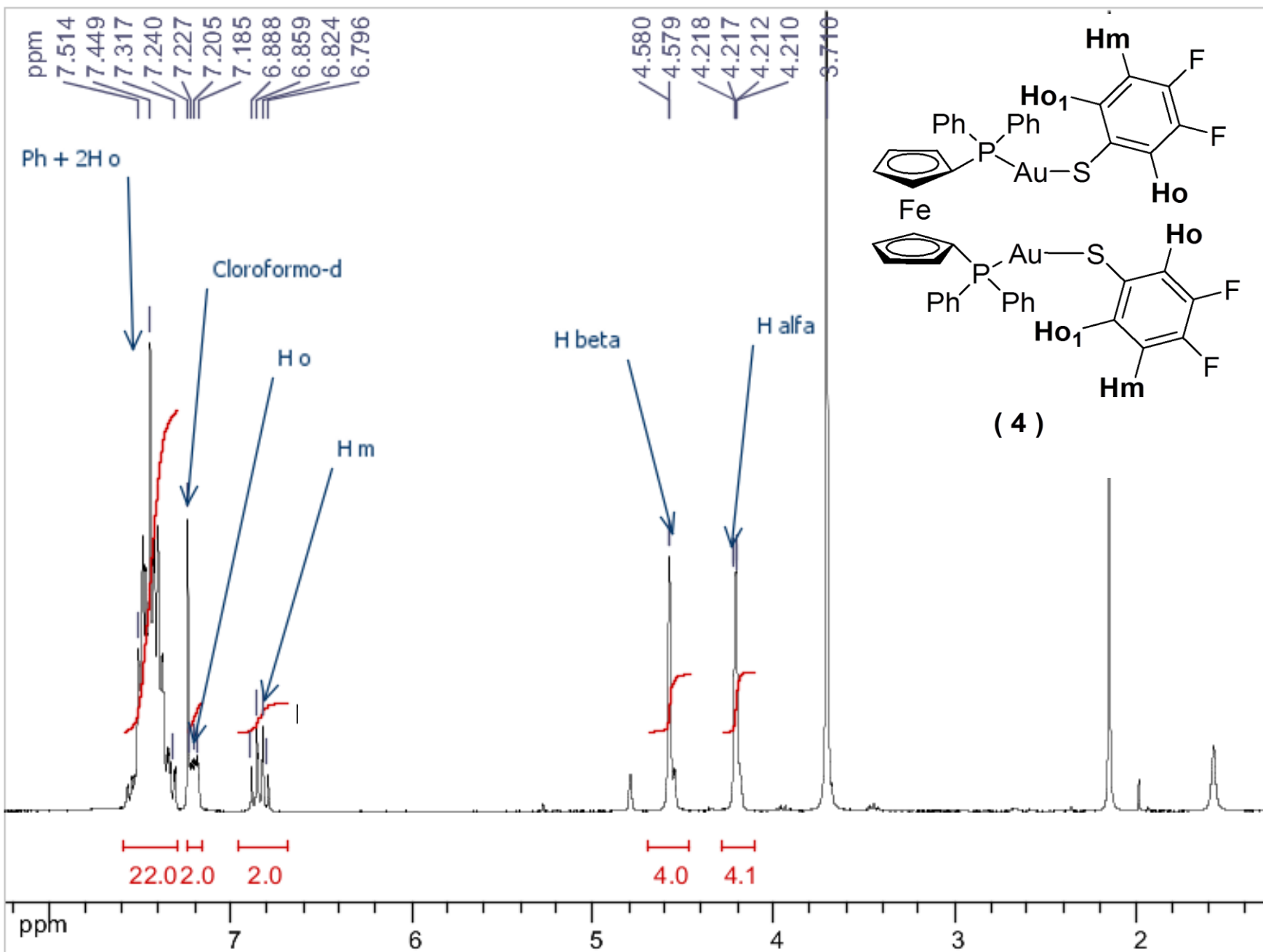
Tabla 15. Fragmentos detectados del compuesto 4.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1238	No se observa	----
1093 (2%)		
751 (1.5%)		2  , Au

2.2.4.3. RMN-¹H

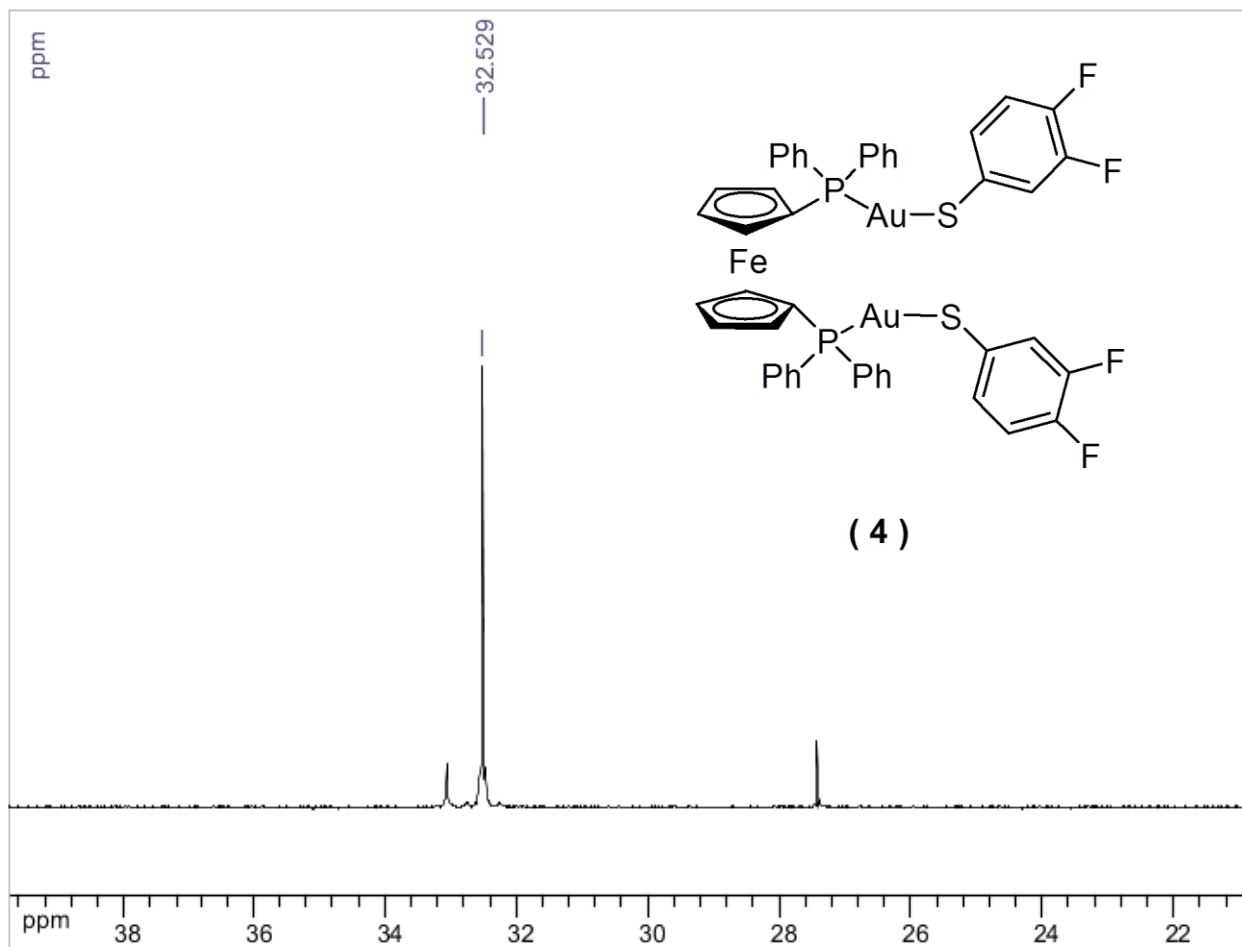
En el espectro de RMN de ¹H de este compuesto (**4**) (Espectro 14), se distinguen las señales características observadas ya para los complejos **1**, **2** y **3**. Entre $\delta = 4.2-4.5$ ppm se encuentran los multipletes correspondientes a los protones α y β de la parte ferrocénica de la molécula. Entre $\delta = 7.3$ y 7.5 ppm encontramos un multiplete que integra para 22 protones, correspondientes a los 20H aromáticos de los grupos fenilos y 2H más que son debidos a dos de los átomos de hidrógeno *orto* al azufre dentro de los anillos fluorados de la estructura propuesta. Adicionalmente en este cúmulo de señales se puede observar un multiplete a campo alto correspondiente a los otros dos protones *orto* al átomo de azufre de los anillos fluorados y se encuentra en un desplazamiento químico $\delta = 7.2$ ppm. Se observa además un multiplete en $\delta = 6.8$ ppm asignable a los átomos de hidrógeno *meta* dentro de los grupos fluorobencenotiolatos.

Espectro 14. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **4** usando como disolvente Cloroformo-d y 25°C



2.2.4.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

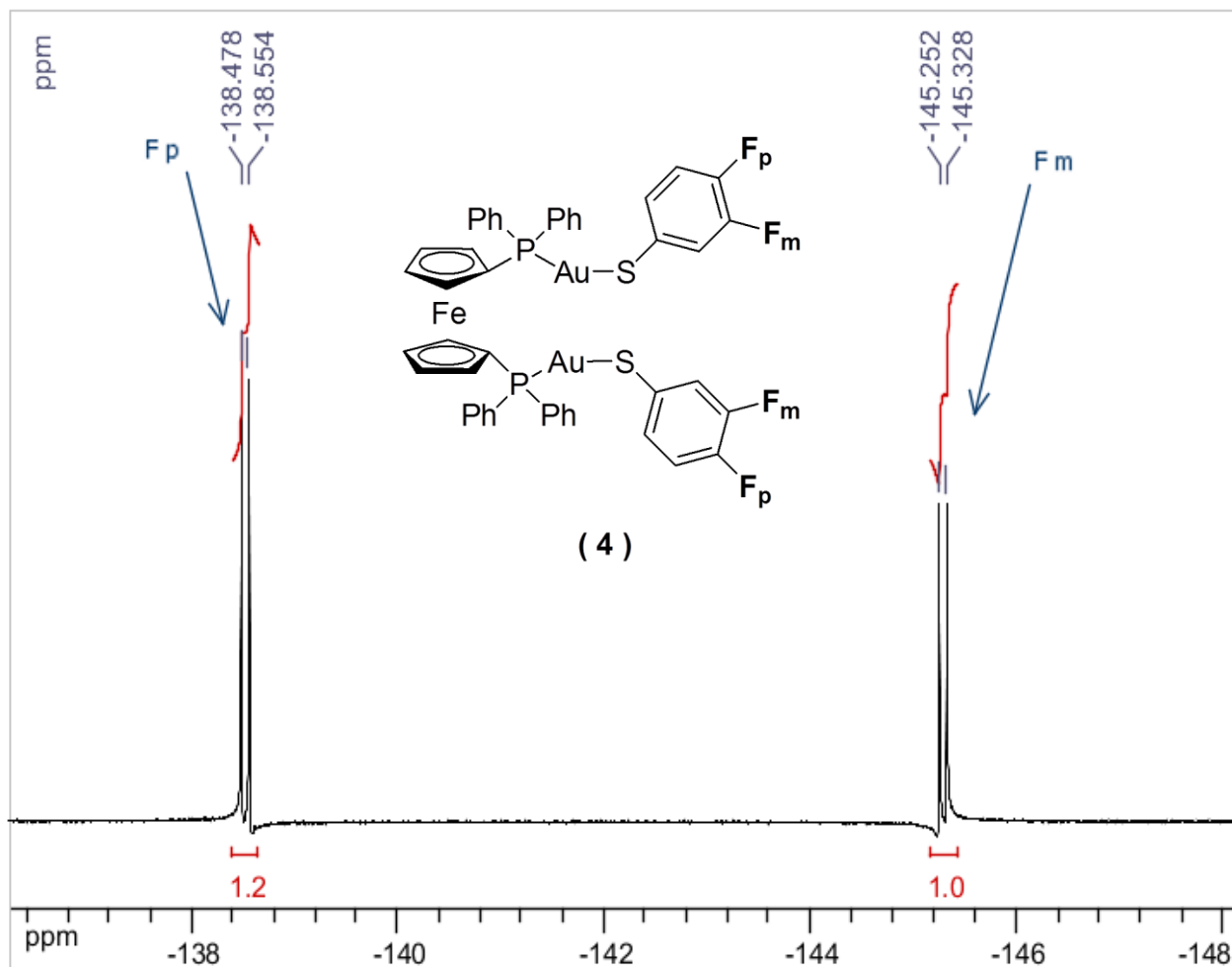
De manera análoga a los compuestos **1**, **2** y **3**, en este espectro únicamente se observa un singlete en $\delta = 32.5$ ppm (Espectro 15). Con esto inferimos que los átomos de fósforo en el compuesto **4** son equivalentes.



Espectro 15. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **4** usando como disolvente Cloroformo-*d* a 25°C

2.2.4.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

En este espectro observamos dos señales en δ -138 y -145 ppm (Espectro 16), que concuerda con el desplazamiento químico y con el número de señales esperadas para el compuesto **4**, correspondientes a los átomos de F_p y F_m respectivamente.



Espectro 16. Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto **4** disuelto en Cloroformo-*d* y a 25°C.

Sí realizamos una ampliación de estas señales (Figura 23) observamos que hay acoplamiento F_m-F_p y F_p-F_m a tres enlaces de distancia con constantes de acoplamiento de $^3J_{F_p-F_m} = ^3J_{F_m-F_p} = 21.32\text{Hz}$.

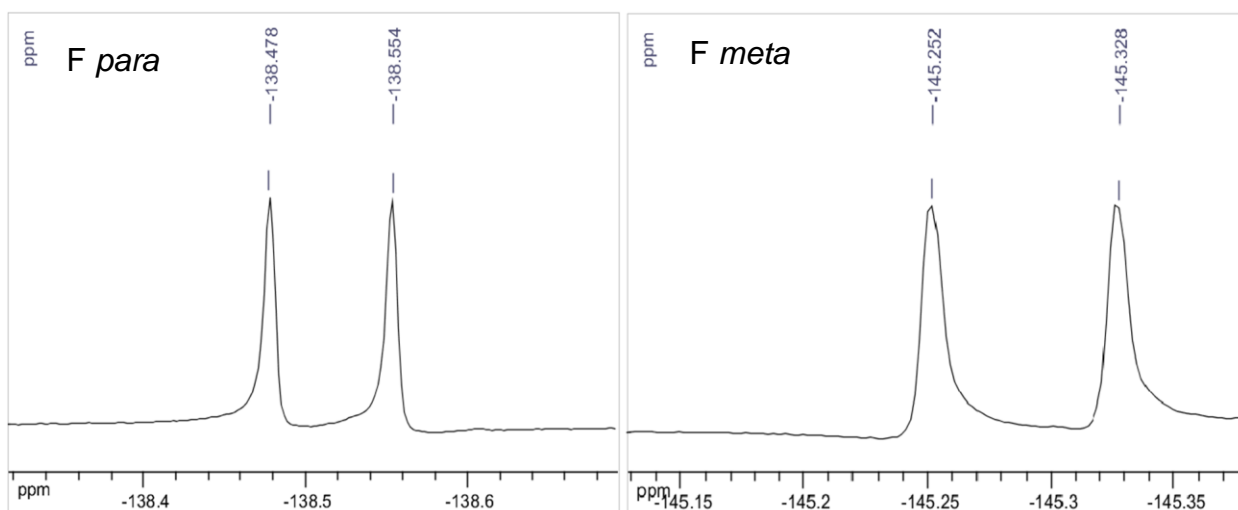


Figura 23. Ampliación de las señales del espectro 16 de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$. Izquierda: doblete debido a los átomos de flúor en posición *para*. Derecha: doblete de los átomos de flúor en *meta*.

2.2.4.6. Difracción de rayos-X de monocristal

El compuesto **4** se recrystalizó de un sistema bifásico de disolventes diclorometano/acetonitrilo obteniéndose cristales adecuados para su estudio por esta técnica. El diagrama ORTEP obtenido para este compuesto se muestra a continuación (Figura 20):

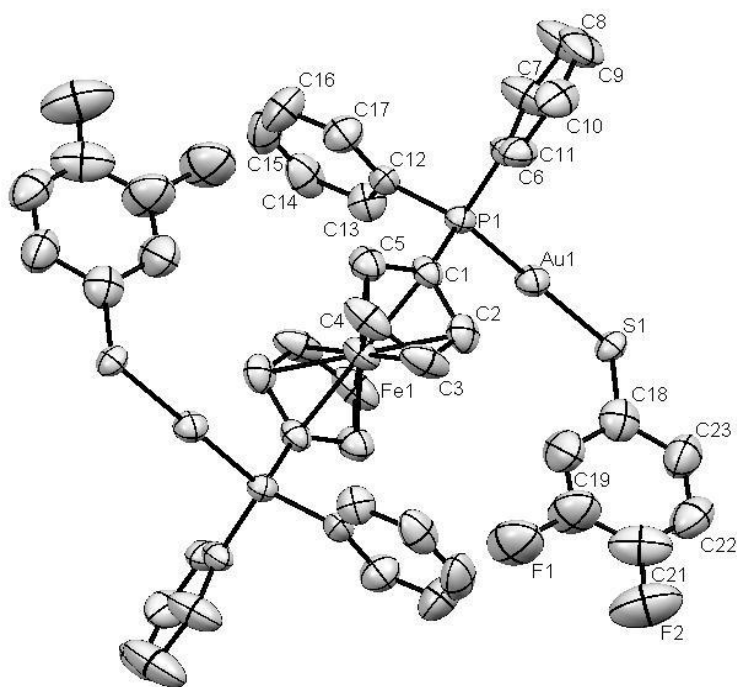


Figura 24. Diagrama ORTEP al 50% de probabilidad del compuesto **4** donde se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.

Como se aprecia en la Figura 20, el arreglo espacial en el cual se encuentra este compuesto es un poco diferente al de los complejos anteriores **1**, **2** y **3A** y tiene similitud con **3B**. Esto es debido a que el ángulo de torsión formado entre los átomos de C1-P1-S1-C18 de este compuesto es de -8.94° , que a diferencia de los compuestos **1**, **2**, y **3A**, que tienen ángulos de torsión formados por los átomos equivalentes a los aquí descritos, son de 125.17° , 137.58° y 167.58° , respectivamente; y **3B** que tiene el ángulo de torsión de -7.43° con el cual muestra mucha similitud este complejo.

Aun con lo descrito anteriormente, el ángulo formado entre los átomos de P-Au-S sigue siendo muy cercano al lineal, con un valor de 176.60° , teniendo así una geometría prácticamente lineal alrededor del átomo de oro como en todos los complejos anteriores.

Distancias y ángulos de interés para este complejo (**4**) se muestran a continuación (Tabla 16 y 17).

Tabla 16. Distancias de enlace de interés del compuesto **4**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.253(2)	P(1)-C(1)	1.796(9)
Au(1)-S(1)	2.336(2)	P(1)-C(6)	1.799(9)
S(1)-C(18)	1.736(12)	P(1)-C(12)	1.815(9)

Tabla 17. Ángulos de enlace de interés del compuesto **4**.

Ángulos de enlace [Å]			
P(1)-Au(1)-S(1)	176.60(8)	C(6)-P(1)-Au(1)	113.0(3)
C(18)-S(1)-Au(1)	103.0(4)	C(12)-P(1)-Au(1)	116.5(3)
C(1)-P(1)-Au(1)	110.2(3)		

2.2.5. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₄-4-F)₂] (5)

El compuesto **5** se sintetizó partiendo de cantidades equimolares de [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆H₄-4-F)₂]. Se obtuvo como un sólido amarillo pálido en un rendimiento del 79% respecto a [dppf-Au₂Cl₂]. Es soluble en THF caliente, poco soluble en cloroformo caliente e insoluble en acetona y diclorometano. Tiene un punto de descomposición de 198°C

2.2.5.1. Análisis Elemental

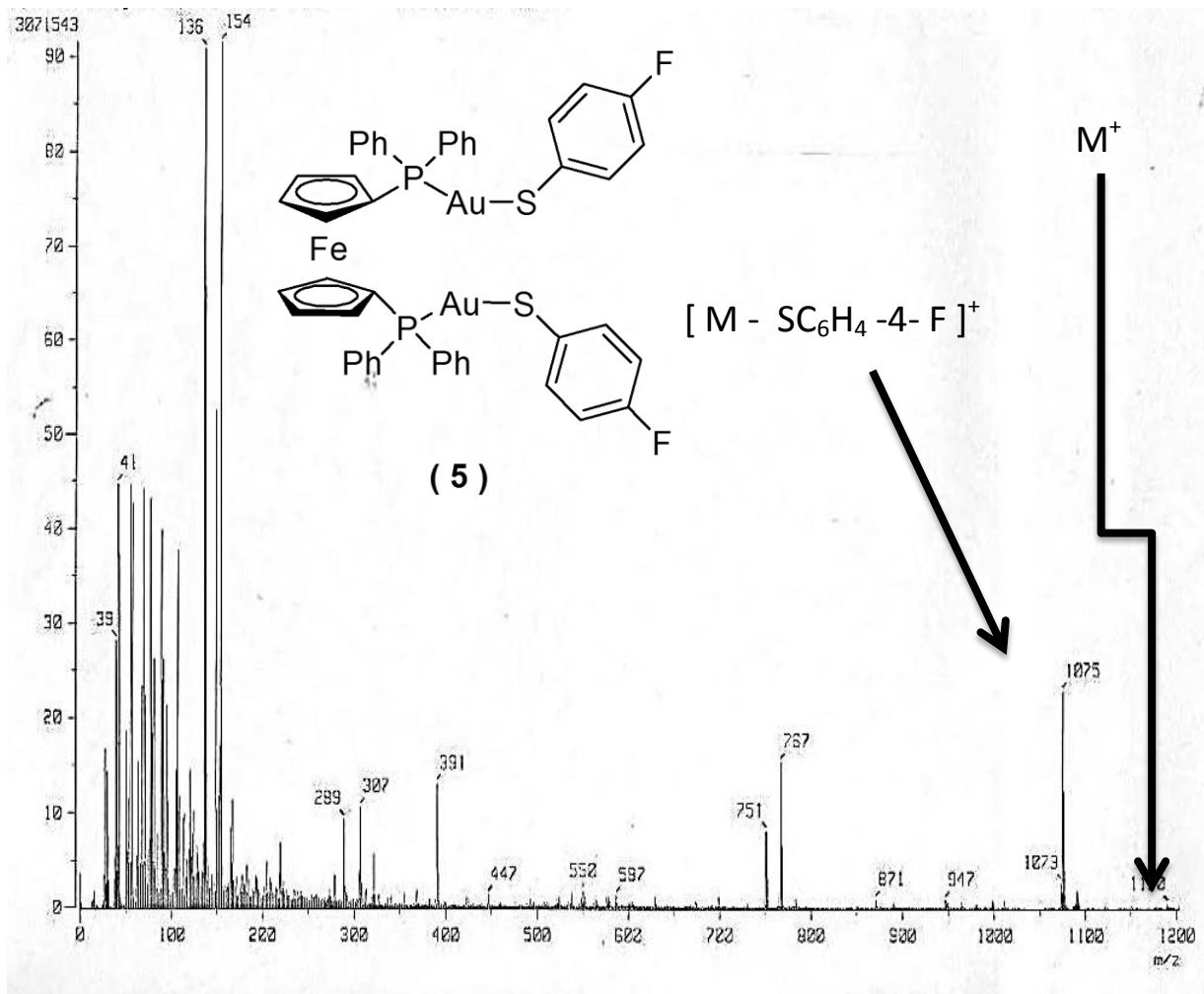
Experimental: %C=46.45%; %H= 3.09%.

Calculado: %C= 45.94%; %H= 3.02%.

2.2.5.2. EM-FAB⁺

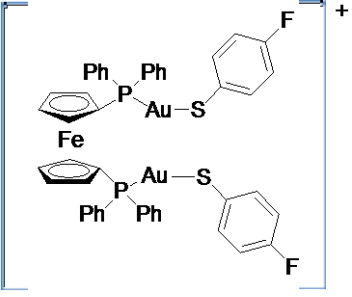
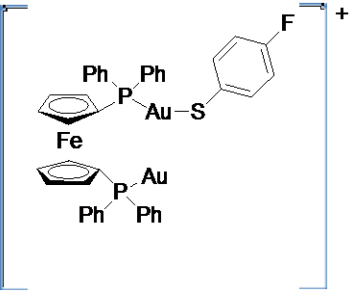
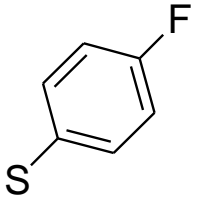
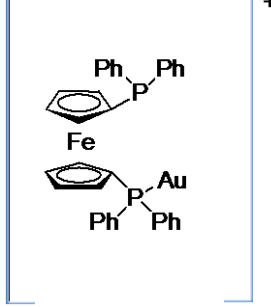

Al igual que en los compuestos análogos previamente descritos, en el espectro de masas (Espectro 17) del complejo **5** se observa que el pico correspondiente al ion molecular exhibe una baja abundancia y no se observa con claridad. Sin embargo se puede detectar un pico con m/z de 1075 que corresponde a la pérdida de un grupo tiolato, y en m/z de 751 otro pico que corresponde a la pérdida de dos grupos tiolato y un átomo de oro. Los bajos porcentajes se deben a la poca solubilidad del compuesto en disolventes comunes.

A continuación se muestra el espectro de masas (Espectro 17) del complejo **5** y la Tabla 18, donde se resumen los fragmentos detectados más importantes.



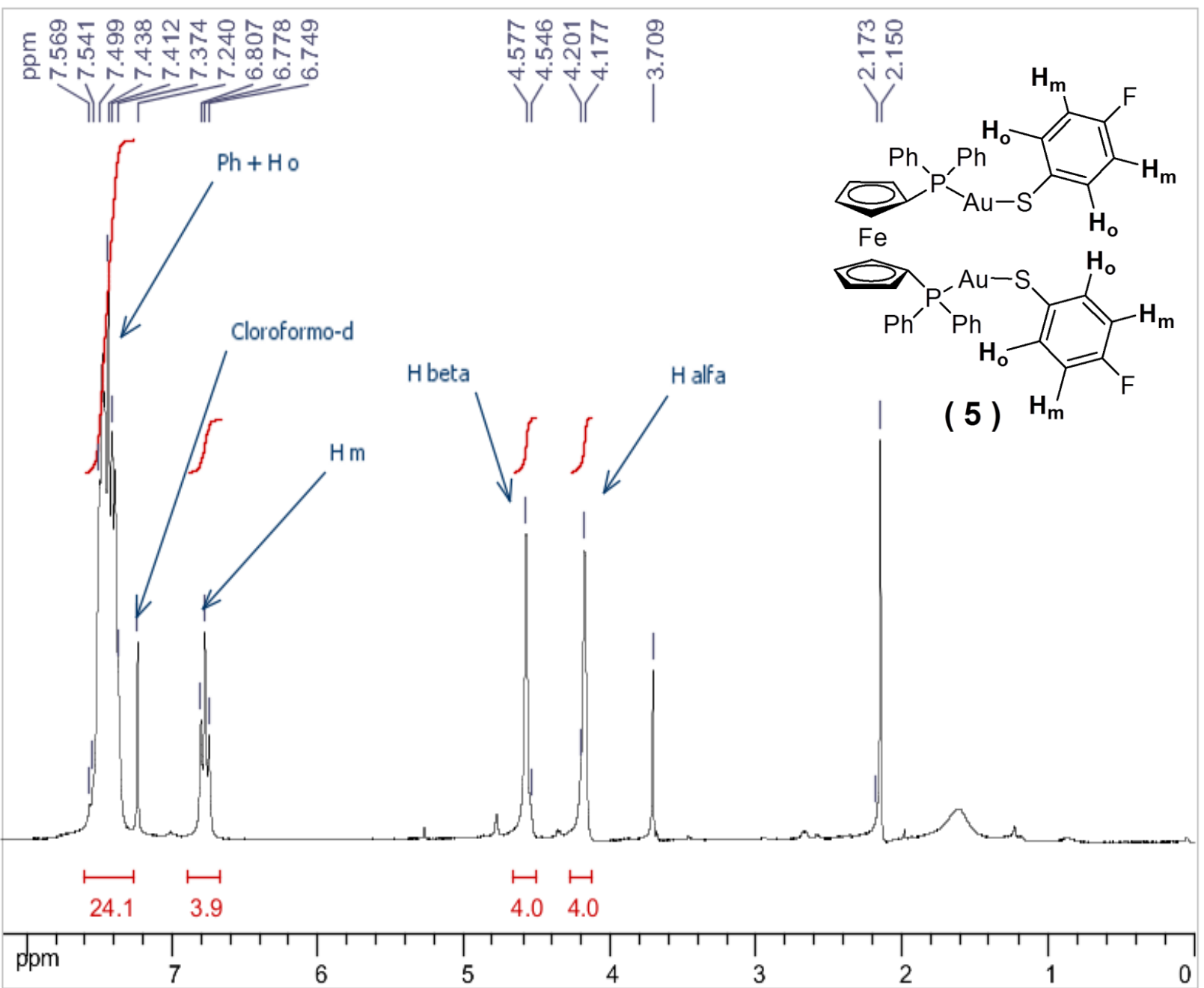
Espectro 17. Espectro de EM-FAB⁺ del compuesto 5.

Tabla 18. Fragmentos detectados del compuesto 5.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1202 (1%)		e ⁻
1075 (23%)		
751 (7%)		2  , Au

2.2.5.3. RMN de ^1H

A continuación se muestra el espectro de RMN- ^1H obtenido para el compuesto **5**:



Espectro 18. Espectro de RMN- ^1H a 300MHz del compuesto **5** usando como disolvente Cloroformo-d y a 25°C.

Como en los casos anteriores se observan señales características para los protones α y β de la parte ferrocénica en aproximadamente $\delta = 4.2$ y 4.6 ppm respectivamente. Entre $\delta = 7.4$ y 7.6 ppm observamos el multiplete de los 20 protones de los grupos fenilo unidos a los átomos de fósforo que en esta ocasión integra para 24 H, esto es debido a que estas señales se traslapan con la señal de los 4 átomos de hidrógeno *orto* al átomo de azufre de los anillos fluorados. Una señal mas, y que es muy interesante, es la que aparece en aproximadamente $\delta = 6.7$ ppm, siendo esta un triplete. La señal concuerda con el desplazamiento químico esperado para los cuatro protones equivalentes que se encuentran *meta* al átomo de azufre de los anillos fluorados, mas no así su multiplicidad. Lo anterior se debe (como se dijo para el compuesto **2**) a que tanto para el átomo de H como para el de F el espín es de $\frac{1}{2}$ por lo que hay un fuerte acoplamiento entre ellos y las reglas para el acoplamiento de protón-flúor son las mismas que para el acoplamiento protón-protón [30].

Al hacer una ampliación de dicho multiplete (Figura 25) se pueden calcular las constantes de acoplamiento de este triplete que son ${}^3J_{H-F} = 8.7\text{Hz}$, ${}^3J_{H-H} = 8.6\text{Hz}$. Se designan de esta manera ya que por lo general las constantes de acoplamiento H-F son sólo un poco más grandes que las de H-H y tienen efecto de más largo alcance [30].

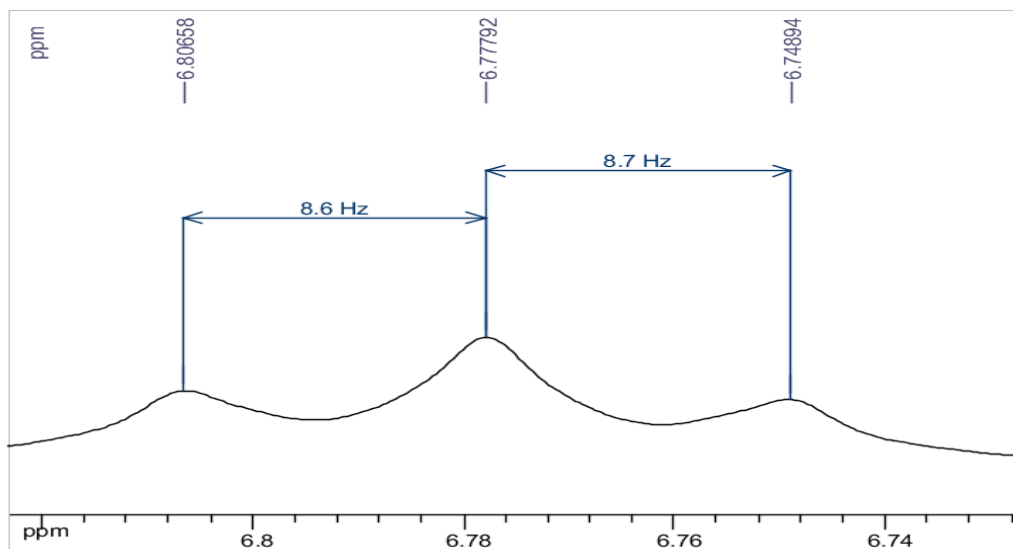
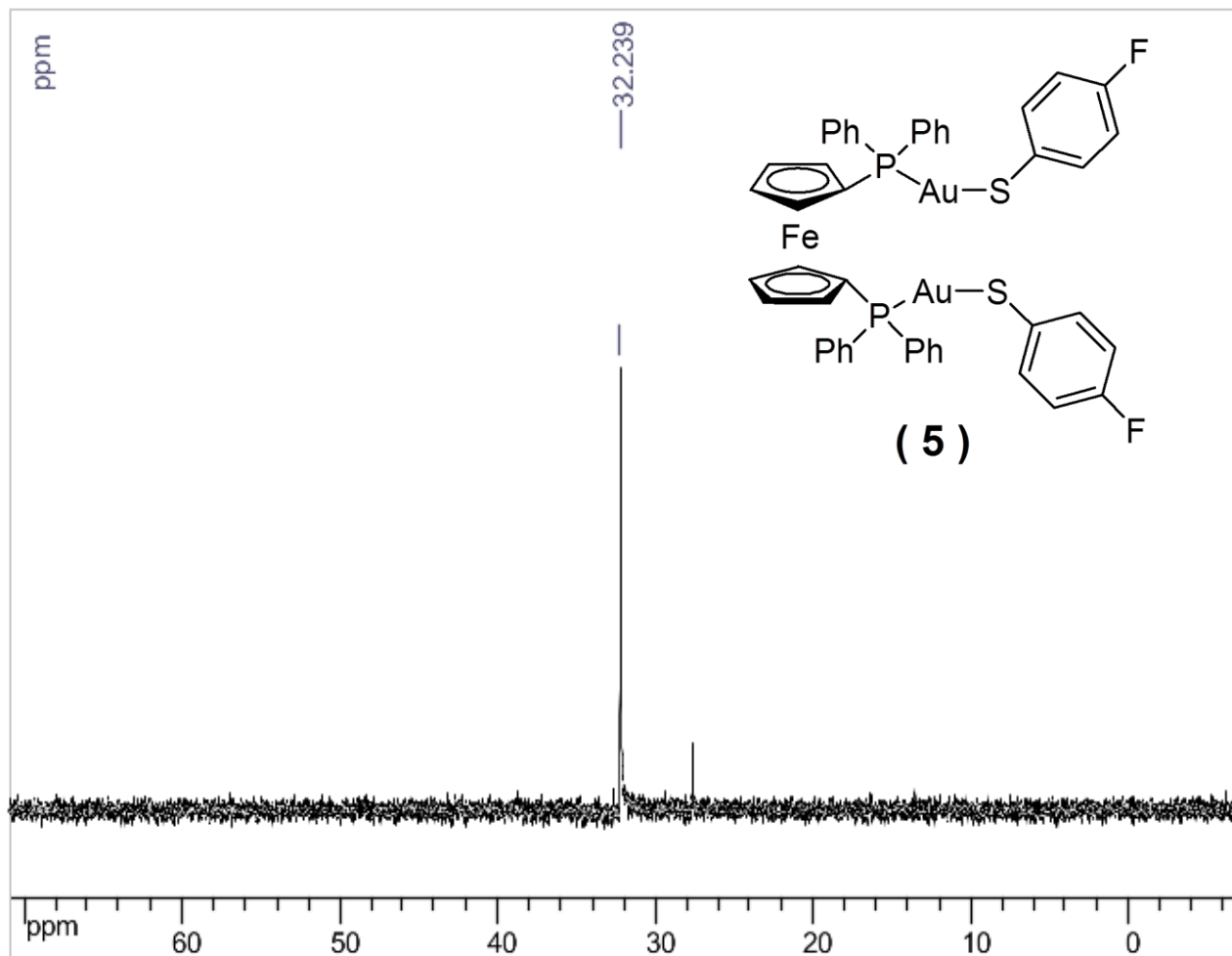


Figura 25. Ampliación del triplete debido a los átomos equivalentes en posición *meta* al átomo de azufre. Se observa las constantes de acoplamiento H-H ($J=8.6\text{Hz}$) y H-F ($J=8.7\text{Hz}$) respectivamente

2.2.5.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

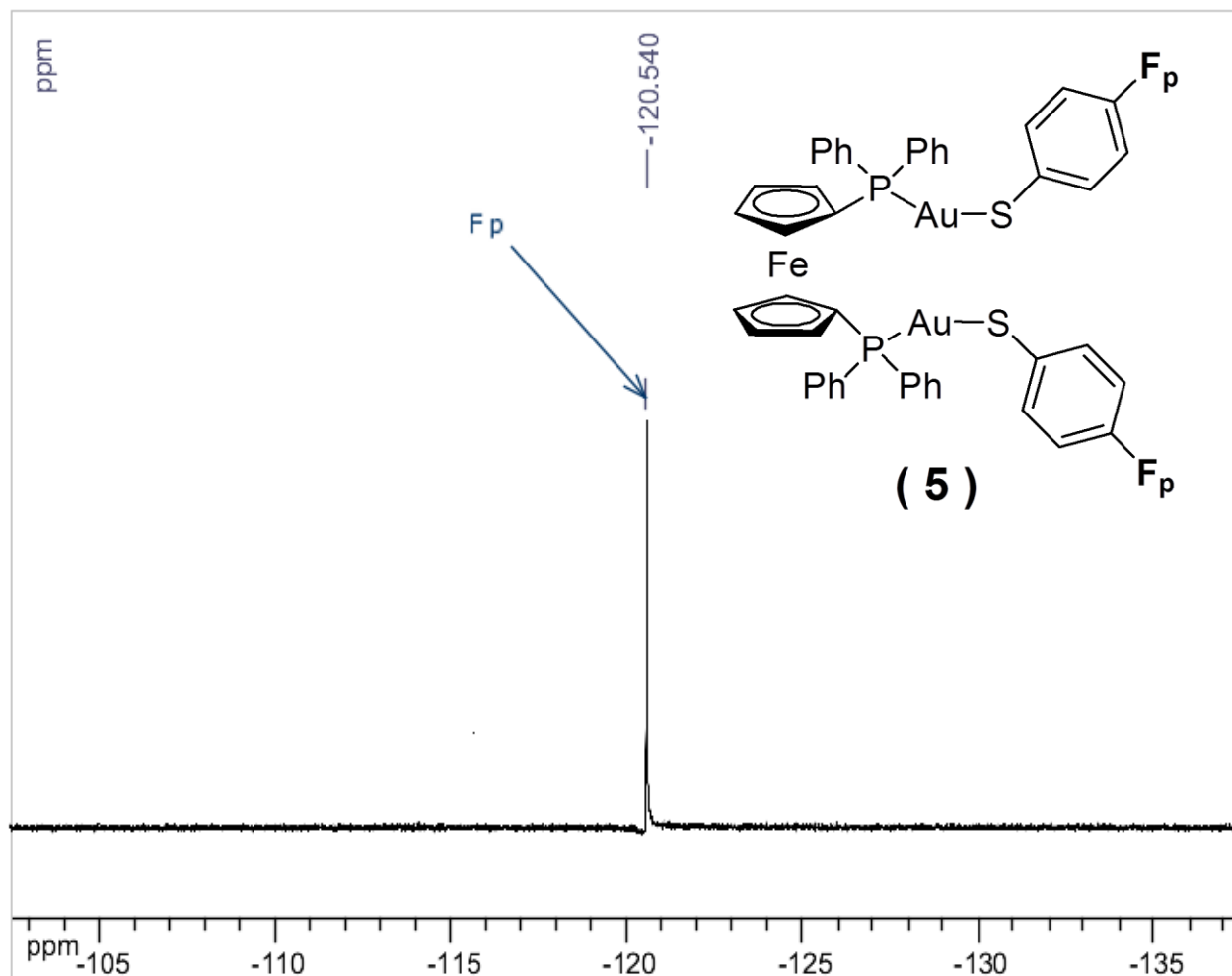
Como en los casos hasta ahora examinados, el espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ (Espectro 19) de este complejo (**5**) sólo exhibe un singlete producido por los dos átomos de fósforos equivalentes en la estructura propuesta a un desplazamiento químico $\delta = 32.2$ ppm.



Espectro 19. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **5** disuelto en Cloroformo-*d* y a 25°C.

2.2.5.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

Debido a que el ambiente electrónico en el que se encuentran los dos átomos de flúor de la estructura propuesta es muy similar en RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ del compuesto **5** únicamente se observa un singulete con $\delta = -120.5$ ppm (Espectro 20).



Espectro 20. Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto **5** usando como disolvente Cloroformo-*d* y a 25°C.

2.2.5.6. Difracción de rayos-X de monocristal

Hasta el momento de la elaboración de este manuscrito, este compuesto (**5**) no se ha logrado recristalizar de manera adecuada para su estudio por esta técnica.

2.2.6. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₄-3-F)₂] (6)

El compuesto **6** fue sintetizado a partir de cantidades equimolares entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆H₄-3-F)₂], obteniéndose así cristales color naranja con un rendimiento del 53% con respecto a la [dppf-Au₂Cl₂]. Su punto de descomposición es de 190°C y es soluble en THF caliente y poco soluble en cloroformo caliente. Es muy poco soluble en diclorometano caliente e insoluble en acetona.

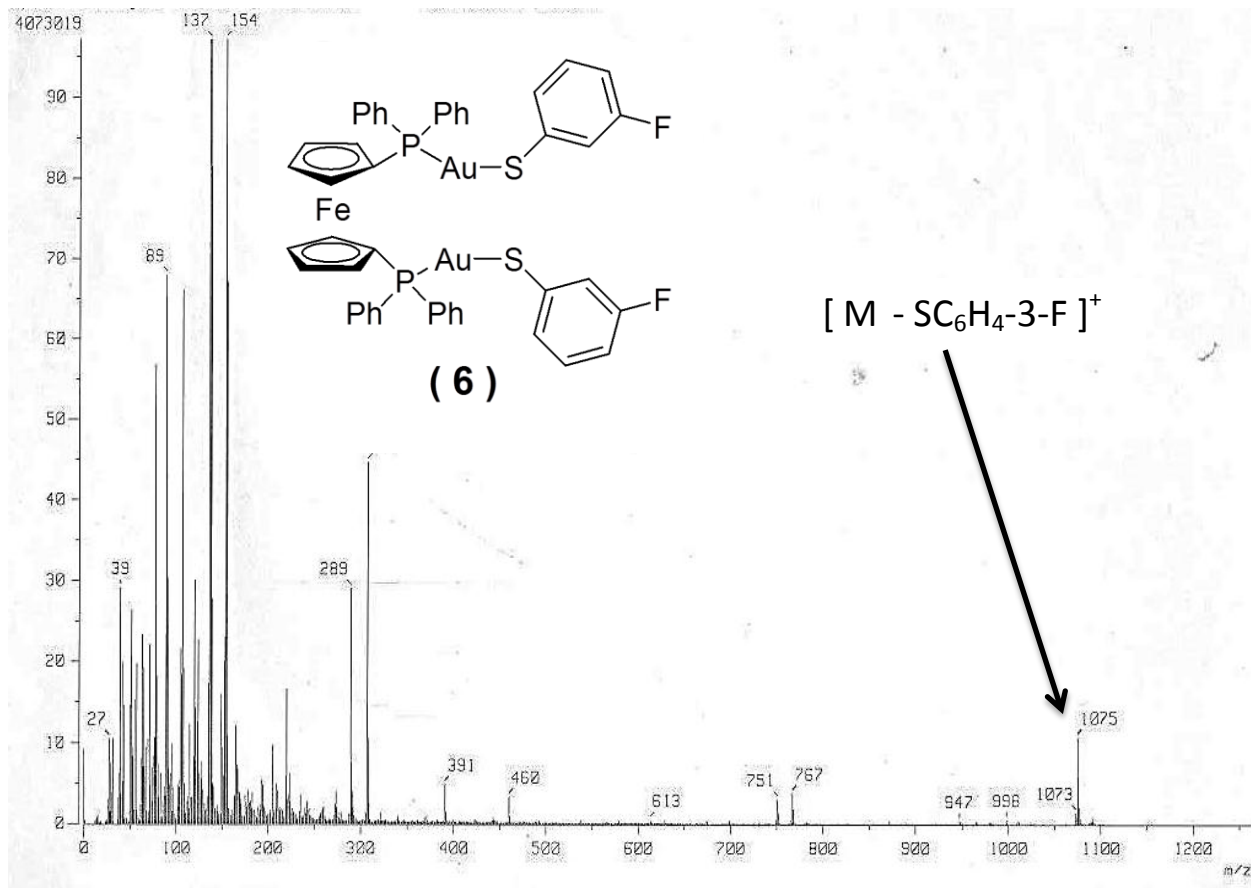
2.2.6.1. Análisis Elemental

Experimental: %C=44.78%; %H= 2.99%

Calculado: %C= 44.94%; %H= 3.02%

2.2.6.2. EM-FAB⁺

En el espectro de masas de este compuesto (Espectro 21) resalta el mismo patrón de fragmentación que se ha venido observando de manera sistemática para esta serie de compuestos. Tenemos que el ion molecular no se detecta pero sí se observan los picos en $m/z = 1075$ y $m/z = 751$ que corresponden a la pérdida de un grupo tiolato y los dos grupos tiolato con un átomo de oro respectivamente (Tabla 19).



Espectro 21. Espectro de EM-FAB⁺ del compuesto 6.

Tabla 19. Fragmentos detectados del compuesto 6.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1202	No se observa	--
1075 (13%)		
751 (4%)		2 , Au

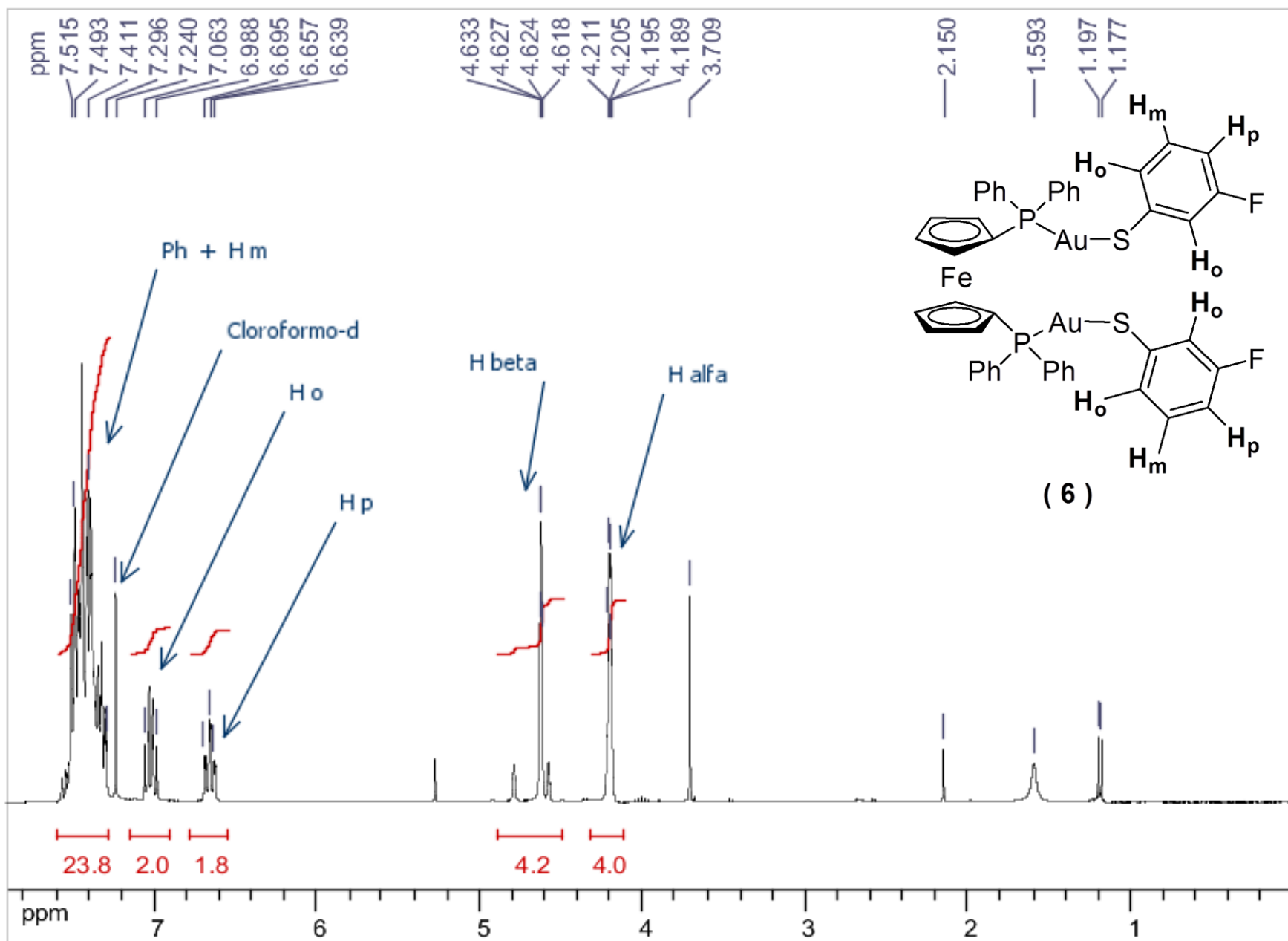
2.2.6.3. RMN de ^1H

Para este compuesto el análisis por RMN de ^1H nos muestra (Espectro 28) un par de señales muy interesantes que son características y esperadas para este compuesto en aproximadamente $\delta = 6.6$ ppm y $\delta = 7.0$ ppm, multipletes que corresponden a los protones *para* y *orto* al azufre de los anillos fluorados, respectivamente. La señal perteneciente a los protones *meta* no se observa ya que su desplazamiento químico es muy similar a los protones de los grupos fenilos unidos al átomo de fósforo que aparecen entre $\delta = 7.3$ y 7.5 ppm y las señales se encuentran traslapadas. La integración de estas señales (28H) nos confirma las asignaciones propuestas.

De manera adicional se observan dos multipletes característicos de esta serie de compuestos en $\delta = 4.2$ y 4.6 ppm que son debidos a los protones α y β del ferroceno en la estructura propuesta.

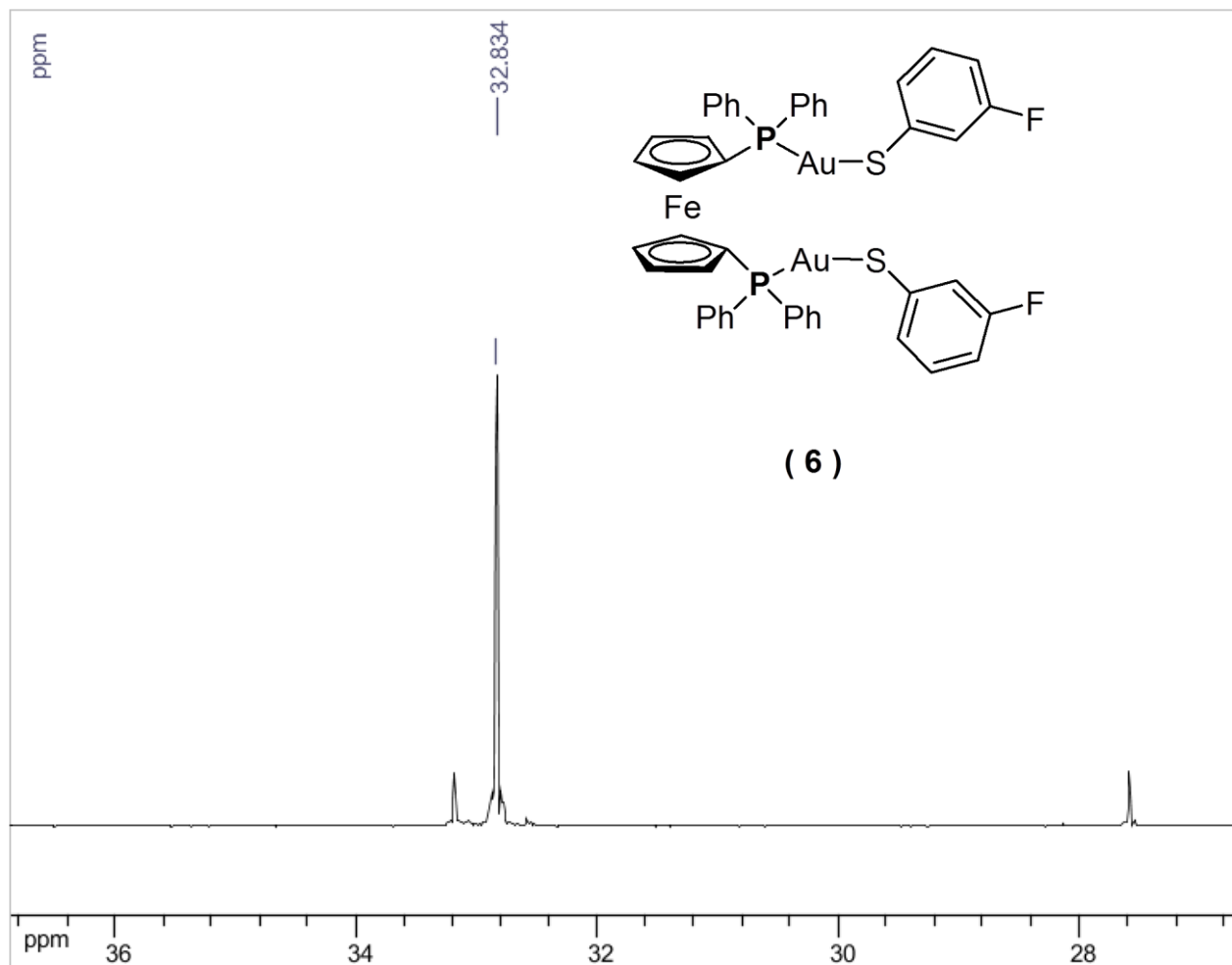
Las señales no asignadas corresponden al disolvente de reacción y a los disolventes usados para la purificación de este compuesto.

Espectro 22. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **6** disuelto en Cloroformo- d y a 25°C.



2.2.6.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

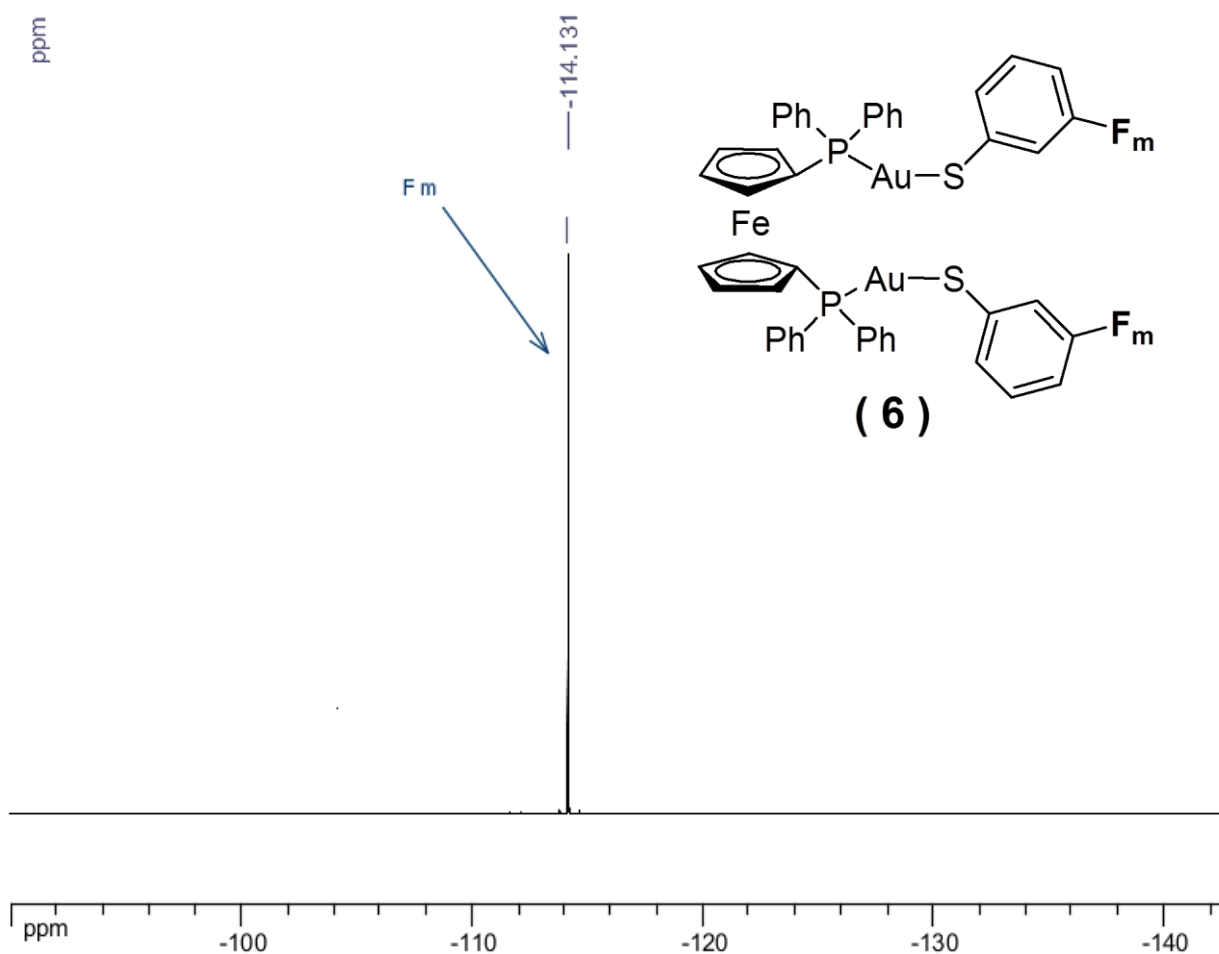
En analogía con los compuestos antes descritos, en el Espectro 23 se observa un singulete en $\delta = 32.8$ ppm, lo cual es congruente con la estructura propuesta donde los átomos de fósforo son equivalentes.



Espectro 23. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **6** disuelto en Cloroformo-*d* y 25°C.

2.2.6.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

En el Espectro 30 se observa un singulete en $\delta = -114.1$ ppm debido a los dos átomos de flúor en posición *meta* al átomo de azufre dentro de los grupos fluorobencentiolatos. Esto se debe a que el ambiente electrónico en el que se encuentran los dos átomos de flúor es muy similar.



Espectro 24. Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto **6** usando como disolvente Cloroformo-*d* y a 25°C.

2.2.6.6. Difracción de rayos-X de monocristal

Por medio de un sistema bifásico diclorometano/acetonitrilo se obtuvieron cristales adecuados del compuesto **6** para su estudio por difracción de rayos-X de monocristal.

A continuación se muestra el diagrama ORTEP obtenido para este compuesto:

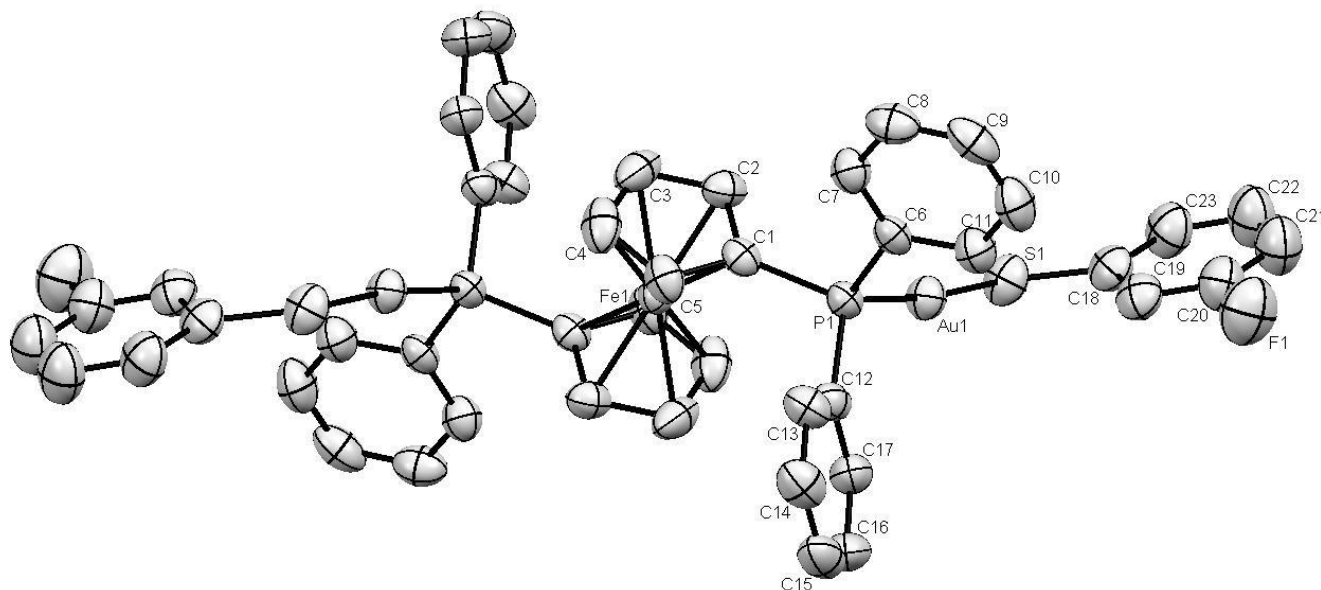


Figura 26. Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto **6**. Se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.

Del diagrama ORTEP (Figura 22) del compuesto **6** se observa que la estructura vuelve a ser muy similar a la de los complejos **1**, **2** y **3A** en cuanto al acomodo de los “brazos”. Para este complejo se tiene un ángulo de torsión, formado entre los átomos de C1-P1-S1-C18 de esta estructura, con valor de 149.04°.

Además, este compuesto presenta desorden dentro de su estructura en uno de los grupos fluorobenciotolato, dando lugar a que los valores de los ángulos formados por los átomos de P-Au-S de esta molécula sean de 176.6°, para el grupo fluorobenciotolato en desorden; y 173.6° para el “brazo” que presenta el mayor porcentaje en orden estructural dentro del cristal.

En las tablas 20 y 21 se presentan ángulos y distancias de enlace de interés de este complejo.

Tabla 20. Distancias de enlace de interés del compuesto **6**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.2542(13)	P(1)-C(12)	1.817(5)
Au(1)-S(1B)	2.287(6)	P(1)-C(6)	1.821(5)
Au(1)-S(1)	2.296(5)	S(1)-C(18)	1.752(8)
P(1)-C(1)	1.795(5)		

Tabla 21. Ángulos de enlace de interés del compuesto **6**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au(1)-S(1B)	176.6(3)	C(12)-P(1)-Au(1)	116.49(18)
P(1)-Au(1)-S(1)	173.6(4)	C(6)-P(1)-Au(1)	109.90(15)
C(1)-P(1)-Au(1)	113.42(16)	C(18)-S(1)-Au(1)	106.3(7)

2.2.7. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₄-2-F)₂] (**7**)

A partir de cantidades equimolares de la reacción entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆H₄-2-F)₂] se obtuvo el complejo **7** como un sólido anaranjado en un rendimiento del 34% respecto a [dppf-Au₂Cl₂]. Tiene un punto de descomposición de 210°C; es poco soluble en THF, cloroformo caliente; muy poco soluble en diclorometano caliente e insoluble en acetona.

2.2.7.1. Análisis Elemental

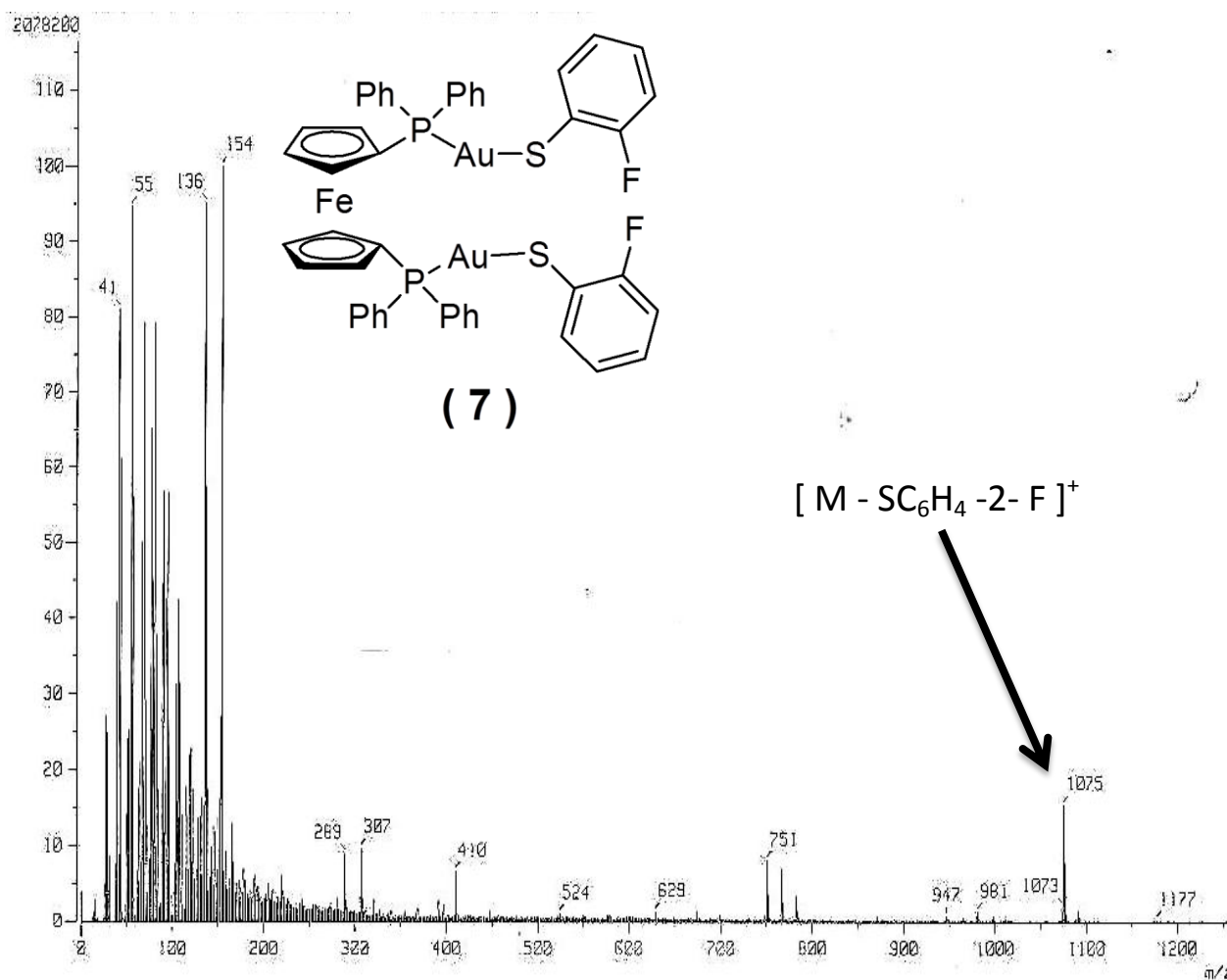
Experimental: %C=46.16%; %H= 3.12%.

Calculado: %C= 45.94%; %H= 3.02%.

2.2.7.2. EM-FAB⁺

Este compuesto muestra el mismo patrón de fragmentación que los casos anteriores (Espectro 25); se observa un pico en la relación m/z correspondiente a la pérdida de un grupo tiolato (m/z = 1075) y la pérdida de los dos grupos tiolato con un átomo de oro (m/z = 751). Al igual que en complejos anteriores, no se observa del todo claro el ion molecular y los porcentajes de las relaciones m/z encontrados son muy bajos debido probablemente a la pobre solubilidad de este compuesto en el disolvente empleado durante el experimento

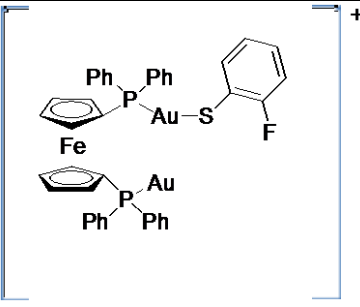
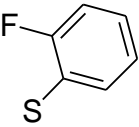
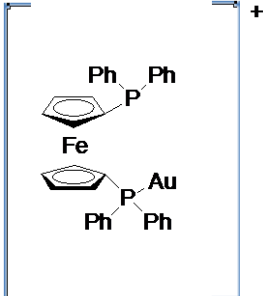
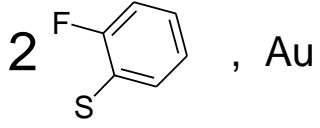
Se muestra a continuación el espectro de masas del compuesto **7**:



Espectro 25. Espectro de EM-FAB⁺ del compuesto **7**.

Del espectro anterior se puede hacer la siguiente asignación:

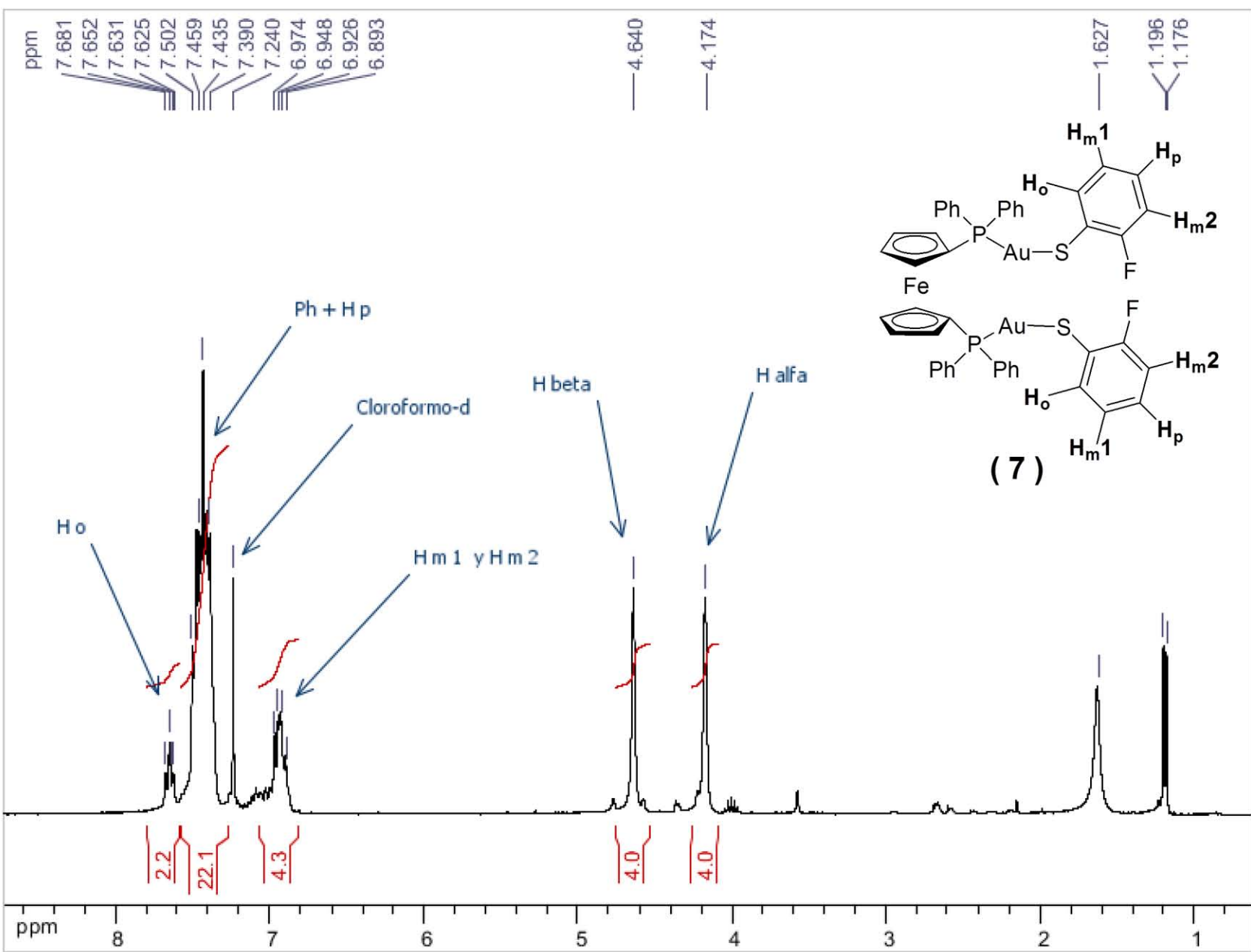
Tabla 22. Fragmentos detectados del complejo 7.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1202	No se observa	----
1075 (15%)		
751 (8%)		

2.2.7.3. RMN de ^1H

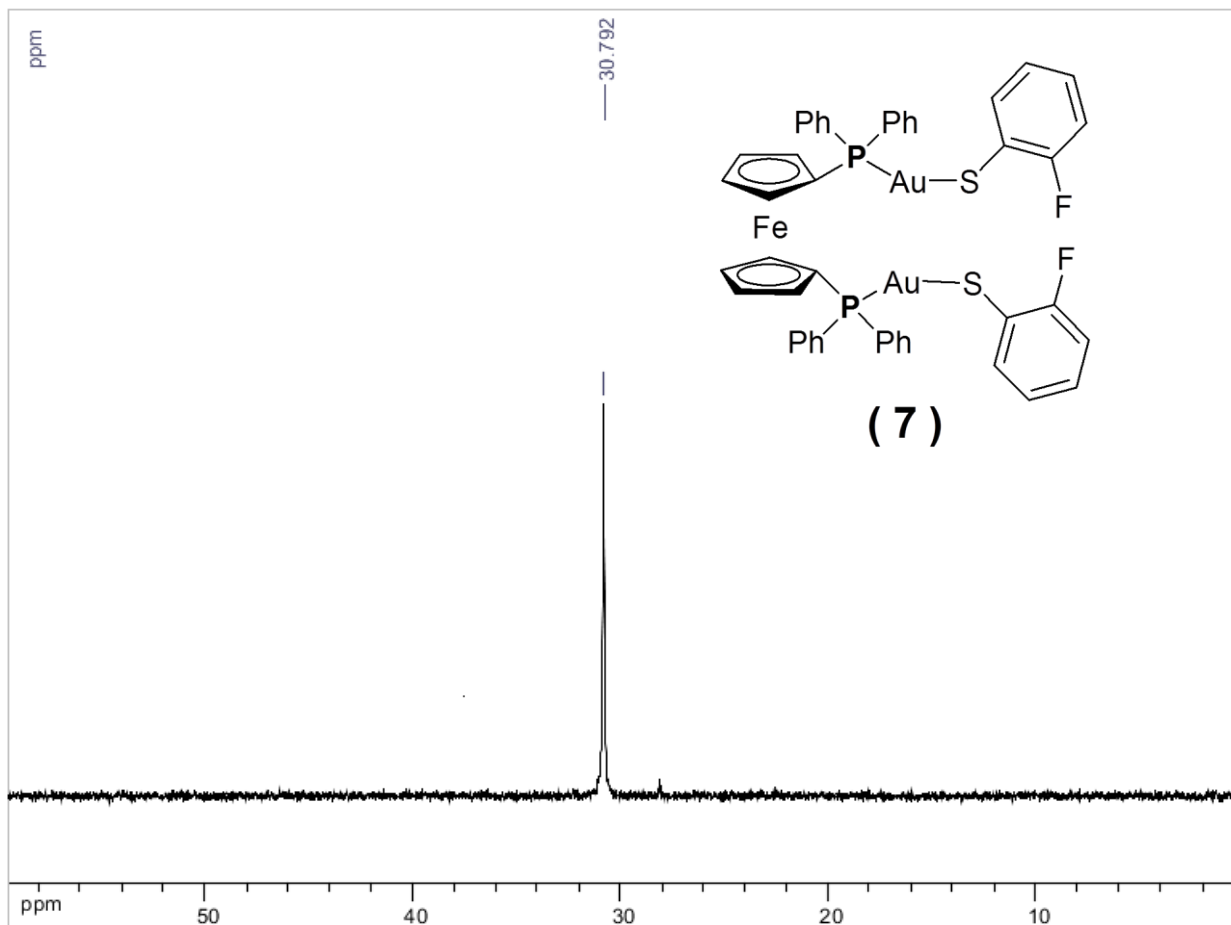
En el espectro de RMN de ^1H de este compuesto se observa (Espectro 26) dos singuletes en $\delta = 4.1$ y 4.6 ppm debidas a los protones alfa y beta del fragmento ferrocenico respectivamente. En $\delta = 6.9$ ppm encontramos un multiplete muy complejo cuyo desplazamiento químico e integración concuerda con los 4 protones *meta* al átomo de azufre dentro de los anillos fluorados. Entre $\delta = 7.4$ y 7.5 ppm tenemos un multiplete complejo que integra para 22 protones y que es debido a los átomos de hidrógeno de los grupos fenilo y a los 2 protones en las posiciones *para* a los átomos de azufre de los grupos fluorobencenotiolatos. Adicionalmente en $\delta = 7.6$ ppm observamos un multiplete mas, el cual integra para 2 protones asignable a los protones *orto* al átomo de azufre dentro de los anillos fluorados de los grupos tiolato.

Espectro 26. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **7** usando como disolvente Cloroformo- d y 25°C.



2.2.7.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

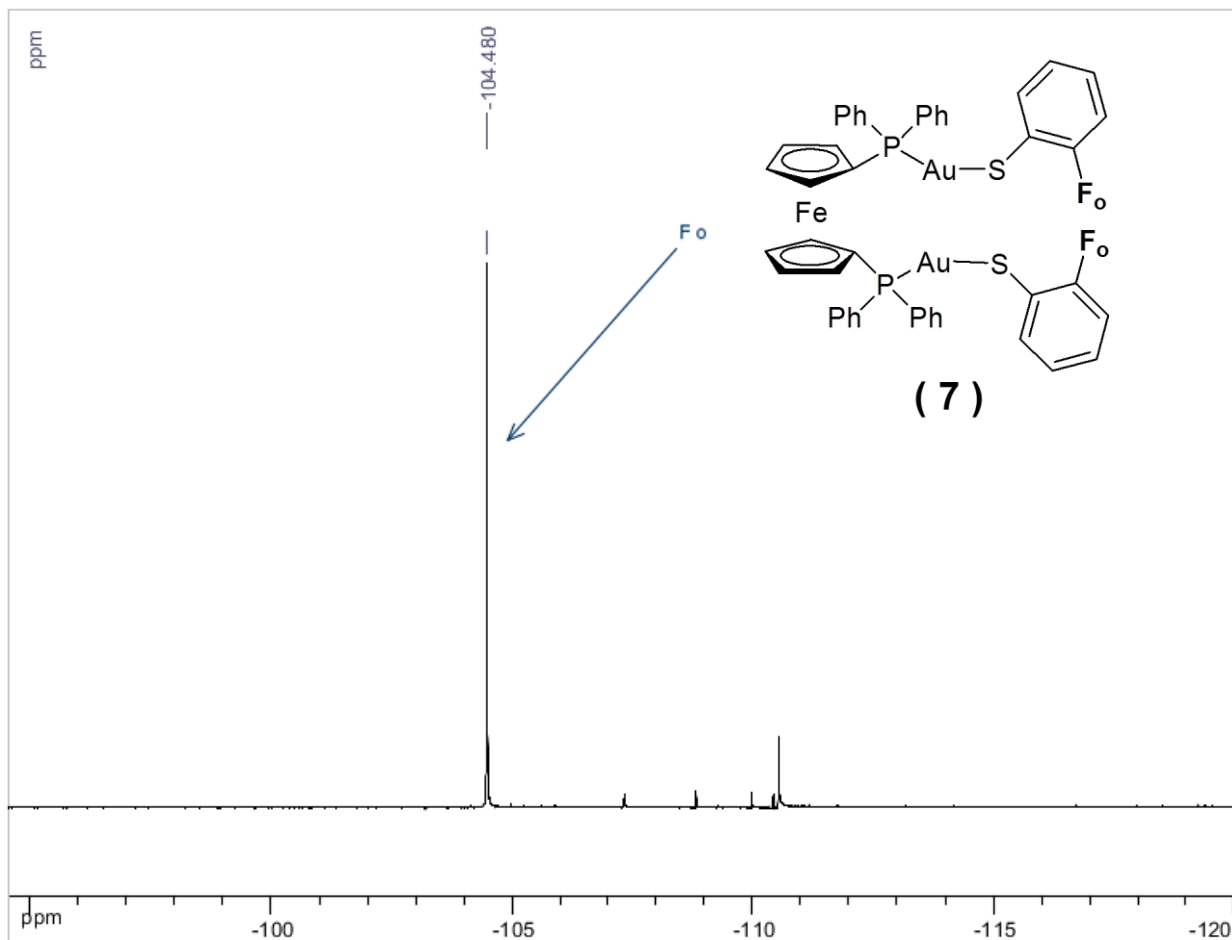
En el espectro de RMN de $\text{P}^{31}\{^1\text{H}\}$ de este complejo (Espectro 27) se puede observar una señal en aproximadamente $\delta = 30.8$ ppm que corresponde a los átomos de fósforo equivalentes en la molécula, resultado que va de acuerdo con la estructura propuesta para esta especie.



Espectro 27. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **7** disuelto en Cloroformo-*d* y a 25°C.

2.2.7.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

En este espectro de RMN de ^{19}F (Espectro 28) tenemos que, al igual que en los dos complejos **5** y **6**, sólo se observa una señal principal en aproximadamente $\delta = -104.5$ ppm que es debida los átomos equivalentes de flúor en posición *orto* al átomo de azufre dentro de los anillos fluorados en la molécula.



Espectro 28. Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto **7** usando como disolvente Cloroformo-*d* y 25°C.

2.2.7.6. Difracción de rayos-X de monocristal

Al igual que en complejos anteriores, se usó una recristalización bifásica de diclorometano/acetonitrilo para obtener cristales adecuados para su estudio por la técnica de difracción de rayos-X de monocristal obteniéndose así el siguiente diagrama ORTEP (Figura 27) donde se observa que este complejo también presenta una estructura muy similar a la de los compuestos **1**, **2**, **3A** y **6** con un ángulo de torsión de 135.48° formado por los átomos de C1-P1-S1-C18. Además, como en el complejo anterior, en este compuesto también se observa un desorden que en este caso se encuentra en sólo uno de los anillos fluorados.

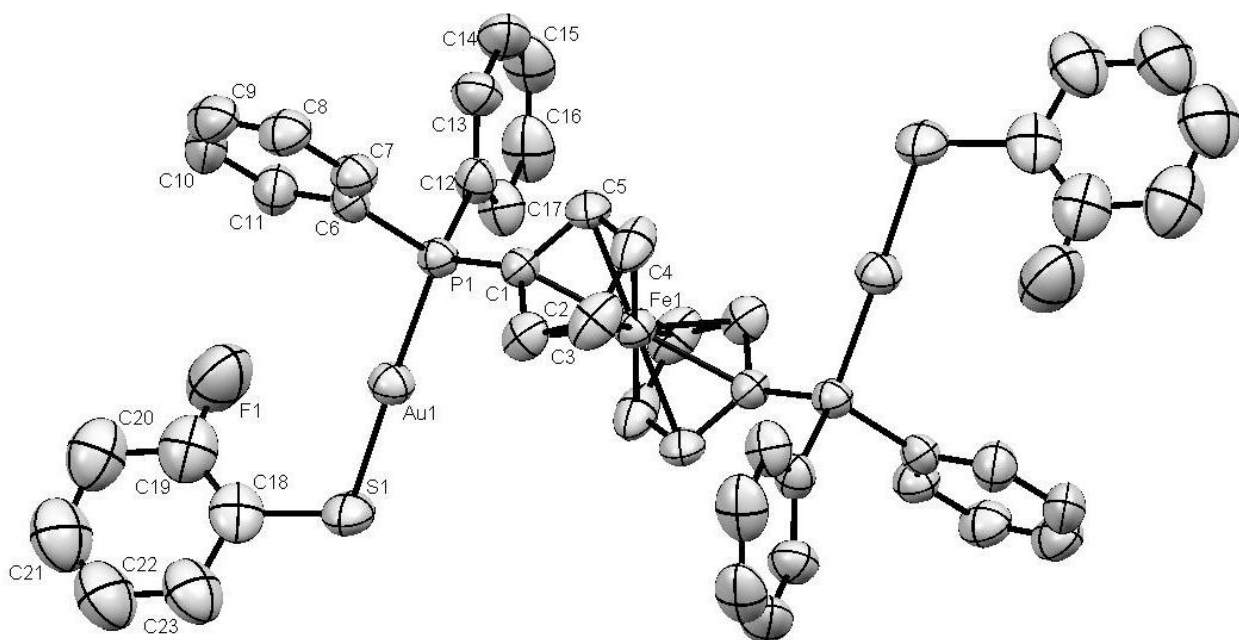


Figura 27. Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad del compuesto **7**.

Por otro lado, tenemos que la geometría alrededor de los átomos de oro en la estructura es prácticamente lineal con un ángulo P-Au-S de 177.99° . Este valor es congruente con los valores que presentan los compuestos que hasta ahora se han descrito en este trabajo.

Distancias y ángulos de enlace de interés para este complejo se presentan en las tablas 22 y 24.

Tabla 23. Distancias de enlaces de interés del compuesto **7**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.2470(13)	P(1)-C(1)	1.785(5)
Au(1)-S(1)	2.2803(16)	P(1)-C(12)	1.814(5)
S(1)-C(18)	1.744(8)	P(1)-C(6)	1.818(5)

Tabla 24. Ángulos de enlace de interés del compuesto **7**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au(1)-S(1)	177.98(5)	C(12)-P(1)-Au(1)	115.71(19)
C(18)-S(1)-Au(1)	107.9(3)	C(6)-P(1)-Au(1)	109.86(17)
C(1)-P(1)-Au(1)	114.40(17)		

2.2.8. Caracterización de [dppf-(AuSC₆H₄-2-CF₃)₂] (**8**).

El compuesto **8** se obtuvo de la reacción de cantidades equimolares entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(SC₆H₄-2-CF₃)₂] con un rendimiento del 43% respecto a [dppf-Au₂Cl₂]. Es soluble en disolventes orgánicos comunes tales como acetona, diclorometano y cloroformo. Tiene un punto de fusión de 180-182°C.

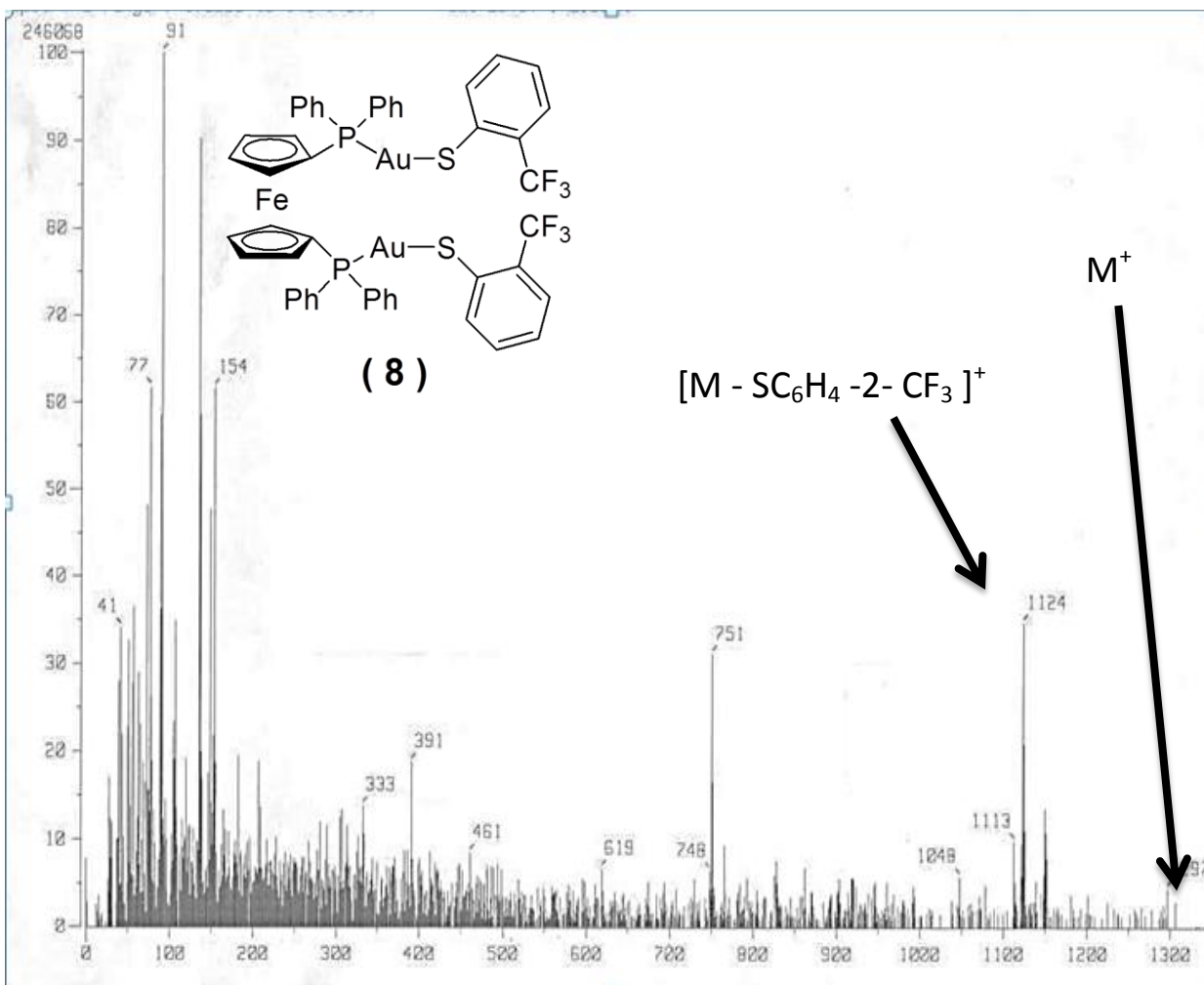
2.2.8.1. Análisis Elemental

Experimental: %C=43.40%; %H= 2.60%.

Calculado: %C= 44.26%; %H= 2.79%.

2.2.8.2. EM-FAB⁺

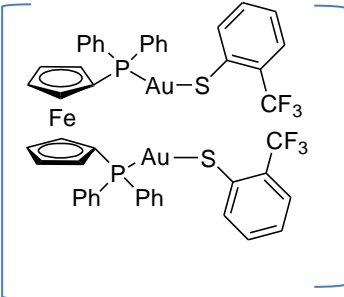
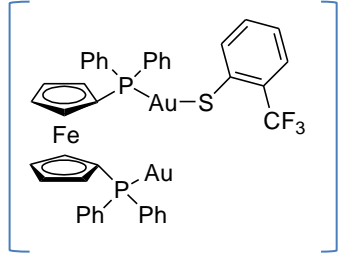

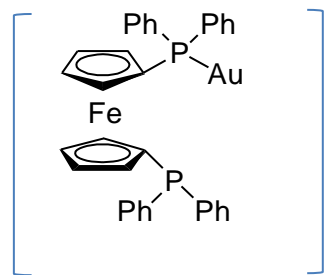
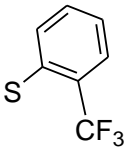
A continuación se presenta el espectro de EM-FAB⁺ correspondiente al compuesto **8**.



Espectro 29. Espectro de EM-FAB⁺ del compuesto **8**.

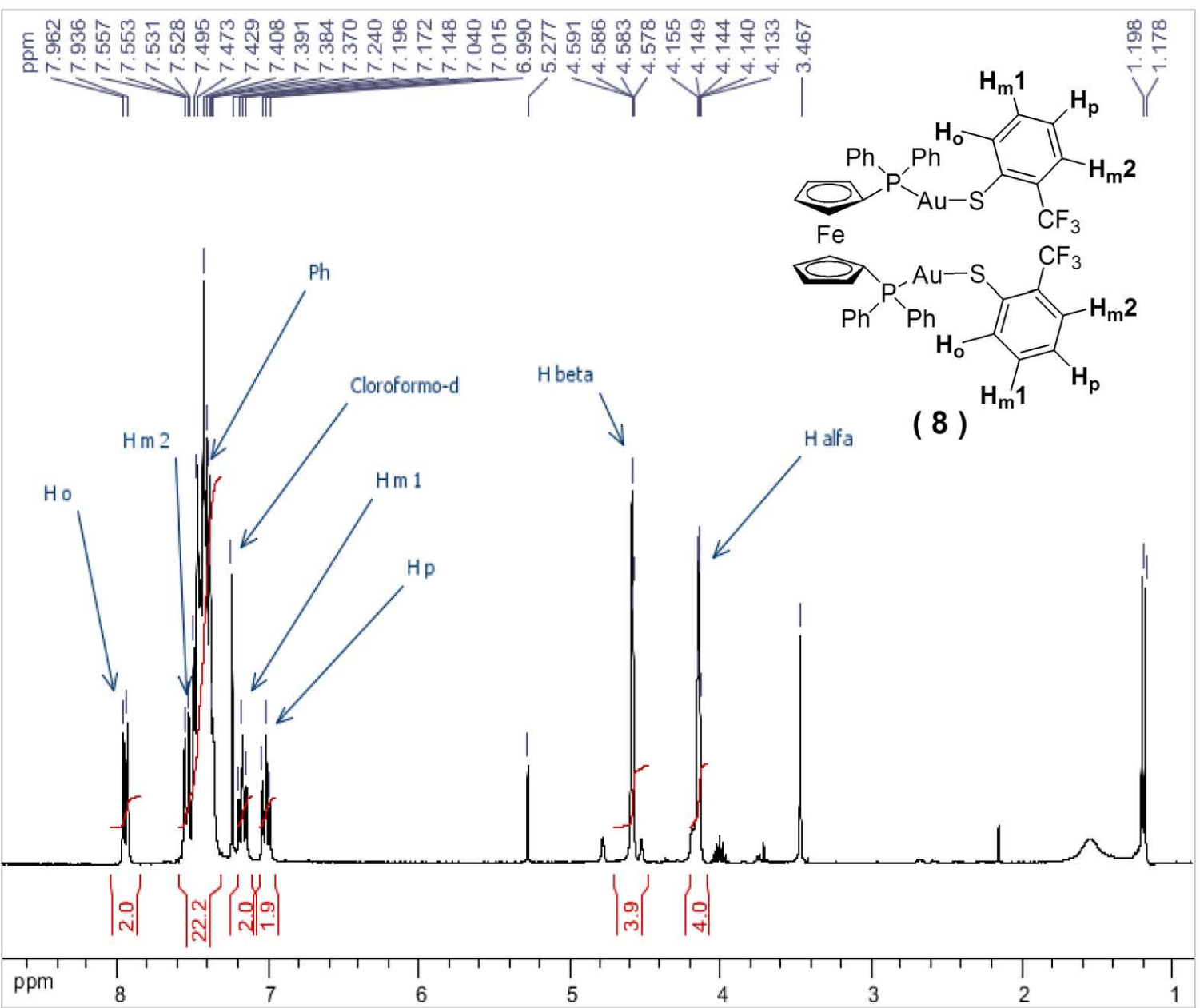
El análisis por espectrometría de masas (Espectro 29) de este complejo (**8**), muestra un pico con solo el 3% de abundancia, correspondiente al ion molecular (M⁺) con m/z = 1302. Adicionalmente se observan dos picos mas en m/z = 1125 y 751 que corresponden a la pérdida de un grupo bencentiolato y a la pérdida de dos grupos bencentiolato con un átomo de oro, respectivamente. Estos fragmentos y sus porcentajes se describen en la Tabla 25.

Tabla 25. Fragmentos detectados del compuesto **8**.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado.	Fragmento perdido.
1302 (3%)		e ⁻
1125 (37%)		
751 (30%)		 2 , Au

2.2.8.3. RMN de ^1H

En seguida se presenta el espectro de RMN de ^1H del compuesto **8**.



Espectro 30. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **8** disuelto en Cloroformo- d y a 25°C.

Para el complejo (**8**) se observan (Espectro 36) multipletes característicos para los protones en posiciones α y β en aproximadamente $\delta = 4.1$ y 4.6 ppm, respectivamente; y que son debidos a los protones del fragmento ferrocénico. También se observa un multiplete producido por los átomos de hidrógeno de los grupos fenilo de la estructura propuesta en $\delta = 7.4$ ppm.

Las señales de interés para este compuesto se muestran en la ampliación del espectro (Figura 28) donde se observan cuatro multipletes que se encuentran en aproximadamente $\delta = 7.0$ ppm (t, $J=7.8$ Hz), $\delta = 7.2$ ppm (t, $J=7.3$ Hz), $\delta = 7.5$ ppm (d, $J=7.9$ Hz) y 7.9 ppm (d, $J=7.8$) y que son debidos a los protones en *para*, *meta* (marcado como H_{m1}), *orto*, y *meta* (marcado como H_{m2}) respectivamente, dentro de los anillos de los fluorobencenotiolatos. Esta asignación se facilita gracias a la multiplicidad que se observa en la Figura 24 para cada multiplete.

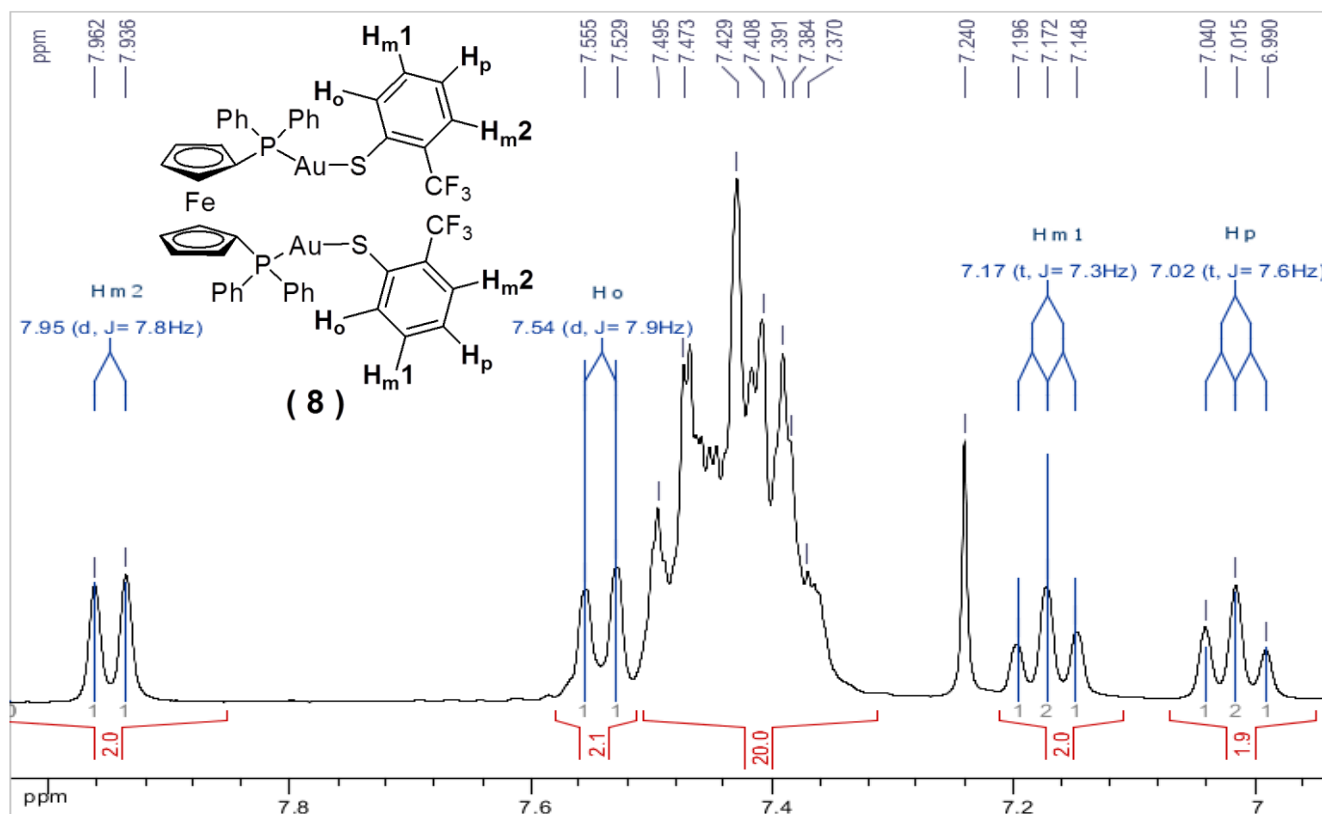
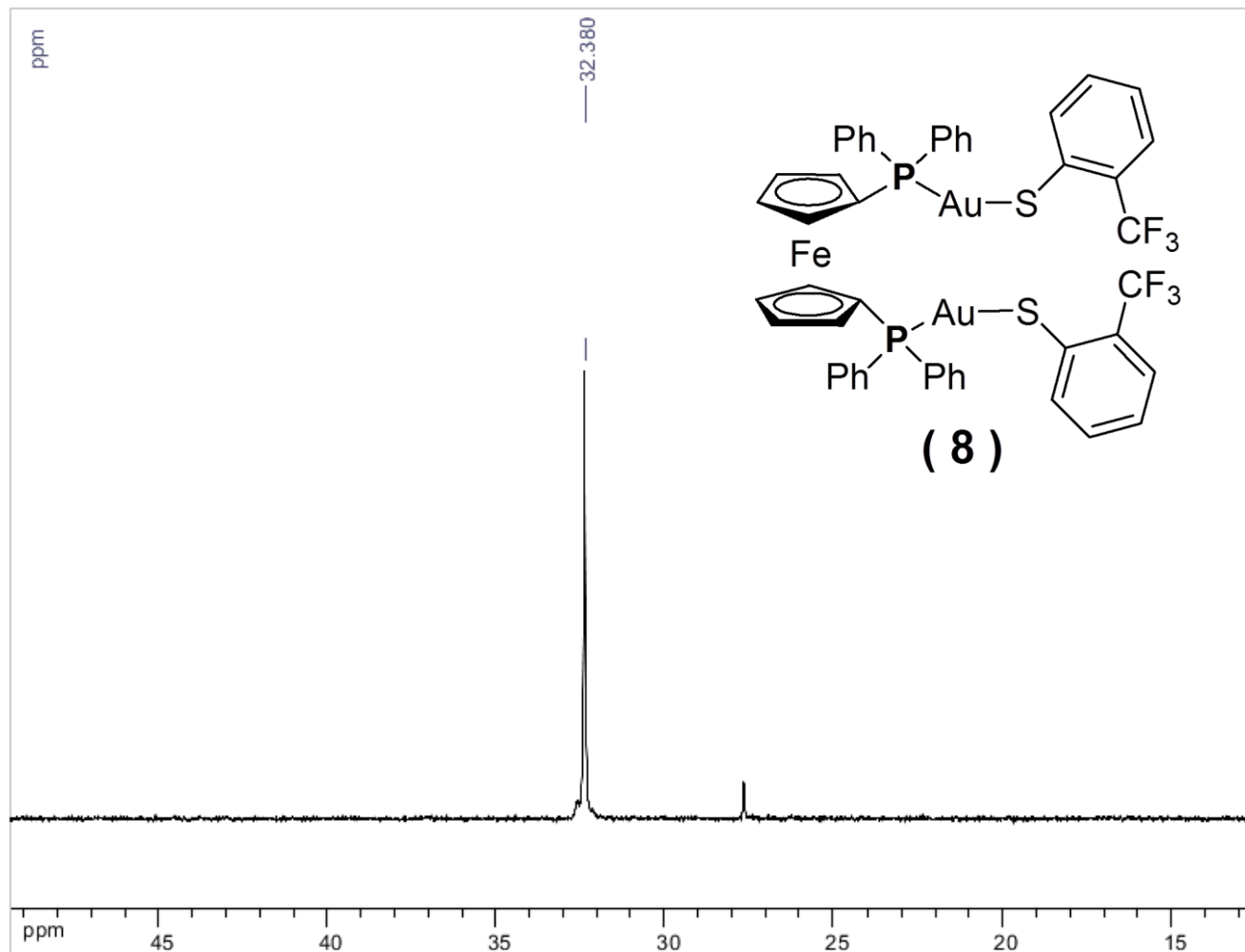


Figura 28. Ampliación de los cuatro multipletes de interés que aparecen en RMN de ¹H del compuesto **8**.

Aparecen sólo cuatro señales debido a que cada uno de los átomos dentro de los grupos tiolatos fluorados son equivalentes.

2.2.8.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

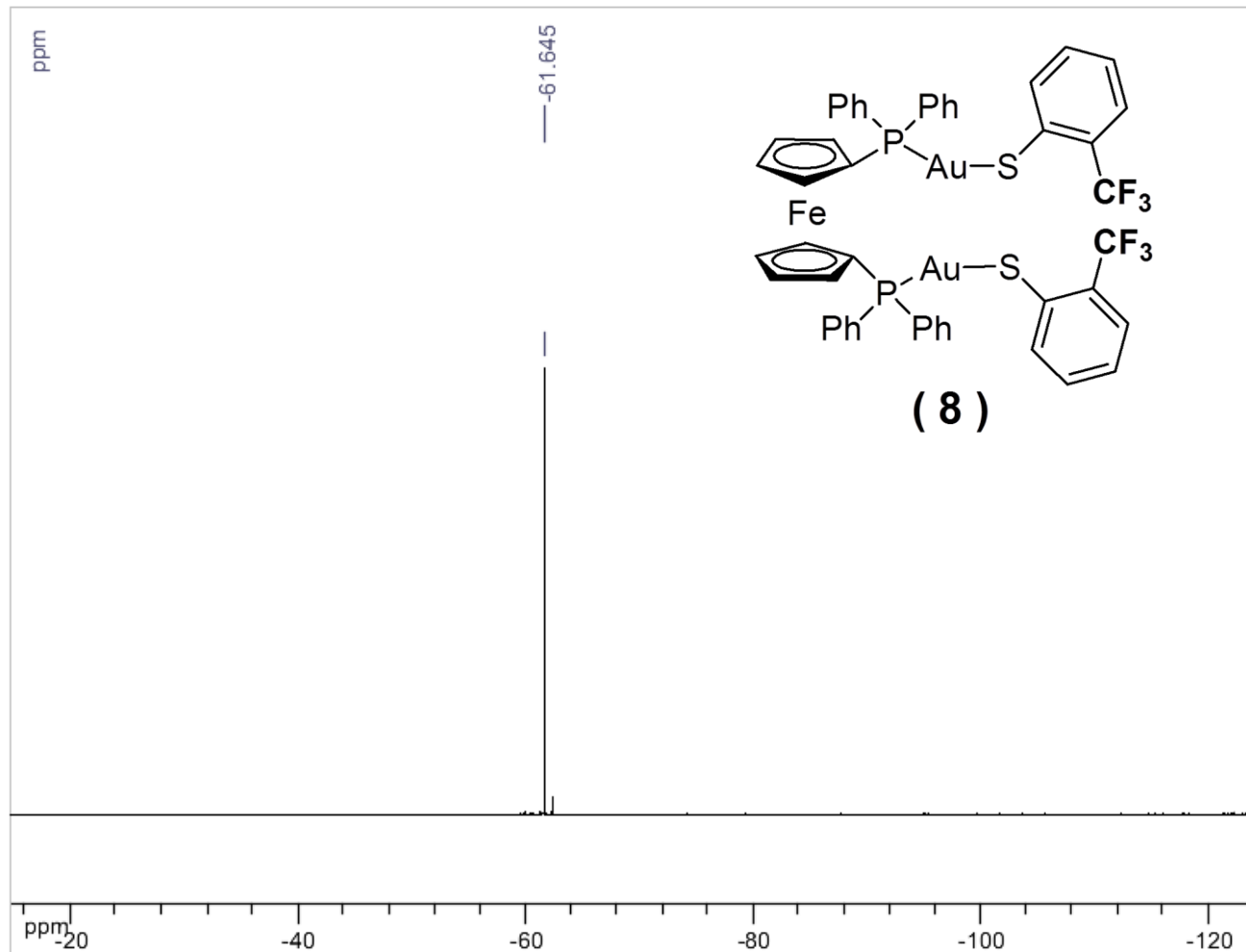
En el Espectro 31 de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ se observa un singulete en $\delta = 32.4$ ppm correspondiente a los fósforos equivalentes en la molécula (Espectro 31). Esta observación está de acuerdo con la estructura propuesta para esta especie.



Espectro 31. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **8** disuelto en Cloroformo-d y 25°C.

2.2.8.5. RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$

Enseguida se presenta el espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ del compuesto **8**:



Espectro 32. Espectro de RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ a 282MHz del compuesto **8** usando como disolvente Cloroformo-*d* y 25°C.

En el Espectro 32 se observa un singlete en aproximadamente $\delta = 61.7$ ppm ya que el ambiente de los 6 átomos de flúor dentro del complejo **8** es equivalente.

2.2.8.6. Difracción de rayos-X de monocristal

Este complejo (**8**) se purificó por medio de una recrystalización bifásica de diclorometano/isopropanol; método por el cual también se obtuvieron cristales adecuados para su estudio por difracción de rayos-X de monocristal. El diagrama ORTEP que arrojo esta técnica se muestra a continuación (Figura 29):

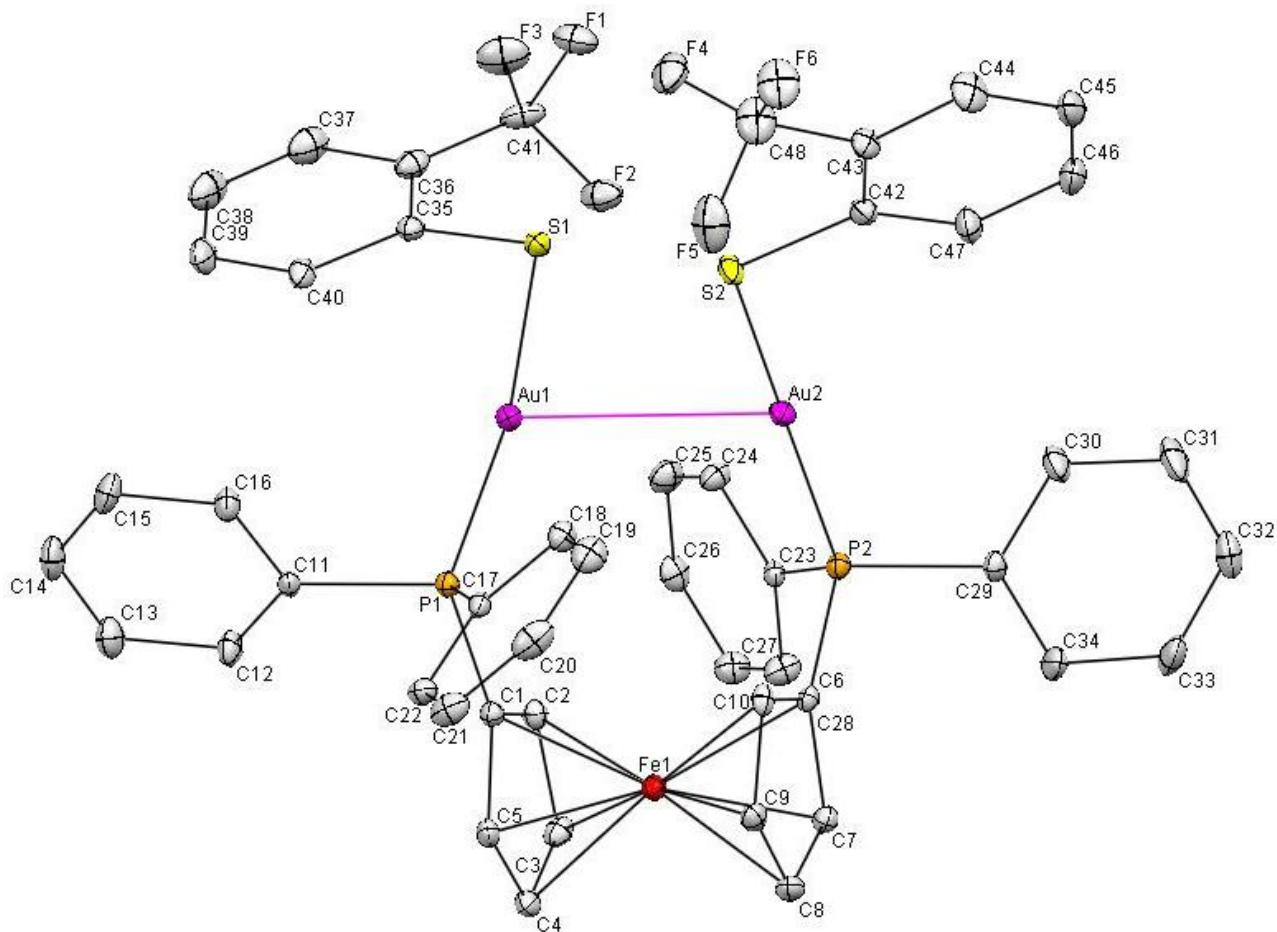


Figura 29. Por claridad el diagrama ORTEP de **8** se muestra al 7% de probabilidad y se omiten los átomos de hidrógeno, donde adicionalmente se exhibe una interacción aurofílica del tipo semisoportada con una distancia Au-Au de 3.159Å.

Este complejo es el primero de la serie descrita hasta el momento que muestra una interacción aurofílica del tipo semisoportada con una distancia entre los átomos de oro de 3.159Å, distancia que es menor a la suma de radios de Van Der Waals (3.6Å). También se puede observar en la figura que los anillos Cp se eclipsan entre sí dando lugar a un ángulo de torsión formado por P1-Centroide Cp-Centroide Cp-P2 de -68.5°. La geometría que presenta esta estructura alrededor del átomo de oro es lineal ligeramente distorsionada ya

que los ángulos que forman P1-Au1-S1 y P2-Au2-S2 son 169.79° y 173.72° respectivamente.

Tabla 26. Distancias de enlace de interés para el compuesto **8**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.260(2)	P(1)-C(1)	1.790(8)
Au(1)-S(1)	2.311(2)	P(1)-C(17)	1.802(9)
Au(1)-Au(2)	3.1590(5)	P(1)-C(11)	1.820(8)
Au(2)-P(2)	2.268(2)	P(2)-C(6)	1.797(8)
Au(2)-S(2)	2.311(2)	P(2)-C(23)	1.824(9)
S(1)-C(35)	1.760(9)	P(2)-C(29)	1.824(9)
S(2)-C(42)	1.774(9)		

Tabla 27. Ángulos de enlace de interés del compuesto **8**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au(1)-S(1)	169.79(8)	C(42)-S(2)-Au(2)	106.3(3)
P(1)-Au(1)-Au(2)	105.59(6)	C(1)-P(1)-Au(1)	113.7(3)
S(1)-Au(1)-Au(2)	84.50(6)	C(17)-P(1)-Au(1)	118.0(3)
P(2)-Au(2)-S(2)	173.72(10)	C(11)-P(1)-Au(1)	106.2(3)
P(2)-Au(2)-Au(1)	101.52(6)	C(6)-P(2)-Au(2)	108.6(3)
S(2)-Au(2)-Au(1)	80.64(6)	C(23)-P(2)-Au(2)	116.6(3)
C(35)-S(1)-Au(1)	104.2(3)	C(29)-P(2)-Au(2)	112.4(3)

2.2.9. Caracterización de [dppf-(AuS-benzoxazol)₂] (9)

El compuesto **9** se sintetizó a partir de cantidades equimolares entre [dppf-Au₂Cl₂] y [Pb(S-benzoxazol)₂]; obteniéndose un sólido anaranjado con rendimiento del 40.4% respecto a la especie [Pb(S-benzoxazol)₂]. Es soluble en cloroformo, diclorometano y poco soluble en acetona. Tiene un punto de descomposición mayor a 230°C.

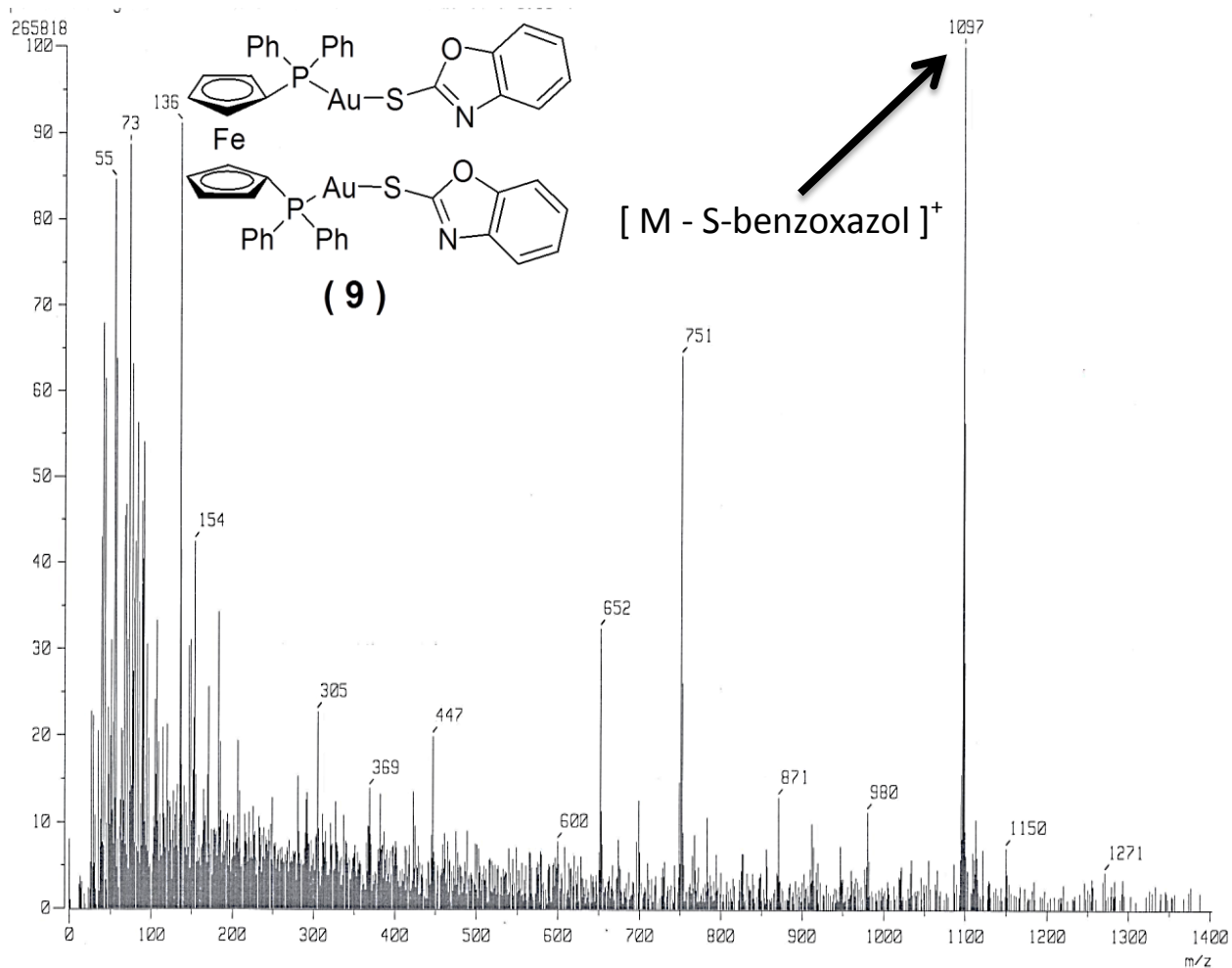
2.2.9.1. Análisis Elemental

Experimental: %C=45.76%; %H= 2.86%; %N= 2.23%

Calculado: %C= 46.17%; %H= 2.91%; %N= 2.24%

2.2.9.2. EM-FAB⁺

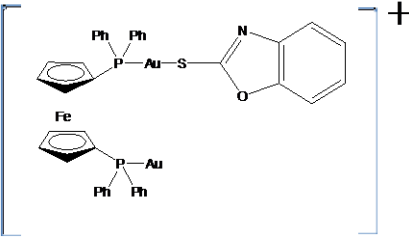
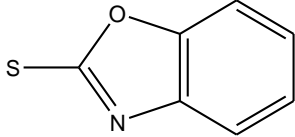
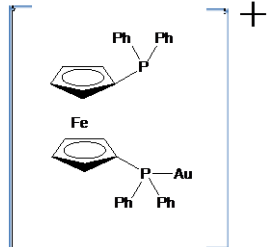
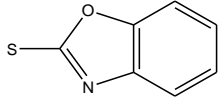
Como se puede observar en el Espectro 33 tenemos dos picos, uno, que es el pico base, en $m/z = 1097$; mientras que el otro se encuentra en $m/z = 751$. Estas dos picos corresponden a la pérdida de un grupo tiolato ($[M - S\text{-benzoxazol}]^+$) y de dos grupos tiolato junto con un átomo de oro respectivamente. El ion molecular (M^+) no se alcanza a observar.



Espectro 33. Espectro EM-FAB⁺ del compuesto **9**.

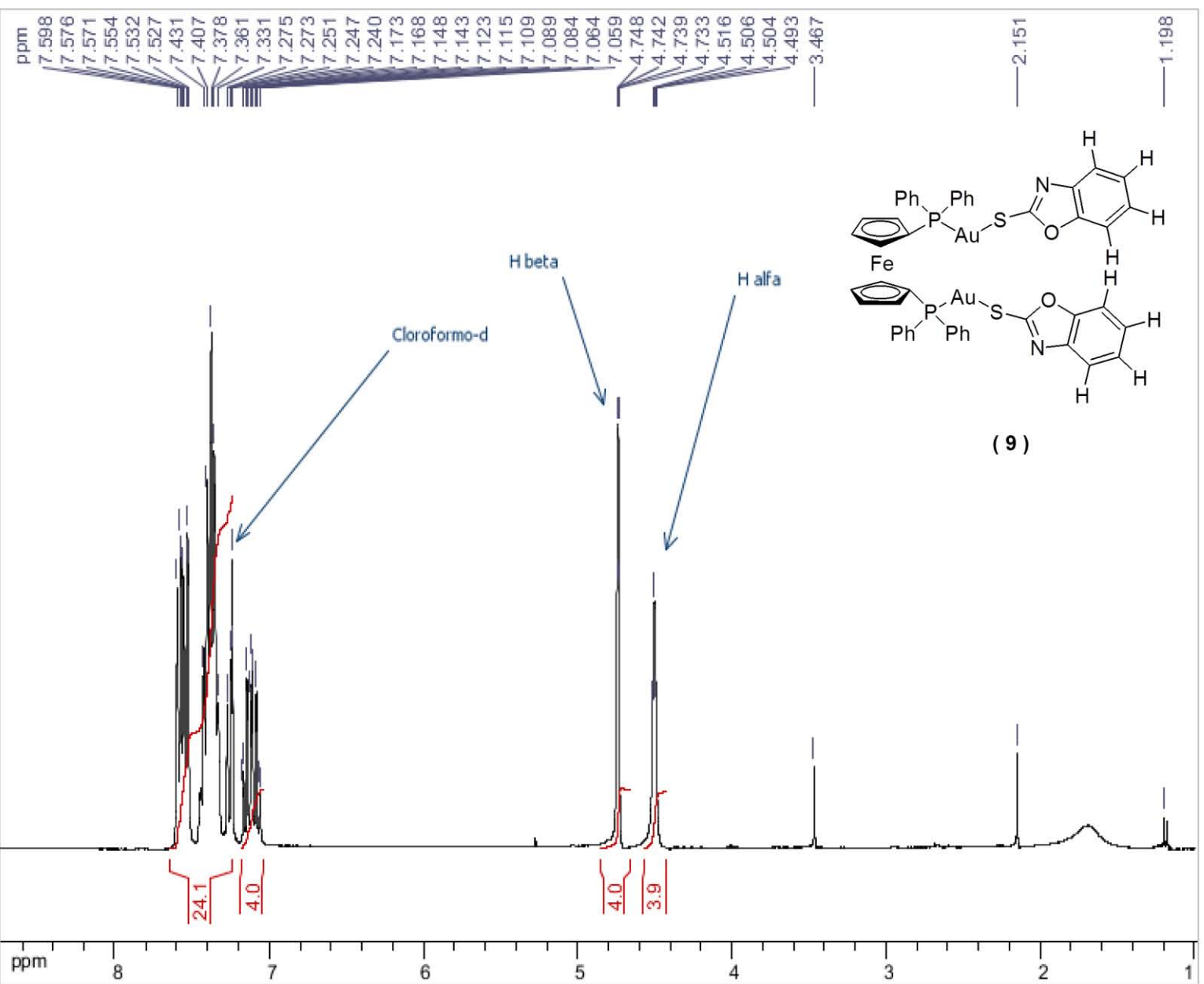
Del espectro anterior se asignan, en la Tabla 28, las relaciones masa/carga y abundancias relativas de los picos más importantes para el complejo **9** observados en el espectro de EM-FAB⁺:

Tabla 28. Fragmentos detectados del compuesto **9**.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado	Fragmento perdido
1248	No se observa	---
1098 (100)		
751 (67)		<p>2 , Au</p>

2.2.9.3. RMN de ^1H

Para el complejo **9** se tiene el espectro de RMN de ^1H que a continuación se muestra (Espectro 34).



Espectro 34. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **9** disuelto en Cloroformo- d_3 y 25°C.

Como se puede observar en el espectro anterior (Espectro 34), se hace un poco complicada la asignación de cada uno de los protones de los grupos benzoxazol de la estructura propuesta para el complejo **9**, ya que sólo se observan dos multipletes complejos en la zona de aromáticos. Uno que va aproximadamente de $\delta = 7.6$ a 7.2 ppm, que esta integrando para 24 átomos de hidrógeno (Figura 25) y que además se traslapa con los protones de los grupo fenilos; y otro más que se encuentra entre $\delta = 7.2$ y 7.0 ppm, aproximadamente, y que integra para 4 protones. Dichos desplazamientos químicos están en concordancia con la literatura [31] y lo esperado para este compuesto. Adicionalmente observamos los multipletes característicos para esta serie de compuestos que son debidos a los átomos α y β de la parte ferrocénica en $\delta = 4.5$ y 4.7 ppm respectivamente.

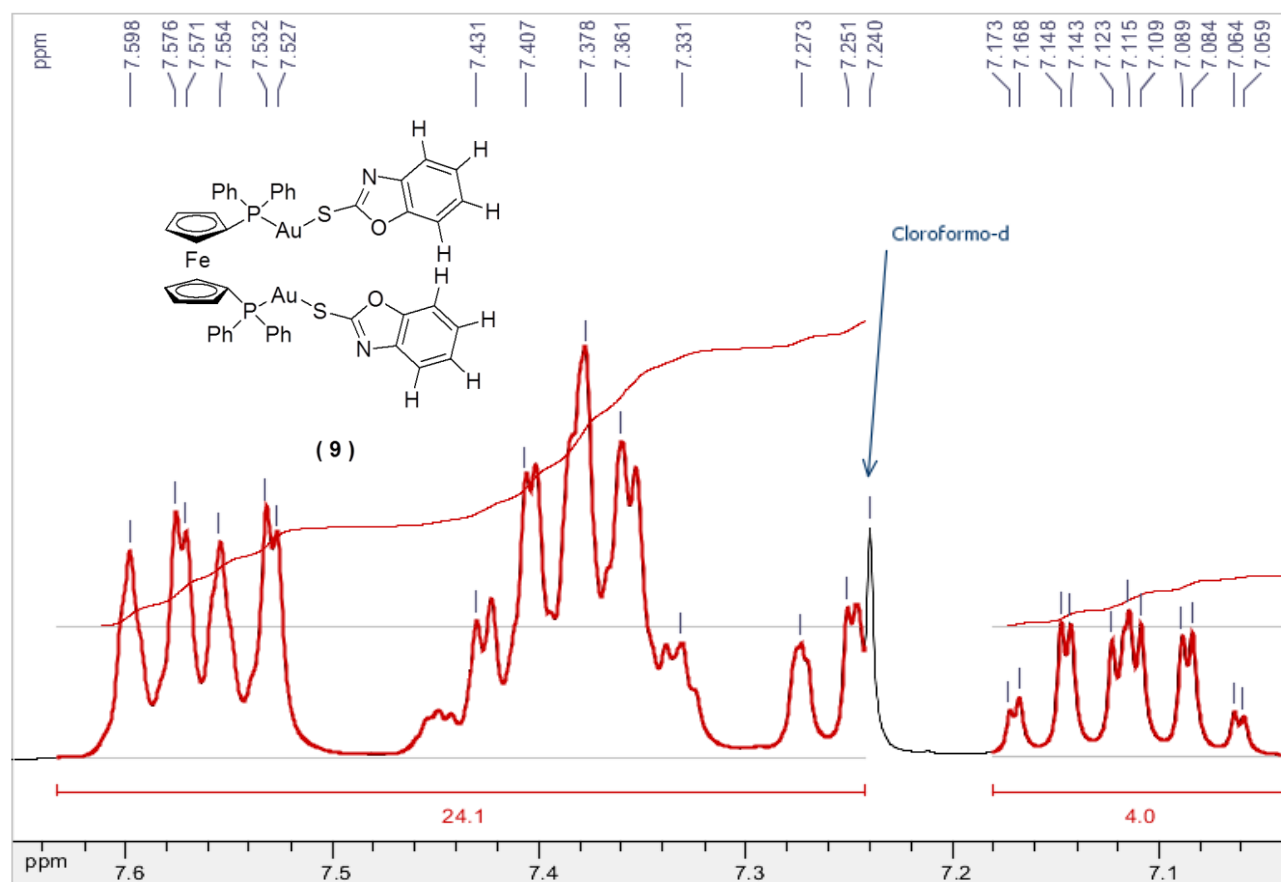
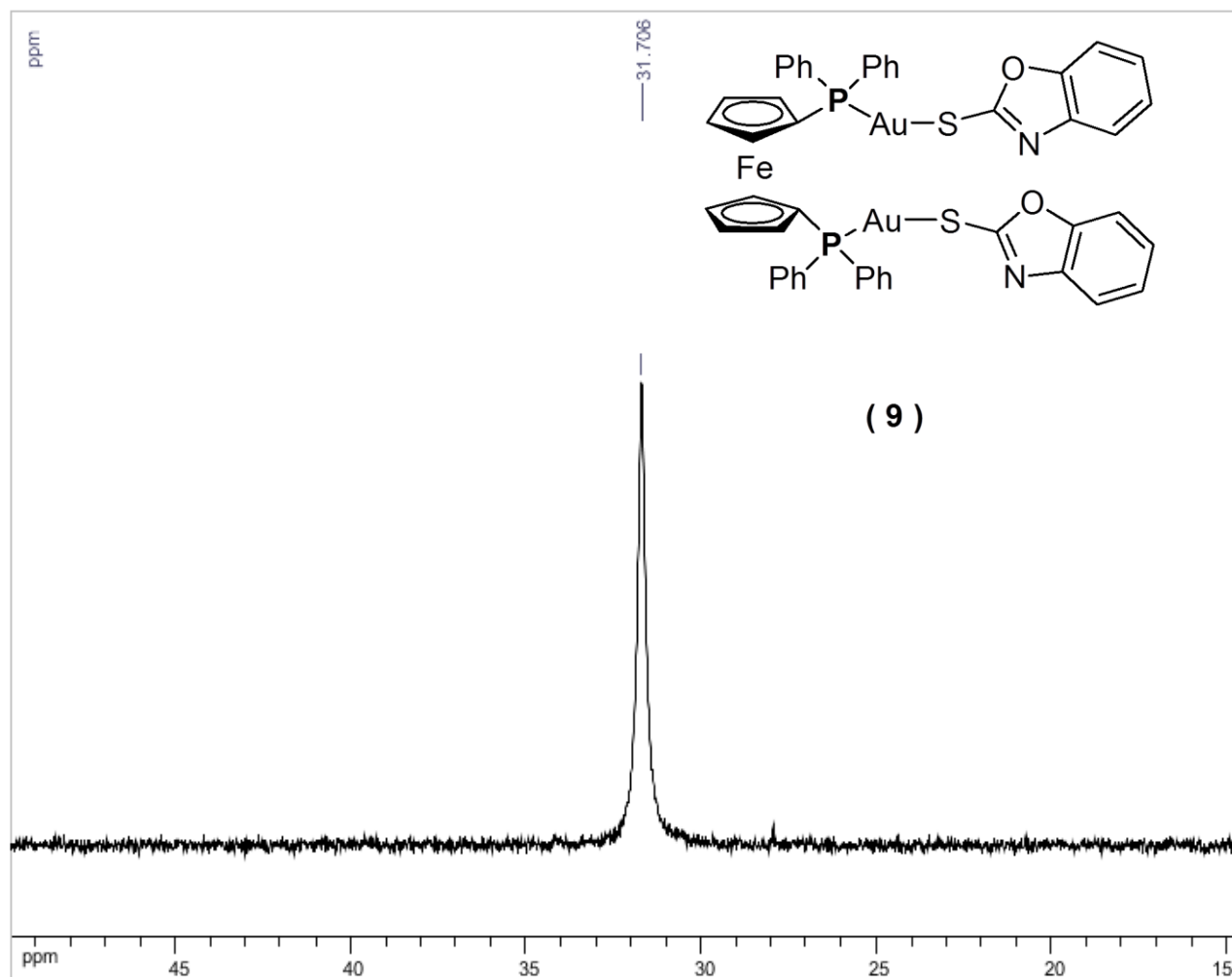


Figura 30. Ampliación de la zona de multipletes del espectro de RMN de ¹H del compuesto **9** donde se observa con mayor claridad la integración de los multipletes mostrados y donde se puede apreciar que no se incluye la señal del cloroformo deuterado.

2.2.9.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

En RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ se encontró (Espectro 35) un singulete en $\delta = 31.7$ ppm. Este singulete nos indica que los átomos de fósforo en este compuesto, al igual que en todos los casos anteriormente analizados, son equivalentes.



Espectro 35. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ a 121MHz del compuesto **9** usando como disolvente Cloroformo-*d* y a 25°C.

2.2.9.5. Difracción de rayos-X de monocristal

De este compuesto (**9**) también se logró obtener cristales adecuados para su estudio por la técnica de difracción de rayos-X de monocristal. Estos cristales se obtuvieron por medio de una recristalización bifásica de diclorometano/isopropanol dando como resultado el diagrama ORTEP (Figura 31) que muestra un desorden en los fenilos y un grupo benzoxazol de uno de los “brazos” de la estructura; además de que se intercalan los oxígenos y nitrógenos del mismo grupo benzoxazol. También se observa en esta estructura de rayos-X que hay una interacción aurofílica semisoportada, análoga a la que muestra el complejo **8**, y cuya distancia entre átomos de oro es de 3.093Å. La geometría que se encuentra para este complejo (**9**) alrededor del átomo de oro es lineal ligeramente distorsionada con un ángulo de 173.70° entre los átomos de P-Au-S. También se puede notar que esta estructura muestra a los anillos Cp del ferroceno eclipsados el uno con el otro.

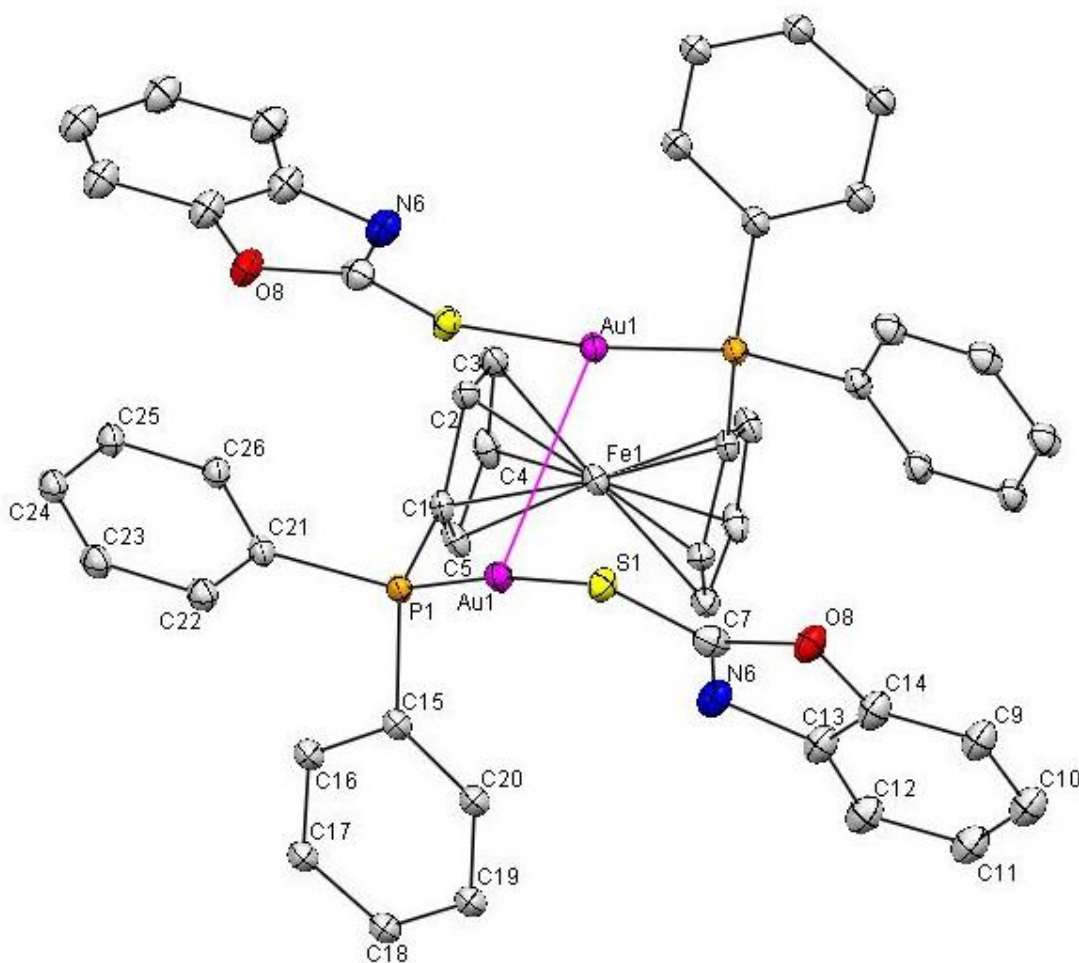


Figura 31. Diagrama ORTEP del compuesto **9**. Por claridad se omiten los átomos de hidrógeno y con un 7% de probabilidad.

Distancias y ángulos de enlace de interés de este complejo (**9**) se presentan en las siguientes tablas (Tablas 29 y 30).

Tabla 29. Distancia de enlace de interés del compuesto **9**.

Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.2507(15)	P(1)-C(21)	1.805(10)
Au(1)-S(1)	2.3411(16)	P(1)-C(15)	1.807(10)
Au(1)-Au(1)#1	3.0929(5)	S(1)-C(7)	1.632(9)
P(1)-C(1)	1.803(6)		

Tabla 30. Ángulos de enlace de interés del compuesto **9**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au(1)-S(1)	173.70(6)	C(21)-P(1)-Au(1)	111.8(7)
P(1)-Au(1)-Au(1)#1	106.11(4)	C(15)-P(1)-Au(1)	111.7(7)
S(1)-Au(1)-Au(1)#1	79.83(5)	C(7)-S(1)-Au(1)	100.8(3)
C(1)-P(1)-Au(1)	116.04(17)		

2.2.10. Caracterización de [dppf-(AuS-benzotiazol)₂] (**10**)

El compuesto **10** fue sintetizado a partir de la reacción entre [dppf-Au₂Cl₂] con [Pb(S-benzotiazol)₂]. Se obtuvieron cristales de color naranja en un rendimiento del 40% respecto a [dppf-Au₂Cl₂]. Tiene un punto de descomposición mayor a 220°C y es soluble en disolventes orgánicos comunes tales como el cloroformo, diclorometano, 1,2-dicloroetano y es poco soluble en acetona.

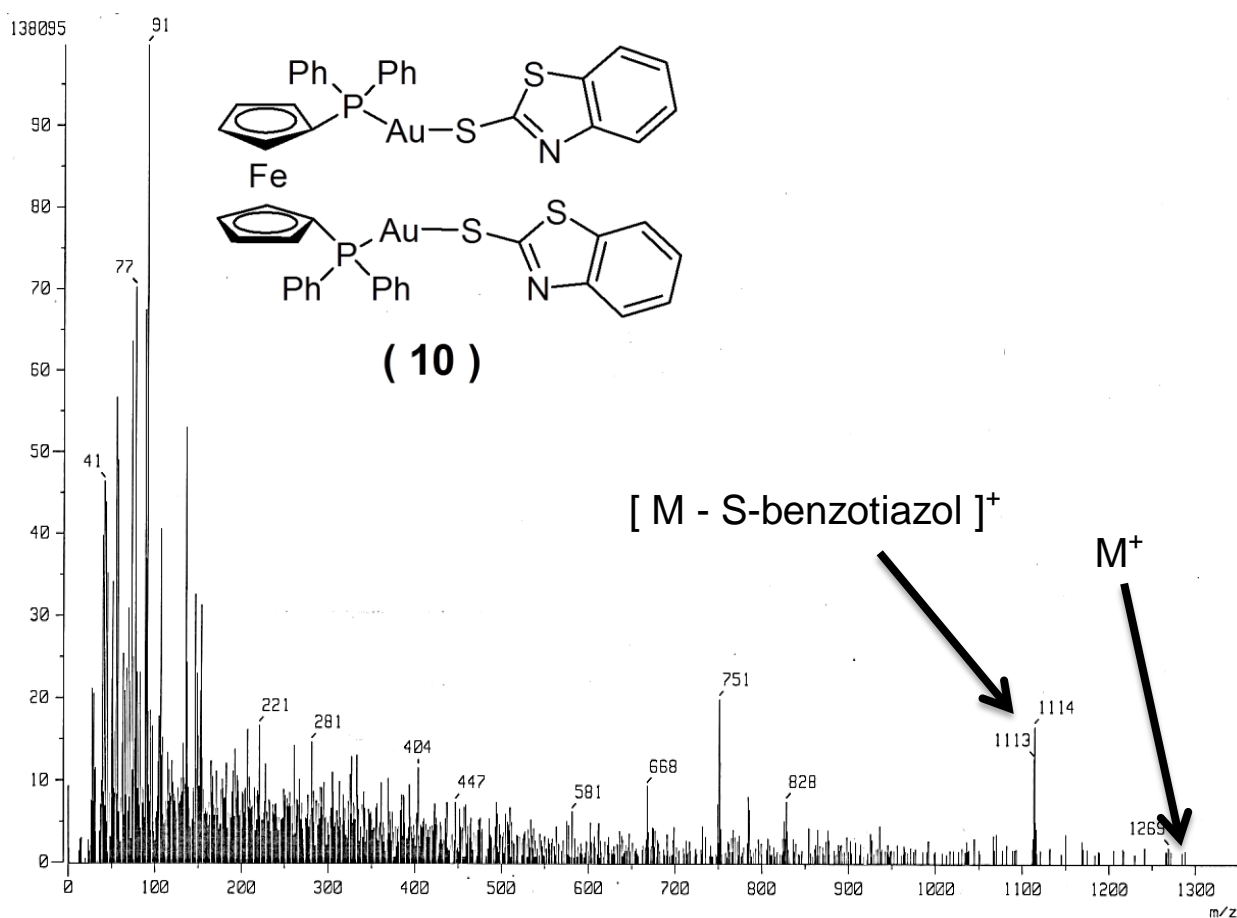
2.2.10.1. Análisis Elemental

Experimental: %C=44.74%; %H= 2.76%; %N= 2.21%.

Calculado: %C= 45.17%; %H= 2.91%; %N= 2.24%.

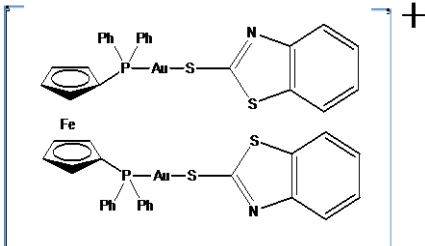
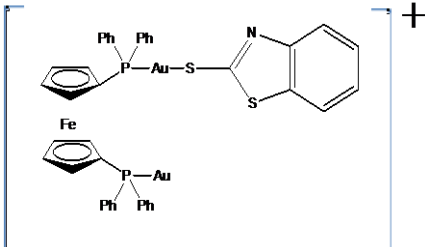
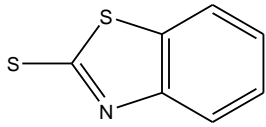
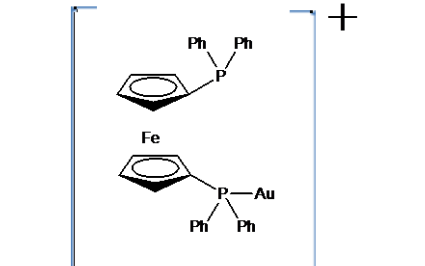
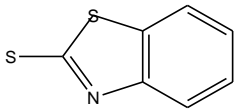
2.2.10.2. EM-FAB⁺

A continuación se presenta el espectro de masas (Espectro 42) del compuesto **10** donde se puede observar el mismo patrón de fragmentación que presentan todos los complejos (**1-9**) antes descritos. Para este caso se alcanza a observar al ion molecular (M^+) en $m/z = 1280$, con una abundancia relativa de alrededor del 3%. También se observa el pico que es debido a la pérdida de un grupo tiolato ($[M - S\text{-benzotiazol}]^+$) en $m/z = 1114$; y en $m/z = 751$ el pico que concuerda con la pérdida de dos grupos tiolato junto con uno átomo de los dos átomos de oro de la estructura propuesta.



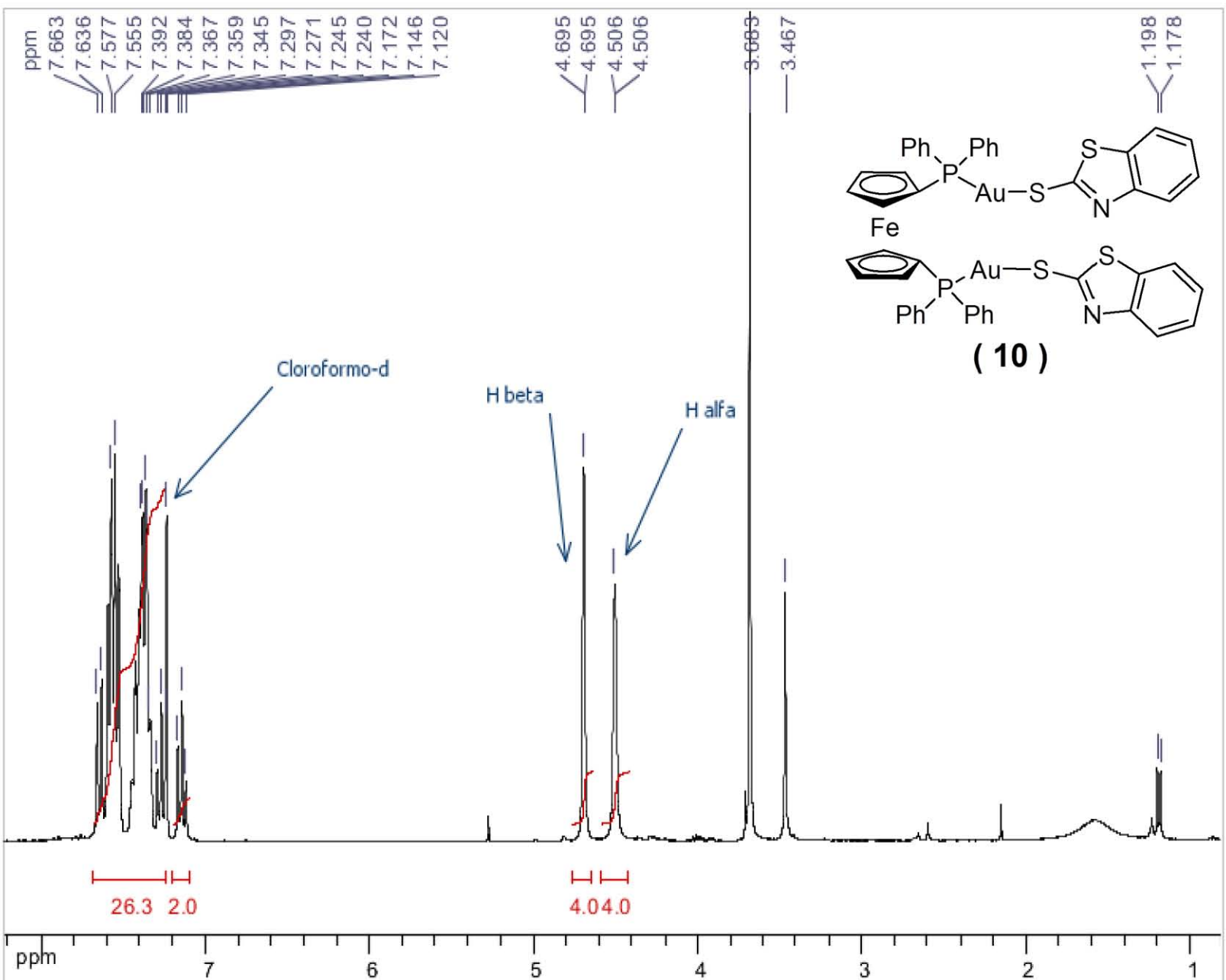
Espectro 36. Espectro de EM-FAB⁺ del compuesto **10**.

Tabla 31. Fragmentos detectados del compuesto **10**.

m/z (% abundancia)	Fragmento detectado	Fragmento perdido
1280 (3)		e ⁻
1114 (18)		
751 (22)		2  , Au

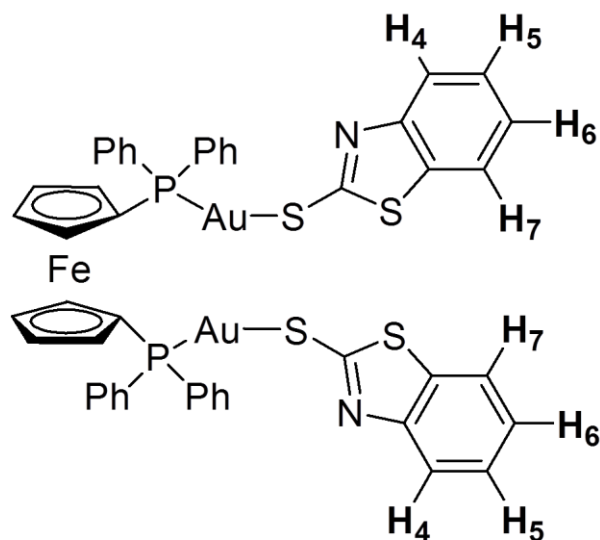
2.2.10.3. RMN de ^1H

A continuación se presenta el espectro de RMN de ^1H del complejo **10**:



Espectro 37. Espectro de RMN de ^1H a 300MHz del compuesto **10** a 25°C y disuelto en Cloroformo- d .

Para este compuesto se observa, en su espectro de RMN de ^1H (Espectro 37), un multiplete que, a primera vista, se observa de complicada resolución. Este se encuentra entre $\delta = 7.6$ y 7.1 ppm. Cuando se realiza un acercamiento de esta zona (Figura 33), se pueden distinguir dos triplete los cuales corresponden, según su desplazamiento químico y multiplicidad, a los protones en posición 6 y 5 dentro del anillo de benzotiazol en $\delta = 7.1$ ppm ($^3J_{\text{H-H}} = 7.8\text{Hz}$) y $\delta = 7.2$ ppm ($^3J_{\text{H-H}} = 7.8\text{Hz}$) respectivamente. Cada uno de estos dos triplete integra para 2 átomos de hidrógeno, lo que concuerda con la asignación propuesta.



(10)

Figura 32. Estructura propuesta del complejo **10** donde se numeran las posiciones de los protones del anillo benzotiazol.

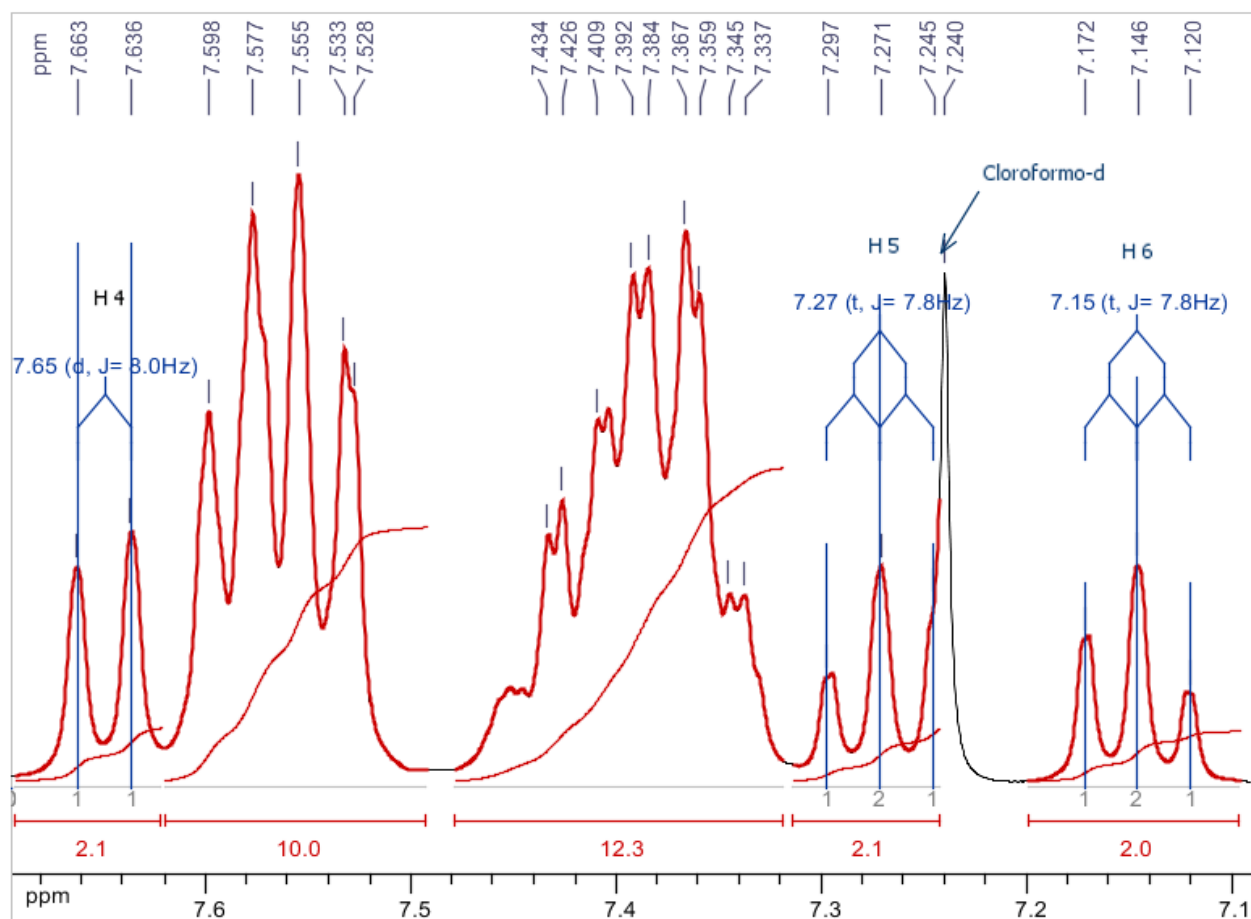


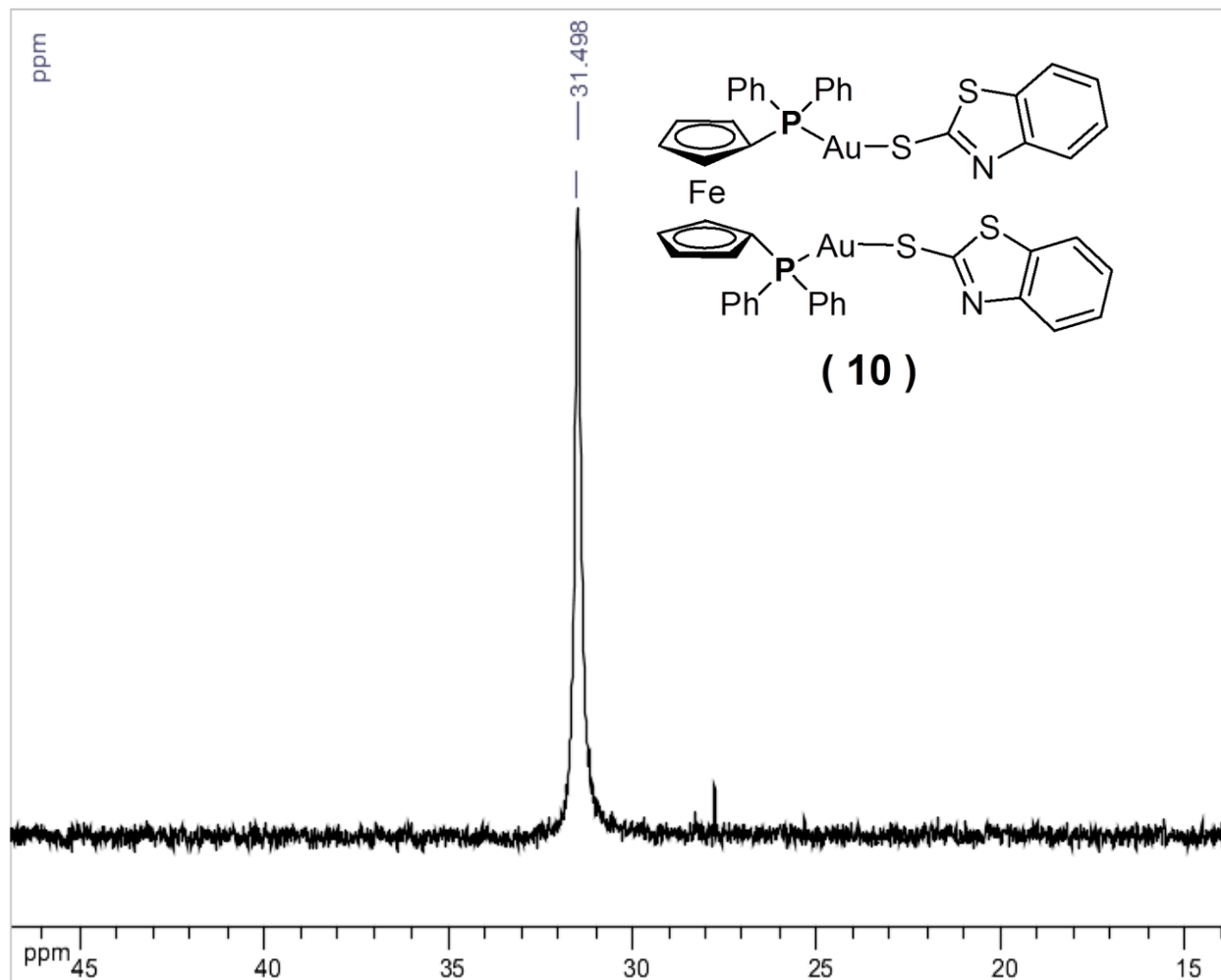
Figura 33. Ampliación de la zona de aromáticos del espectro de RMN de ^1H del complejo **10** donde se observan los multipletes debidos a los protones del anillo benzotiazol (con sus constantes de acoplamiento) y a los protones de los grupos fenilo de la estructura propuesta.

Adicionalmente, en esta misma Figura 33 se observa un doblete en $\delta = 7.6\text{ppm}$ ($^3J_{\text{H-H}} = 8\text{Hz}$) que es debido al átomo de hidrógeno en la posición 4 (Figura 32) dentro del anillo de benzotiazol. También se observan dos multipletes mas, de resolución compleja, en aproximadamente $\delta = 7.4$ y 7.5 ppm que integra para 12 y 10 protones respectivamente. Estos dos multipletes son debidos a los átomos de hidrógeno que se encuentran en los grupos fenilo y al protón en posición siete (Figura 32) dentro del grupo benzotiazol de la estructura propuesta. Cabe resaltar que de alguna manera los protones de los anillos de los grupos fenilos se distinguen formando esos dos multipletes que se observan para este compuesto.

Además de las señales ya descritas observamos los multipletes característicos de esta serie de compuestos que se encuentran en $\delta = 4.5$ y 4.7 ppm que corresponden a los protones en las posiciones alfa y beta de la parte ferrocénica de la estructura propuesta.

2.2.10.4. RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$

Para este compuesto (**10**) tenemos el mismo comportamiento que para el resto de la serie de complejos que se ha descrito hasta ahora. Así, en el espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ (Espectro 38) se observa un singulete en $\delta = 31.5$ ppm lo que va acorde con la estructura propuesta de este complejo (**10**) toda vez que los átomos de fósforo son magnéticamente equivalentes.



Espectro 38. Espectro de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ del compuesto **10** a 121MHz usando como disolvente Cloroformo-d y 25°C.

2.2.10.5. Difracción de rayos-X de monocristal

Al igual que en el caso del complejo **9**, este compuesto (**10**) se purificó por medio de una recristalización bifásica de diclorometano/isopropanol, dando como resultado cristales adecuados para su estudio por la técnica de difracción de rayos-X de monocristal. El diagrama ORTEP obtenido para este compuesto (Figura 34) muestra, al igual que en los complejos **8** y **9**, una clara interacción Au-Au del tipo intramolecular (semisoportada) con una distancia de 3.054Å entre los átomos de oro. Adicionalmente este complejo (**10**) muestra un desorden en uno de los anillos de los grupos fenilos (átomo de carbono C10 y C11). A diferencia del complejo anterior (**9**), que estructuralmente es muy similar a este complejo **10**, no muestra alternación de los heteroátomos (nitrógeno y azufre) del grupo benzotiazol que sí mostraba el complejo **9** en uno de los grupos benzoxazol. Encontramos también que el ángulo P-Au-S es de 175.42°, dando lugar a una geometría prácticamente lineal con una pequeña distorsión. Esta geometría es consistente con todos los complejos ya descritos.

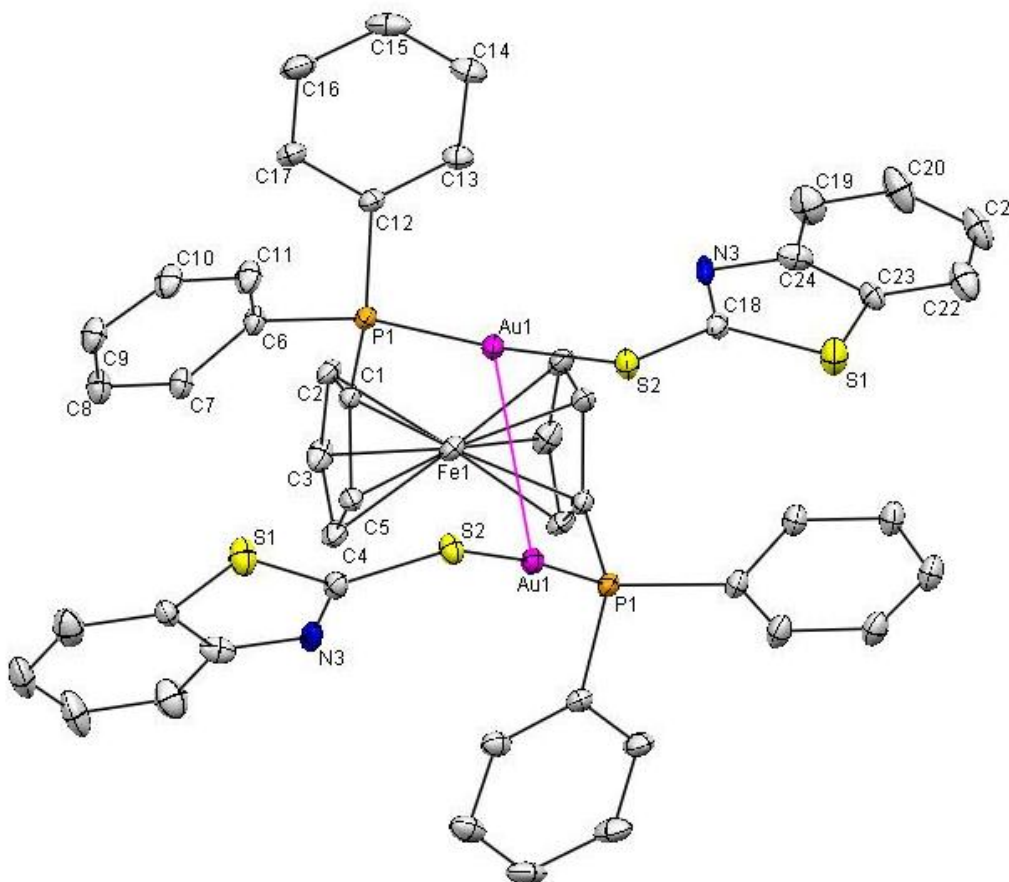


Figura 34. Diagrama ORTEP al 7% de probabilidad del compuesto **10** donde por claridad se omiten los átomos de hidrógeno.

Datos estructurales relevantes de distancias y ángulos de enlace se resumen en las tablas siguientes (Tablas 32 y 33).

Tabla 32. Distancias de enlace de interés del compuesto **10**.

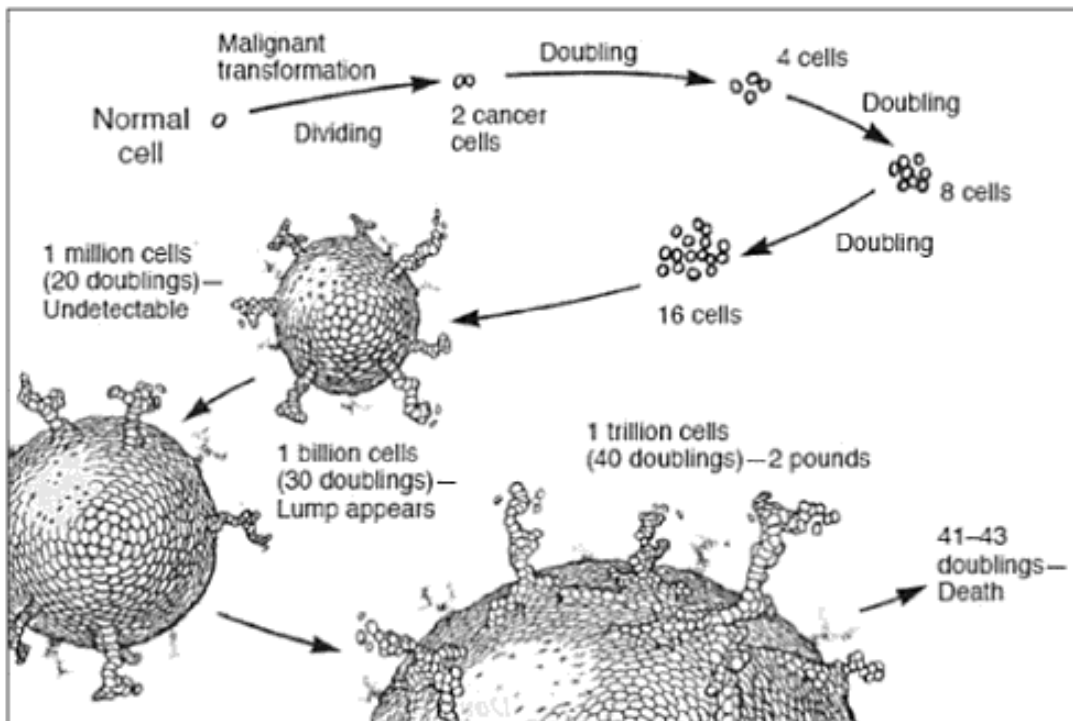
Distancias de enlace [Å]			
Au(1)-P(1)	2.2571(18)	P(1)-C(12)	1.805(6)
Au(1)-S(2)	2.3163(18)	P(1)-C(6)	1.807(6)
Au(1)-Au(1)#1	3.0539(5)	S(1)-C(18)	1.736(7)
P(1)-C(1)	1.778(7)	S(2)-C(18)	1.760(7)

Tabla 33. Ángulos de enlace de interés del compuesto **10**.

Ángulos de enlace [°]			
P(1)-Au(1)-S(2)	175.42(6)	C(12)-P(1)-Au(1)	111.5(2)
P(1)-Au(1)-Au(1)#1	106.47(4)	C(6)-P(1)-Au(1)	111.9(2)
S(2)-Au(1)-Au(1)#1	77.75(5)	C(18)-S(2)-Au(1)	100.9(2)
C(1)-P(1)-Au(1)	116.3(2)		

2.3. Citotoxicidad

Cáncer es el término común dado para el crecimiento anormal de células. Las células son los bloques de construcción de nuestros cuerpos. Cada célula normal contiene 23 pares de cromosomas. El ADN es el controlador y transmisor de los cromosomas, los cuales son responsables de cada una de las características genéticas que recibimos de nuestros padres y los pasamos a nuestros hijos. Nuestros cromosomas contienen millones de genes diferentes que determinan todas nuestras características físicas; les dice a nuestros cuerpos como repararse por sí mismos, les dice a nuestros estómagos como generar los jugos gástricos, dirige a los senos de las mujeres para producir leche después de que su hijo ha nacido. Pero en ese increíble número de genes e innumerables mensajes, y desde que los cromosomas se reproducen a sí mismos cada vez que una célula se divide, hay muchas oportunidades de que algo pueda salir mal. Aunque la mayoría de los "errores" que se producen durante la reproducción de cromosomas o de los daños causados por factores externos son reparados por el cuerpo, a veces algo sale mal en el proceso de la división celular, una mutación que altera uno o más de tales genes. El cáncer es el resultado de un cambio o un daño genético a un cromosoma en la célula. El gen alterado manda el mensaje erróneo o un mensaje diferente de aquel que debe de dar. Una célula comienza un crecimiento muy rápido y se multiplica a sí misma una y otra y otra vez hasta que forma una protuberancia que es llamado tumor maligno o cáncer. Todos experimentamos dos situaciones en las que los tejidos del cuerpo crecen mucho más rápido que de costumbre. Cuando somos concebidos crecemos de una sola célula y pasamos a ser un humano formado perfectamente en nueve meses y donde hasta los 16 años continuamos en crecimiento hasta llegar a ser un adulto de tamaño normal. Además, cuando estamos heridos y necesitamos de reparación rápida, restauración y/o remplazo de tejidos dañados, nuestro cuerpo puede producir muchas células nuevas en muy poco tiempo. Cuando cualquiera de estos procesos de crecimiento o de curación se ha completado, un conjunto de genes le dice al cuerpo que es tiempo de "apagarse". Nosotros no continuamos creciendo a lo largo de nuestras vidas, y la cicatriz que tenemos después de un corte que se ha curado sigue siendo sólo eso: una cicatriz. Esas son las reglas. Pero las células cancerosas no obedecen las reglas. El cambio en su código genético hace "olvidar" que dejen de crecer. Una vez que el crecimiento está activado, las células cancerosas continúan dividiéndose de manera descontrolada.



En la imagen anterior se presenta la transformación maligna de una célula normal y su subsecuente división. Después de veinte divisiones (un millón de células cancerosas), el cáncer es demasiado pequeño para ser detectado.

2.3.1. Evaluación citotóxica de los compuestos 1, 3, 4, 5, 6 y 7

La citotoxicidad *in Vitro* de los compuesto 1, 3, 4, 5, 6 y 7 fue determinada en seis líneas celulares tumorales: glía del sistema nervioso (U251), próstata (PC-3), leucemia (K562), colon (HCT-15), mama (MCF-7) y pulmón (SKLU). Adicionalmente esta actividad *in Vitro* de los complejos antes mencionados fue comparada con la actividad que presenta el *cis*-platino.

Los resultados se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 34. Actividad citotóxica de los compuestos **1, 3, 4, 5, 6 y 7** dinucleares de Au (I).

Compuesto	% de inhibición del crecimiento por líneas celulares					
	U251	PC-3	K562	HCT-15	MCF-7	SKLU-1
1	73.9	21.7	42.2	11.2	75.2	SA
3	100	69.7	18.7	78.5	97.6	89.3
4	86.6	5.9	58.6	3.9	45.9	8.7
5	100	5.2	40.8	6.5	71.9	18.3
6	58.3	SA	33.1	SA	9.4	0.5
7	75.02	9.7	35.8	SA	45.2	9.4
<i>cis</i> -platino	93	86	89	92	90	94

SA: Sin Actividad

Esta prueba se pensó que podría ser más prometedora, ya que, como se dijo antes, hay antecedentes de compuestos de Au (I) que se han empleado para tratar distintos padecimientos y que al tener grupos fluorofeniltiolatos aumentaría la liposolubilidad de dichos compuestos aumentando así su actividad biológica.

Al observar los resultados y compararlos con la actividad que presenta el bien conocido *cis*-platino, su actividad es apenas comparable con este último.

A excepción del compuesto 3 en las líneas celulares U251 y MCF-7 y el compuesto 5 en línea celular U251 que superan la actividad del *cis*-platino, todos los demás compuestos en las diferentes líneas celulares presentan una actividad citotóxica moderada.

Esto tal vez pueda relacionar a la baja solubilidad de la mayoría de los compuestos examinados.

2.4. Análisis de resultados

Una vez que se ha expuesto la caracterización de los diez compuestos, así como también los diagramas ORTEP de nueve de los diez complejos se procederá a discutirlos en esta sección.

2.4.1. Análisis espectroscópico

Para cada uno de los complejos **1-10**, el estudio de análisis elemental esta muy cercano al calculado, dando como resultado una buena pureza de cada uno de los compuestos y corroborando que el sistema de purificación es adecuado y además es sencillo, así como la propuesta estructural para estas especies.

El análisis por EM-FAB⁺ muestra en todos los casos el mismo patrón de fragmentación donde el ion molecular se detecta con una abundancia muy baja (1-5%) o no se observa. Adicionalmente, en todos los casos, se detectan dos picos más; estos corresponden, primero a la pérdida de un grupo tiolato; y segundo, a la pérdida de los dos grupos tiolato con un átomo de oro. Este comportamiento nos habla de la relativa labilidad del enlace Au-S, la cual se podría aprovechar como catalizador en reacción de acoplamiento C-C y/o en la síntesis de aminas propargílicas.

En RMN de ¹H se identifican señales características para toda la serie de compuestos. En todos los casos tenemos dos multipletes que se observan en desplazamientos químicos que se encuentran entre $\delta = 4$ y 5 ppm y que son debidos a los átomos de hidrógeno en las posiciones α y β del fragmento ferrocénico de cada una de las estructuras propuestas. Además el multiplete que es debido a los 20 átomos de hidrógeno de los grupos fenilo que se encuentran unidos a los átomos de fósforo en las estructuras propuestas siempre aparece alrededor de $\delta = 7.3$ a 7.5 ppm en todos los casos. Todas estas señales también las presenta el compuesto de coordinación de partida dppf-Au₂Cl₂. Adicionalmente en los complejos **2-10** se observa, en cada uno de sus respectivos espectros, señales características debidas a los protones de los grupos fluorobencentiolatos (**2 a 8**) y a los protones de los grupos benzoxazol y benzotiazol (**9 y 10**) con desplazamientos químicos (δ) y multiplicidad que concuerdan con lo esperado para cada uno de los complejos obtenidos.

Los espectros de RMN de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ muestran que a pesar de la diferencia estructural en cuanto a los grupos R^{F} de los compuestos **1-10**, los desplazamientos químicos (δ) de cada uno de los complejos se encuentran entre $\delta = 30.8$ y 32.4ppm . Esta poca variación en δ se puede deber probablemente a la presencia del oro ya que es un átomo rico en densidad electrónica que puede “proteger” al átomo de fósforo de grandes variaciones electrónicas.

Tenemos que para los compuestos **1-8** en RMN de $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$, las señales encontradas en los espectros de cada uno de las especies reportadas en este trabajo van acorde con lo esperado en cuanto desplazamiento químico (δ) y multiplicidad.

También se tiene que para los complejos **1-4** y **6-10** se obtuvieron cristales apropiados para su estudio por difracción de rayos-X de monocristal a través de sistemas bifásicos de lenta difusión diclorometano/acetonitrilo y diclorometano/isopropanol, donde gracias a esta prueba nos confirma de manera inequívoca la estructura de cada uno de los complejos presentados en este trabajo. Adicionalmente, de esta prueba se obtiene la geometría alrededor del átomo de oro que resultó, en todos los casos, ser muy cercana a la lineal con ligeras distorsiones. También se observó en tres de los complejos (**8**, **9** y **10**) interacciones aurofílicas intramoleculares o semisoportadas con distancias entre los átomos de oro de alrededor a 3Å . El complejo **3** muestra un polimorfo con un acomodo espacial que, aunque muy parecido estructuralmente a los complejos **8**, **9** y **10**, no presenta una interacción aurofílica dando como resultado que sí variamos el sistema de recristalización y/o se disminuye la velocidad de difusión se podría controlar el modo de cristalización que presentan esta serie de compuestos, ya que las moléculas no son estáticas y que gracias a la habilidad del grupo fosfina para cambiar su ángulo de “mordida” y al tamaño relativamente grande del átomo de oro, el impedimento estérico puede disminuir. Hay que recordar que las recristalizaciones llevadas a cabo para cada uno de los complejos, su objetivo principal era la de purificar el compuesto, no la obtención de monocristales, que en este caso fue un plus.

2.4.2. Análisis Cristalográfico

Para los compuestos **1**, **2**, **3**, **4**, **6**, **7**, **8**, **9** y **10** fue posible obtener cristales adecuados para su análisis por difracción de rayos-X de monocristal, así como para $[\text{dppf-Au}_2\text{Cl}_2]$ (**M.P.**) que es la materia de partida de esta serie de compuestos.

Además, se ha encontrado que el compuesto **3** presenta dos formas cristalinas, las cuales se les denominará como **3A** para la estructura que cristaliza gracias a un sistema bifásico de diclorometano/isopropanol, y **3B** para la estructura que cristaliza por medio de un sistema diclorometano/acetonitrilo, que es la estructura polimórfica de este compuesto.

Los cristales de **M.P.** se obtuvieron a partir de una recristalización bifásica de diclorometano/isopropanol, el cual tiene un sistema cristalino monoclinico P -1. Esta estructura muestra un centro de inversión cristalográfico. El ángulo de torsión entre P1-Centroide Cp-Centroide Cp-P1 es de 180° con el arreglo antiperiplanar y los anillos Cp alternados.

Las distancias y ángulos de enlace más sobresalientes alrededor del átomo de oro se describen a continuación:

Tabla 35. Distancias de enlace representativo del compuesto de coordinación **M.P.**

Distancias de enlace de M. P. (Å)			
Au(1)-P(1)	2.2241(11)	P(1)-C(12)	1.815(4)
Au(1)-Cl(1)	2.271(2)	P(1)-C(6)	1.822(5)
P(1)-C(1)	1.791(4)		

Tabla 36. Ángulos de enlaces representativos del compuesto **M. P.**

Ángulos de enlace de M. P. (°)			
P(1)-Au(1)-Cl(1A)	172.3(8)	C(1)-P(1)-Au(1)	113.18(15)
P(1)-Au(1)-Cl(1)	169.8(5)	C(12)-P(1)-Au(1)	108.53(13)
C(1)-P(1)-C(12)	105.3(2)	C(6)-P(1)-Au(1)	116.04(16)
C(1)-P(1)-C(6)	108.2(2)		
C(12)-P(1)-C(6)	104.81(19)		

Como se puede observar de la Tabla 36; tenemos que para el ángulo que forman los átomos de P-Au-Cl presenta dos valores que son 172.3° y 169.8° dando como resultado que la geometría que presenta el átomo de oro dentro del compuesto sea lineal ligeramente distorsionada.

Supramolecularmente tenemos que esta estructura presenta interacciones del tipo C-H...Cl con lo cual se forman cadenas a lo largo de la diagonal *ab* presentando macrociclos de 21 miembros (Figura 35)

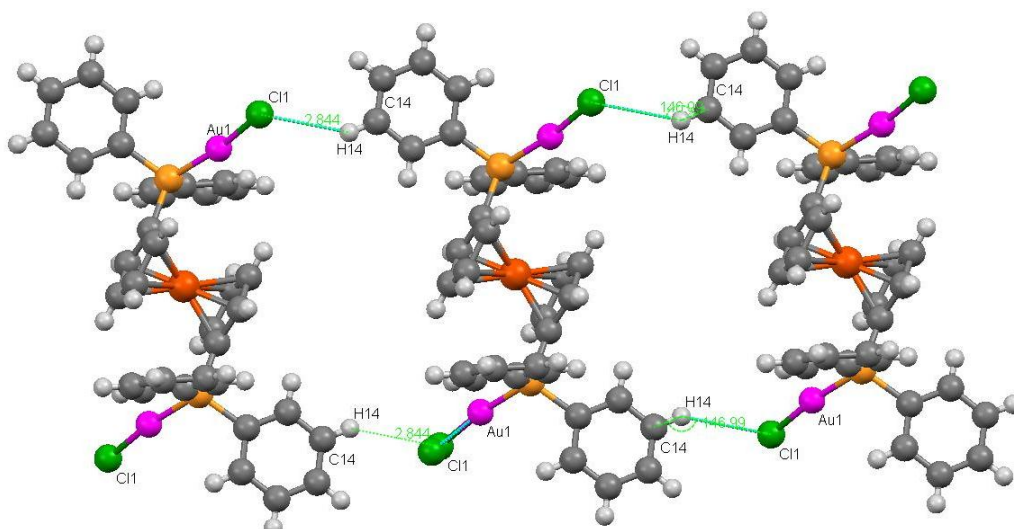


Figura 35. Cadena lineal que formadas por interacciones C-H...Cl del compuesto **M. P.**

Las cadenas representadas en la figura anterior se unen entre sí por medio del mismo tipo de interacciones C-H...Cl formando dos macrocilos; uno de 10 y otro de 16 miembros, estabilizando así un arreglo laminar o 2D(Figura 36).

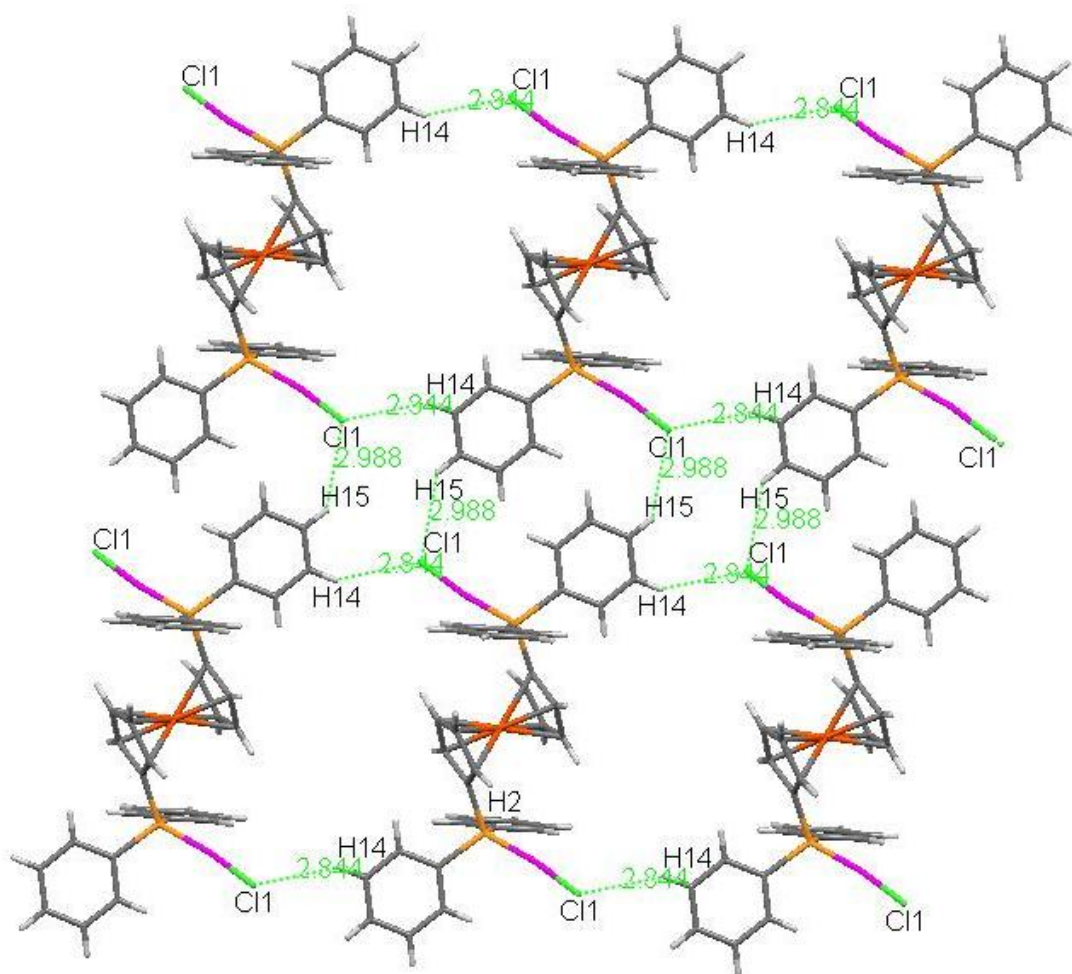


Figura 36. Arreglo en laminar o 2D del compuesto **M. P.**

El arreglo 3D está dado por las interacciones del tipo C-H... π entre el átomo de hidrógeno H7 de un grupo fenilo de fosfina con la nube π de un grupo fenilo de fosfina formado por los átomos de carbono C12 a C15 de otra molécula.

Tabla 37. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto **M. P.**

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C14-H14...Cl1	0.931	2.844	3.660	146.99
C15-H15...Cl1	0.930	2.988	3.586	135.17
C7-H7...Cg1	0.931	3.283	4.047	140.92

Cg1: C12-C17

Para los compuestos **1**, **2**, **3**, **4**, **6**, y **7** los cristales se obtuvieron por medio de una recristalización bifásica de diclorometano/acetonitrilo. Como se mencionó anteriormente, el compuesto **3A** se obtuvo por medio de un sistema bifásico de diclorometano/isopropanol. Este mismo sistema de recristalización se usó para obtener los cristales de los compuestos **8**, **9** y **10**.

Los compuestos **1**, **2**, **6** y **7** cristalizan en el grupo espacial triclinico P-1. Estos complejos, al igual que M. P., presentan un centro de inversión cristalográfico. Los compuestos **3B**, **8**, **9** y **10** cristalizan en el grupo espacial monoclinico C/2c. Para los compuestos **3A** y **4** el sistema cristalino también es monoclinico pero con grupo espacial P 2₁ y P 2₁/c, respectivamente.

El ángulo de torsión de los compuestos **1**, **2**, **3A**, **4**, **6**, y **7** formado por P-Centroide Cp-Centroide Cp-P es de 180° con el mismo arreglo antiperiplanar y los anillos Cp escalonados que el compuesto de coordinación [dppf-Au₂Cl₂] (**M.P.**).

Para los compuestos **3B**, **8**, **9** y **10** el ángulo de torsión P-Centroide Cp-Centroide Cp-P encontrado es de 152.39°, -68.50°, -79.65° y 79.82°, respectivamente, y cada uno con los anillos Cp muy cercanos de estar totalmente eclipsados.

Cabe mencionar que los compuestos **8**, **9** y **10** presentan, dentro de su arreglo cristalino, interacciones aurofílicas intramoleculares, también llamados contactos Au-Au del tipo semisoportados.

Por otro lado, tenemos que por medio de interacciones del tipo C-H...F el compuesto **1** forma cadenas lineales a través de la diagonal *a* (Figura 37) gracias a que el átomo de hidrógeno H9 de un grupo fenilo de fosfina interactúa con el átomo de flúor F4 de un grupo fluorobencenotiolato de la molécula vecina.

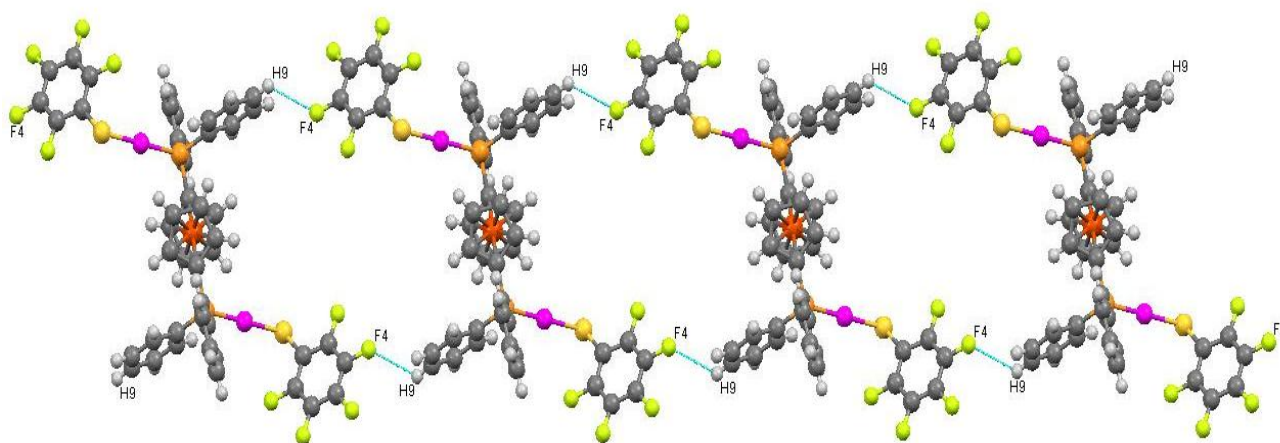


Figura 37. Cadena lineal del compuesto **1** formadas por interacciones del tipo C-H...F.

Para formar el arreglo en 2D o laminar (Figura 38), este compuesto se estabiliza con interacciones C-H... π entre el átomo de hidrógeno H14 de un grupo fenilo de fosfina con la nube π de otro grupo fenilo de fosfina, formado por los átomos C6 a C11, de otra molécula. Cabe resaltar que la distancia intermolecular entre los átomos de oro es de 6.484Å, la cual es muy grande en comparación a la suma de radios de van der Waals (3.6Å).

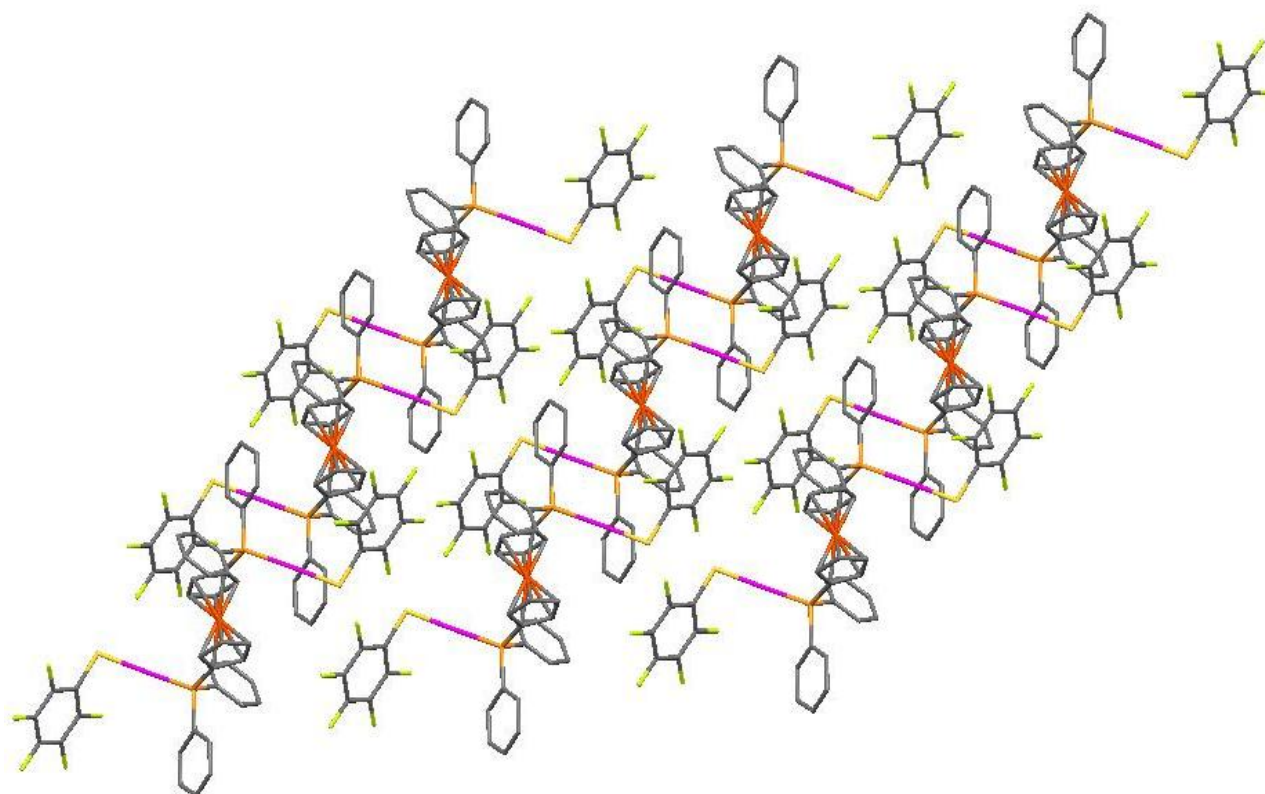


Figura 38. Arreglo 2D del compuesto **1** estabilizado por interacciones del tipo C-H...F y C-H... π . Se omiten los átomos de hidrógeno por claridad.

Tabla 38. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan el compuesto 1.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C9-H9...F4	0.929	2.636	3.173	117.41
C14-H14...Cg1	0.930	3.249	4.029	142.87

Cg1:C6-C11

Para el compuesto **2** tenemos que las interacciones encontradas son del tipo C-H... π con una distancia de 3.123Å, formando cadenas lineales (Figura 39) en la diagonal *ac*. Estas interacciones están dadas por los átomos de hidrógeno H21 del único átomo de hidrógeno que está en los grupos fluorobencentiolato y la nube π del anillo formado por los átomos de carbono C12 a C17, de un grupo fenilo de fosfina de otra molécula.

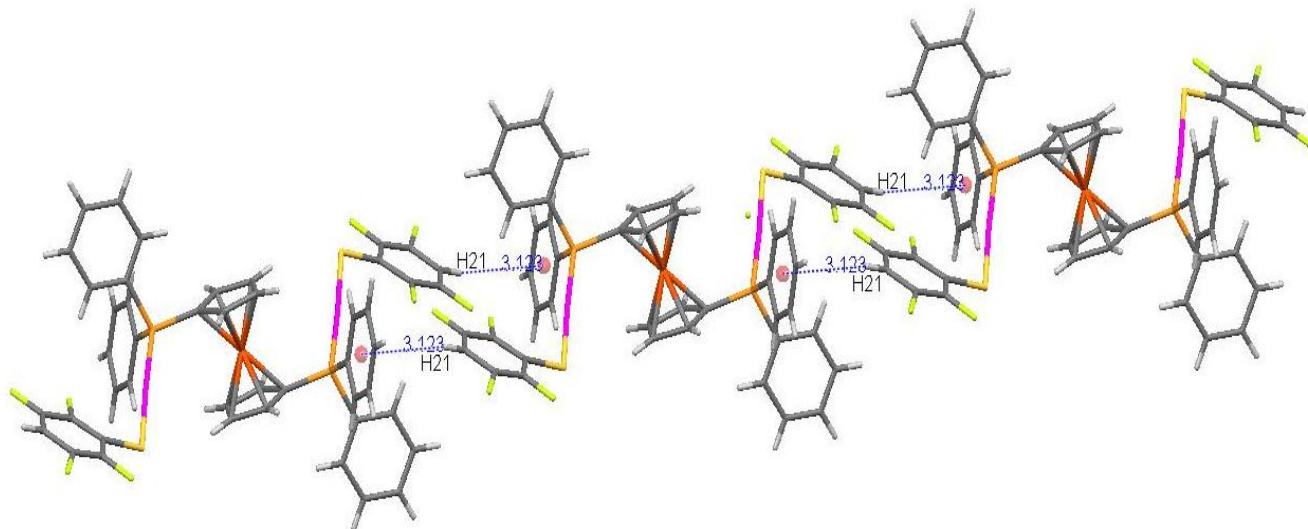


Figura 39. Cadena lineal del compuesto 2 estabilizada por interacciones C-H... π .

Gracias a las interacciones dadas entre el átomo de hidrógeno H2 de los anillos Cp de la parte ferrocénica de la molécula y la nube π de un grupo fenilo de fosfina formada por los átomos de carbono C6 a H11 y el átomo de hidrógeno H10 perteneciente al grupo fenilo de fosfina con la nube π (átomos de carbono C13 a C17) de otro grupo fenilo de fosfina, se forma el arreglo en 2D o arreglo laminar (Figura 40) para este compuesto. La distancia intermolecular entre los átomos de oro es de 6.088Å.

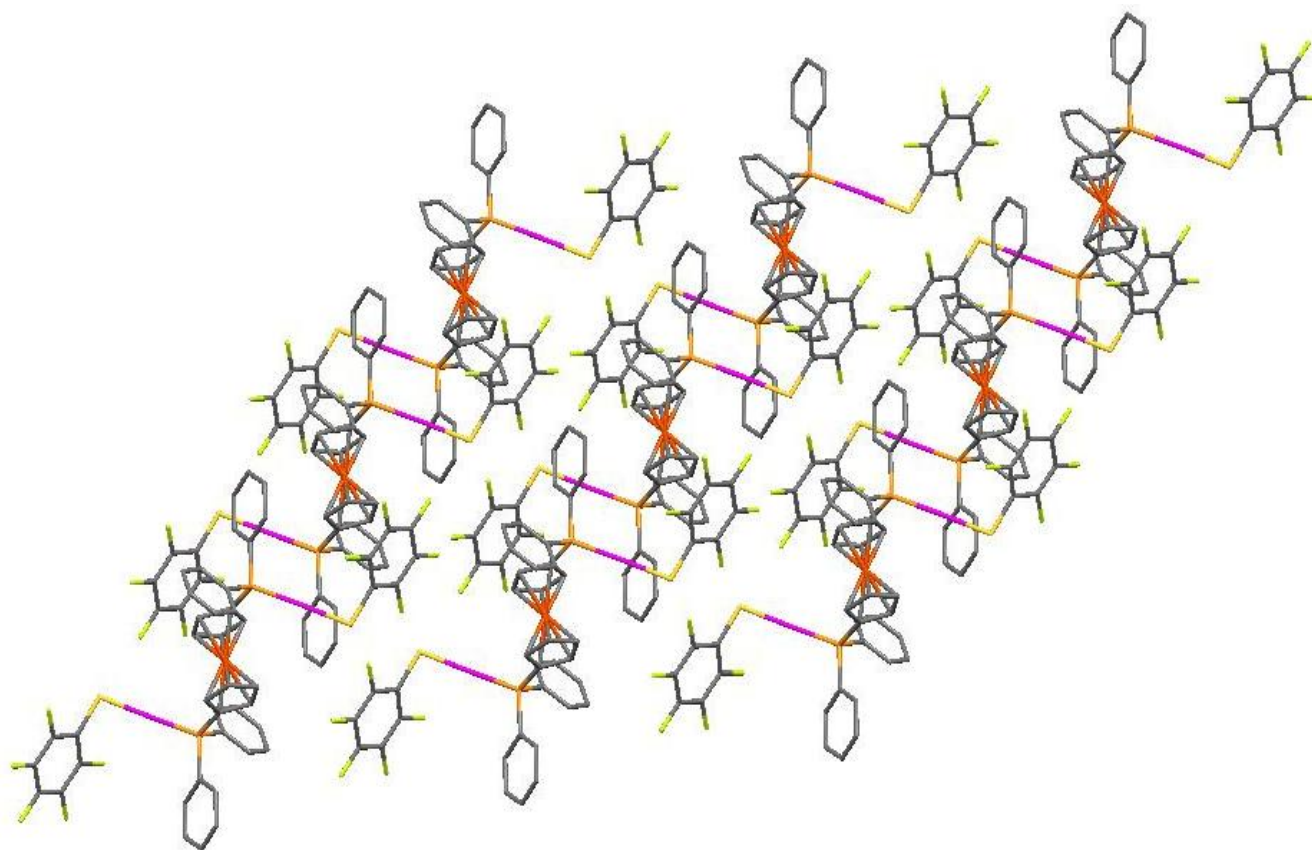


Figura 40. Arreglo laminar del compuesto **2**. Los átomos de hidrógeno se omiten por claridad.

Tabla 39. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan al compuesto **2**.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C21-H21...Cg1	0.930	3.123	3.869	138.51
C2-H2...Cg2	0.930	2.778	4.029	150.95
C10-H10...Cg1	0.929	3.045	3.838	144.34

Cg1: C12-C17; Cg2: C6-C11

En el compuesto **3A**, la cadena lineal formada a través del eje *a* es estabilizada gracias a tres interacciones del tipo C-H... π intermoleculares. Una está dada por el átomo de hidrógeno H10 del anillo Cp con la nube π perteneciente a un grupo fenilo de fosfina formado por los átomos de carbono C23 a C28; otra por el átomo de hidrógeno H2 del anillo Cp y la nube π (C41 a C46) de otro grupo fenilo de fosfina de la molécula vecina y una mas por el protón H25 de un grupo fenilo de fosfina con la otra nube π formado por los carbonos C17 a C22 que es un anillo fenilo de fosfina de otra molécula. Como se muestra en la siguiente figura (Figura 41):

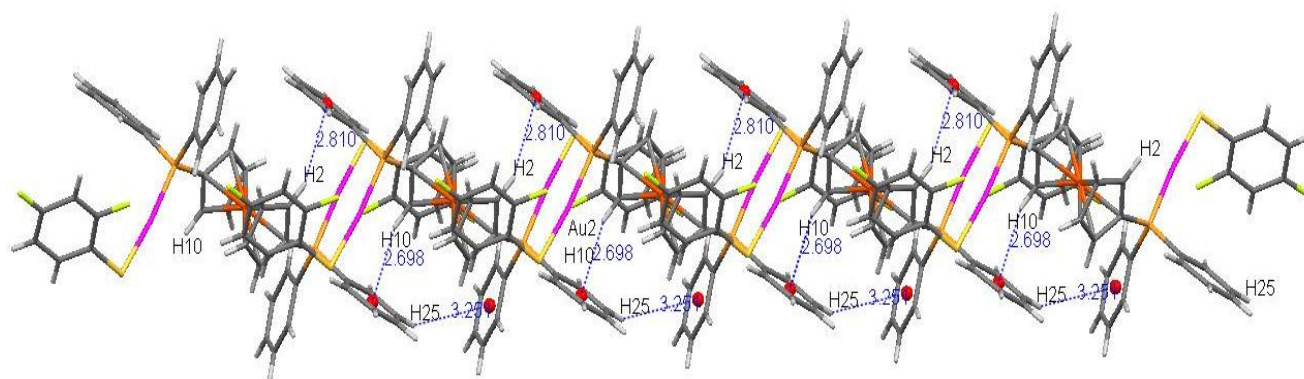


Figura 41. Cadena lineal formada por el compuesto **3A** por medio de interacciones C-H... π

Por otro lado tenemos que hay interacciones del tipo C-H... π entre los átomos de hidrógeno H33 (de un anillo fluorado) y H15 (del otro anillo fluorado) de una molécula con los anillos fenilo de fosfina, compuestos por los átomos de carbono C29-C34 y C23-28, respectivamente, de otras dos moléculas; y gracias a las mismas interacciones encontradas para la cadena lineal se forma el arreglo laminar (Figura 42).

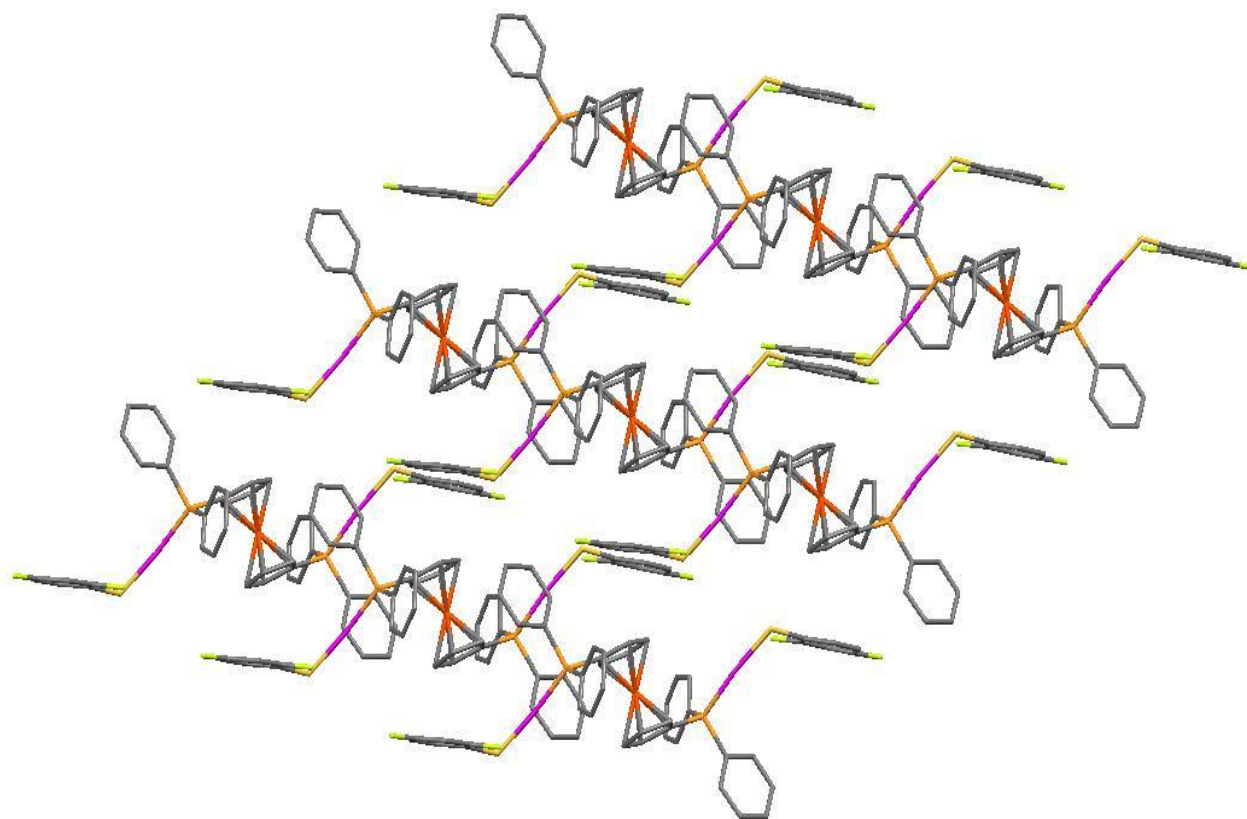


Figura 42. Arreglo laminar del compuesto **3A** estabilizado por interacciones C-H... π . Los átomos de hidrógeno se omiten por claridad.

El arreglo en supramolecular o 3D se forma a partir de interacciones del tipo C-F... π y C-H... π . Su geometría se muestra, junto con todas las interacciones encontradas para este compuesto, en la siguiente tabla (Tabla 40).

Tabla 40. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto **3A**.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C2-H2...Cg1	0.979	2.810	3.708	152.75
C10-H10...Cg2	0.981	2.698	3.608	154.59
C33-H33...Cg1	0.930	3.123	3.830	134.15
C15-H15...Cg1	0.930	3.223	3.932	134.58
C25-H25...Cg3	0.929	3.251	3.964	135.06
C30-F3...Cg4	C-F 1.352	F...Cg4 3.822	C30...Cg4 4.354	104.9

Cg1: C41-C46; Cg2: C23-C28; Cg3: 17-22

Como se mencionó anteriormente, este compuesto presentó un arreglo estructural diferente y que es denominado **3B**. Esta estructura se obtuvo con un sistema de recristalización bifásica de diclorometano/isopropanol presentando una distancia intramolecular entre los átomos de oro de 6.752Å y una distancia entre centroides de los anillos fluorados de 4.022Å; la cual es muy grande para considerarse una interacción del tipo $\pi \cdots \pi$.

En este caso tanto la cadena lineal formada en la diagonal *ab* como el arreglo laminar que presenta este compuesto está dado por la interacción entre el átomo de hidrógeno del fenilo de la fosfina y los fluoruros de los anillo fluorado C-H...F. La cadena lineal se forma a partir de la interacción con un solo "brazo" del compuesto y un anillo fenilo de otra molécula (Figura 43) mientras que para el arreglo laminar o 2D se forma por las interacciones entre los dos "brazos" del compuesto y dos anillos fenilos de otras dos moléculas (Figura 44). Las distancias entre los átomos H...F es de 2.741Å.

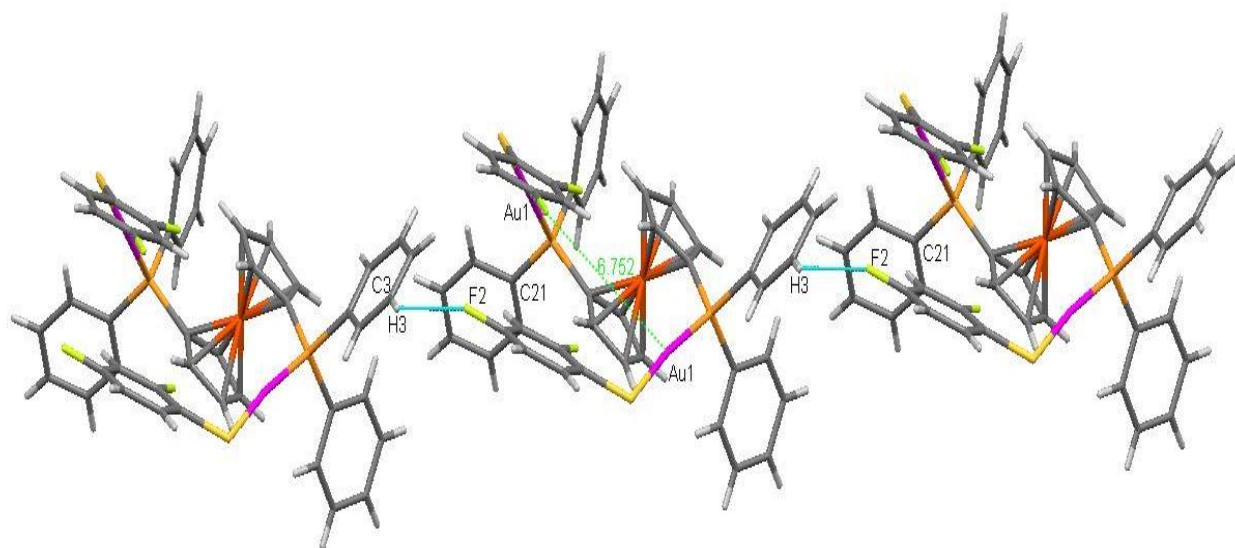


Figura 43. Cadena lineal del polimorfo de **3B** estabilizada por interacciones C-H...F.

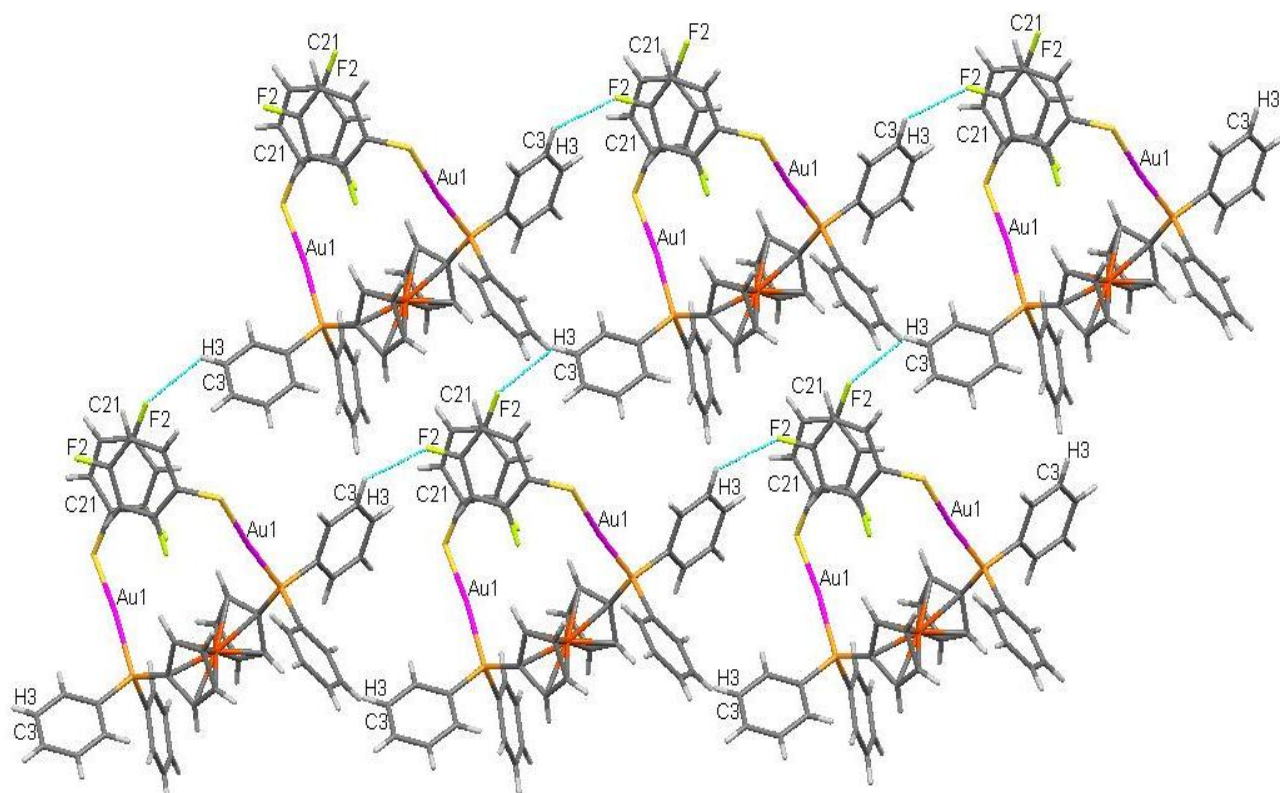


Figura 44. Arreglo laminar del compuesto polimorfo de **3B**.

Para estabilizar la estructura cristalina, las interacciones encontradas son C-H... π entre el átomo de hidrógeno H10 perteneciente a un grupo fenilo de fosfina de una molécula con el anillo fenilo de fosfina Cg 1(C1-C6) de la molécula vecina.

Tabla 41. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura de **3B**.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C3-H3...F2	0.930	2.641	3.321	130.39
C10-H10...Cg1	0.931	2.753	3.600	151.75

Cg1: C1-C6

Tenemos que para el compuesto **4** el arreglo lineal está formado en la diagonal *bc* con interacciones del tipo C-H... π producidas por los dos átomos de hidrógeno H7 de los grupo fenilo de fosfina de una molécula y dos grupos fenilo de fosfina de moléculas diferentes (Figura 44) y donde la distancia entre átomos de oro intermoleculares es de 5.720Å.

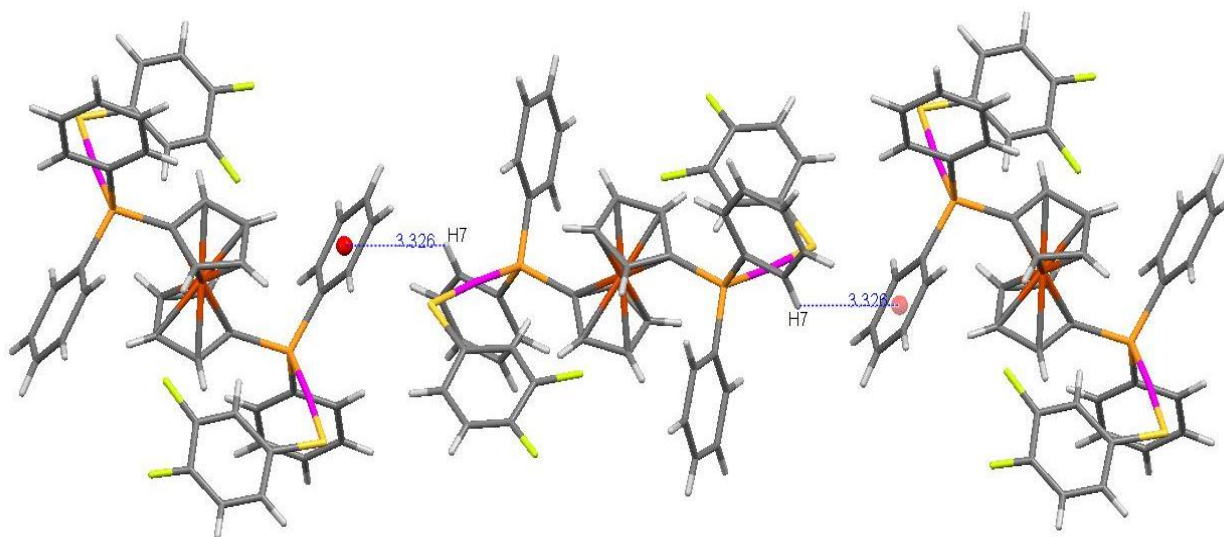


Figura 45. Cadena lineal del compuesto **4** estabilizada por interacciones C-H... π .

Estas cadenas se unen entre sí por medio del mismo tipo de interacciones C-H... π entre el átomo de hidrógeno H22 de cada uno de los anillos fluorados y la nube π de dos grupos fenilos formando así un arreglo laminar (Figura 46).

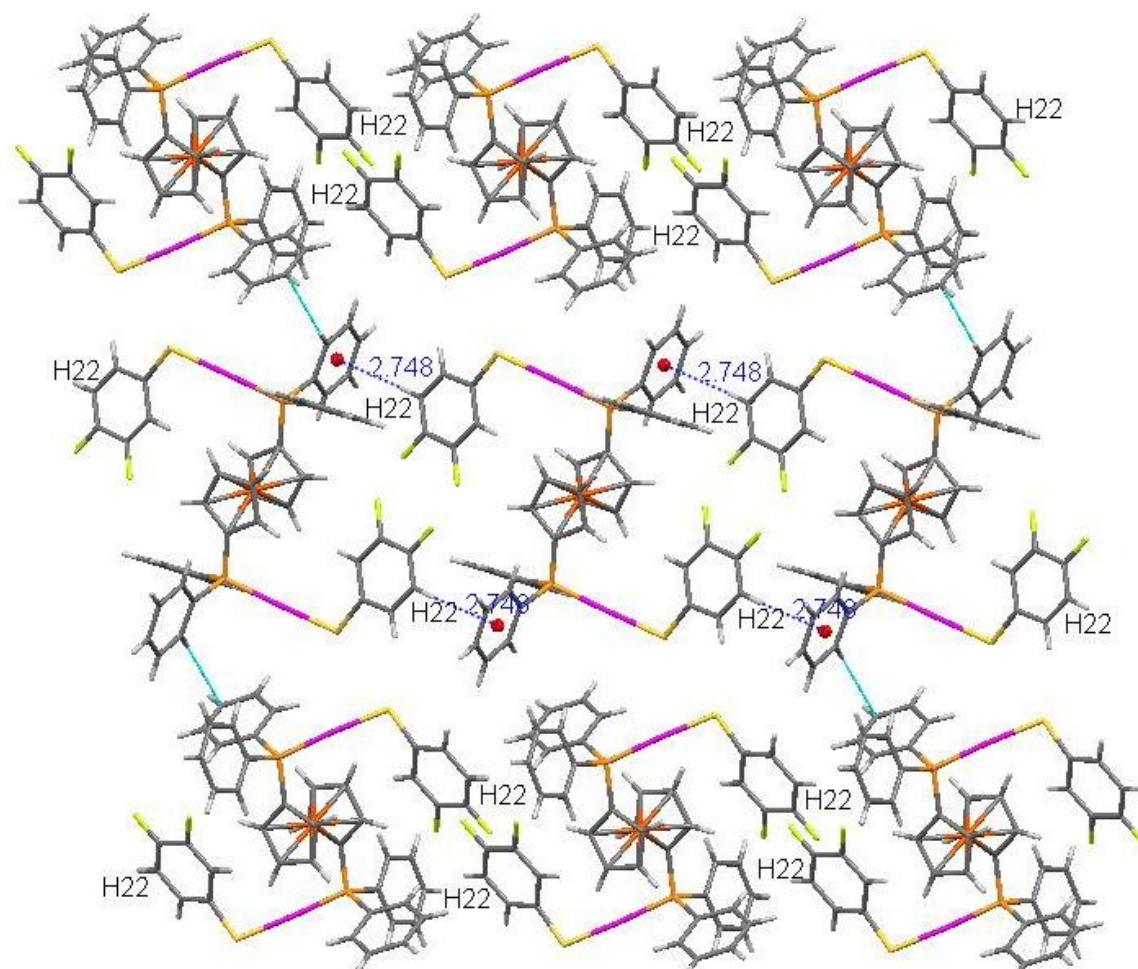


Figura 46. Arreglo laminar o 2D del compuesto 4.

Es necesario mencionar que para formar el arreglo en 3D encontramos interacciones del tipo C-H...F y C-H...S que no se habían encontrado antes en esta serie de compuestos.

Tabla 42. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto 4.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C7-H7...Cg1	0.930	3.326	3.916	123.43
C22-H22...C2g	0.931	2.748	3.641	161.07
C11-H11...F	0.930	2.546	3.287	136.84
C11-H11...S	0.929	2.987	3.842	153.75

Cg1: C12-C17; Cg2: C6-C11

En el compuesto **6** la cadena lineal (Figura 47) corre a través del eje *a* con interacciones C-H... π entre los átomos de hidrógeno H2, H10 y H16 con las nubes π de los grupos fenilos formados por los átomos de carbono C6 a H11, C12 a C17 y el átomo de flúor F1, respectivamente, y con distancias de interacción C-H... π de 2.744, 2.970, respectivamente, y H-F de 2.434Å. La distancia intramolecular entre los átomos de oro es de 6.001Å.

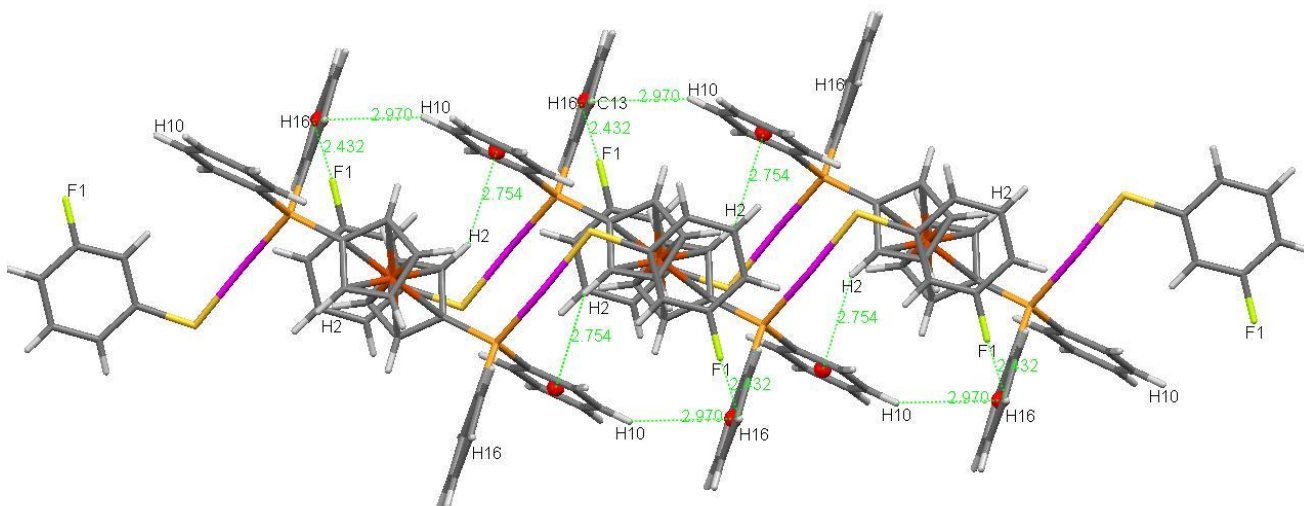


Figura 47. Cadena lineal del compuesto **6**.

Gracias a que los dos átomos de hidrógeno H11 y H21 interaccionan con un átomo de flúor (F1) y el sistema aromático compuesto por los carbonos C12-C17, respectivamente, se forma un arreglo laminar en el plano *ac* (Figura 48).

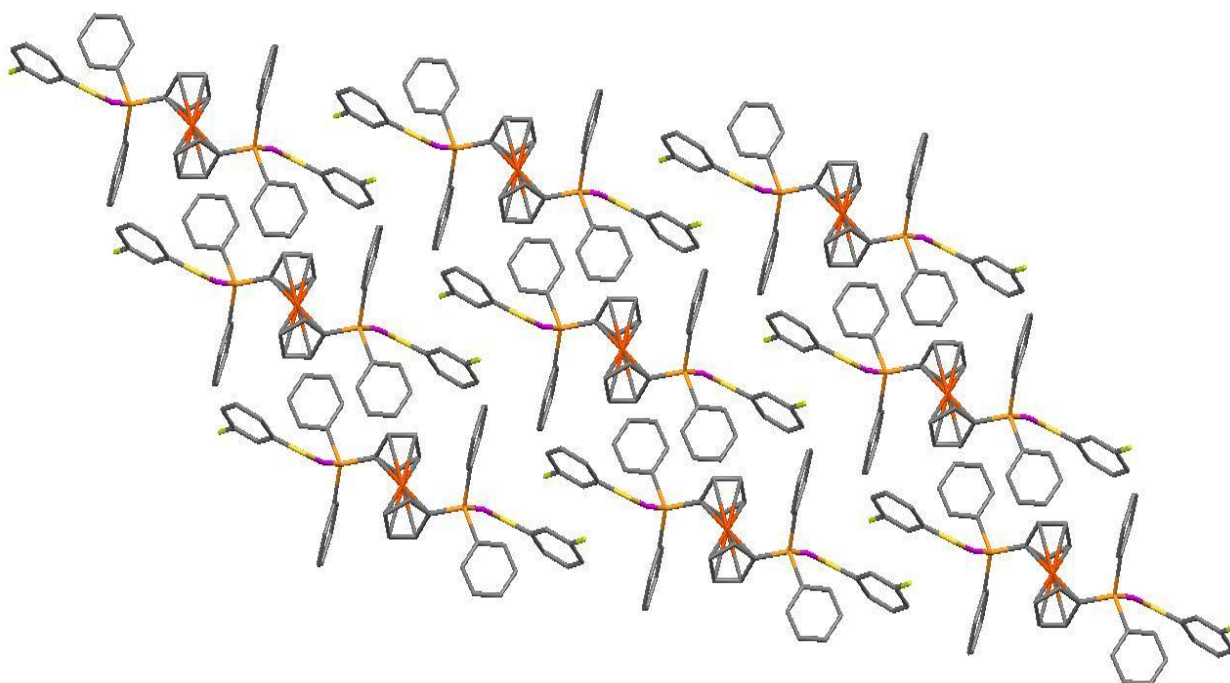


Figura 48. Arreglo laminar presentado por el compuesto **6**. Tanto los átomos de hidrógeno como sus interacciones se omiten por claridad.

Las interacciones que producen las tres dimensiones en esta estructura está dada por los átomos de hidrógeno H8 de los grupo fenilo de fosfina de una molécula con los átomos de azufre S1 de otras dos moléculas vecinas con distancias de 2.975Å cada una.

Tabla 43. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto **6**.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C2-H2...Cg1	0.980	2.754	3.626	148.52
C10-H10...Cg2	0.929	2.970	3.775	145.75
C16-H16...F1	0.930	2.546	3.287	136.84
C21-H21...Cg2	0.930	2.797	3.697	163.15
C11-H11...F1	0.930	2.550	3.438	159.85
C8-H8...S1	0.931	2.975	3.804	149.20

Cg1: C6-C11; Cg2: C12-C17

Para el compuesto **7** tanto la cadena lineal (Figura 49) como el arreglo laminar (Figura 50) son estabilizados por el mismo patrón de interacciones encontrados para el compuesto

6; a excepción de las interacciones C-H...F que en este compuesto desaparecen sin ser sustituida por ninguna otra.

El arreglo en 3D está dado por las interacciones que existen entre los átomos de hidrógeno H8 de fenilo de fosfina con los átomos de azufre S1 (C-H...S); con distancias de 2.995Å.

En la tabla de geometría de los enlaces de hidrógeno (Tabla 44) que presenta esta molécula se describe cada interacción encontrada para este compuesto.

La distancia intermolecular encontrada entre los átomos de oro es de 6.081Å.

Tabla 44. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto **7**.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C2-H2...Cg1	0.930	2.771	3.610	150.44
C10-H10...Cg2	0.929	2.963	3.778	147.33
C21-H21...Cg2	0.930	3.282	3.929	128.47
C8-H8...S1	0.930	2.995	3.609	124.98

Cg1: C6-C11; Cg2: C12-C17

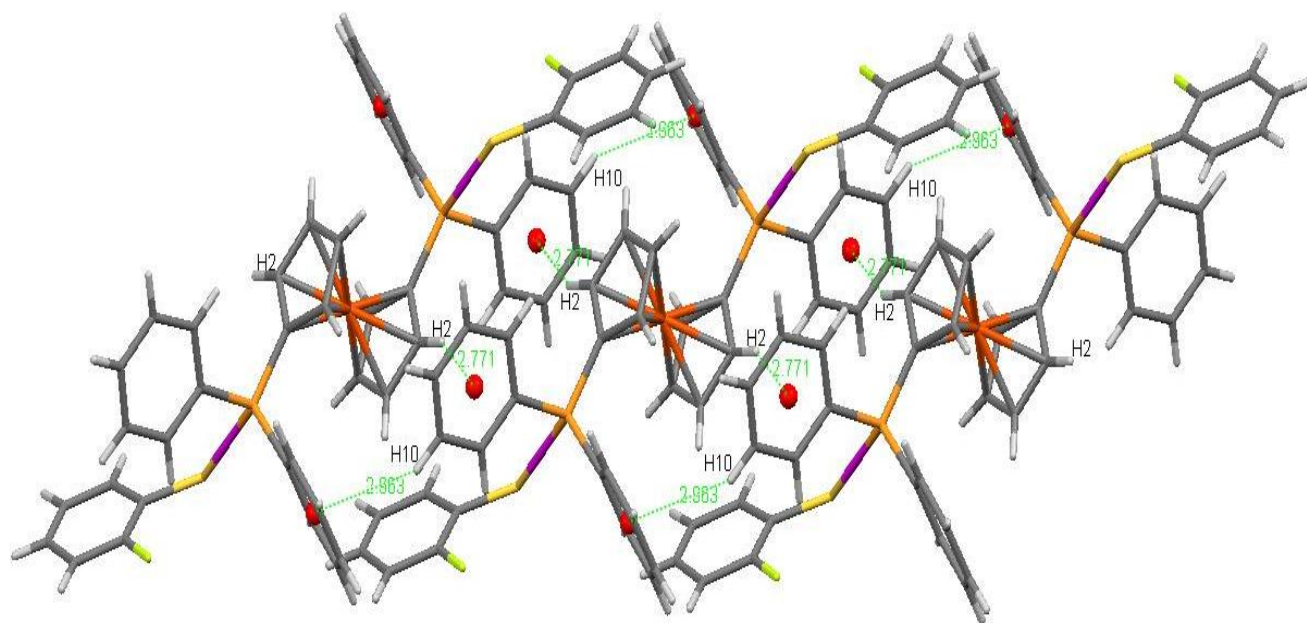


Figura 49. Cadena lineal del compuesto **7**.

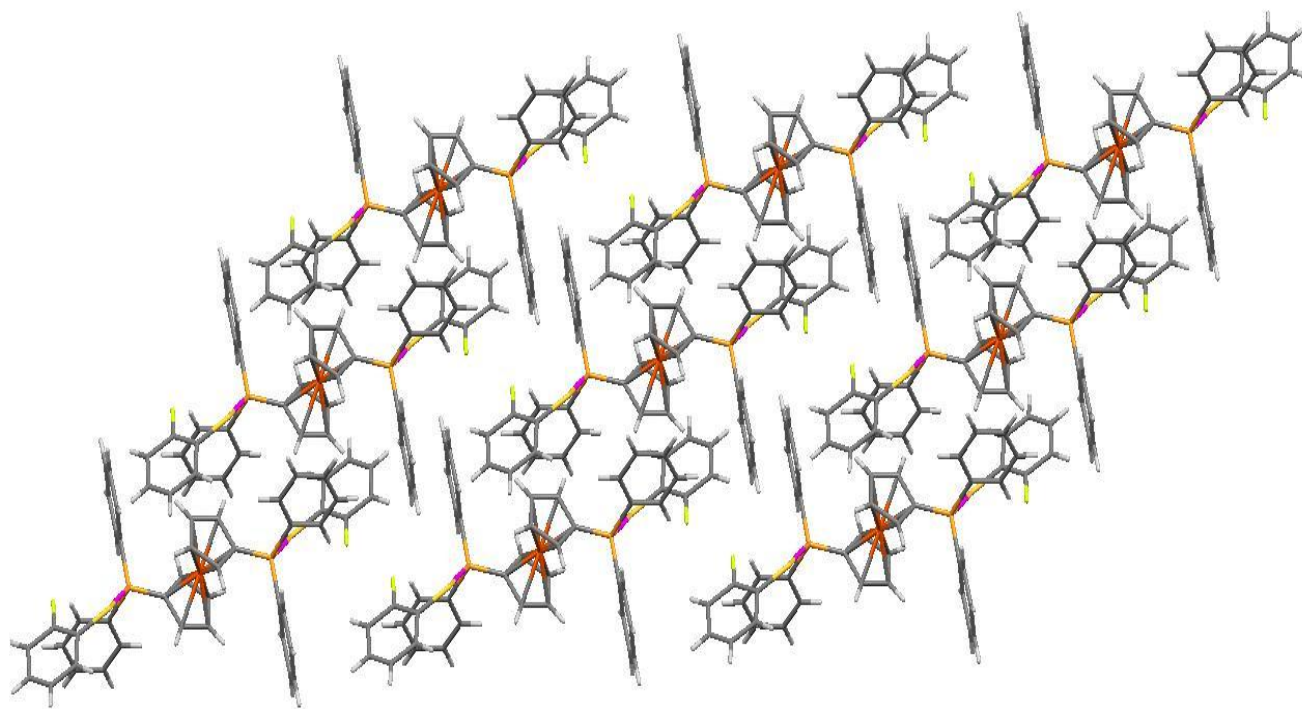


Figura 50. Arreglo laminar del compuesto 7. Las interacciones de este arreglo se omiten por claridad.

El complejo **8** forma una cadena lineal (Figura 51) que corre por una diagonal a través del plano *ab* con interacciones del tipo C-H... π y C-H...F. Estas interacciones son producidas por el átomo H4 del Cp con un anillo fenilo unido al átomo de fósforo; otro átomo de hidrógeno, H7, del otro anillo Cp con un átomo de flúor F1 del grupo CF₃ de uno de los grupos tiolato de la molécula y un átomo de hidrógeno mas (H28) que pertenece al grupo fenilo de la fosfina con el mismo átomo de flúor F1 del mismo grupo CF₃.

Para este compuesto la distancia intramolecular entre los dos átomos de oro es de 3.159Å, que es menor 3.6Å, distancia corresponde a la suma de los radios de Van der Waals del oro. Por esta razón podemos decir que este compuesto presenta interacciones del tipo aurofílica.

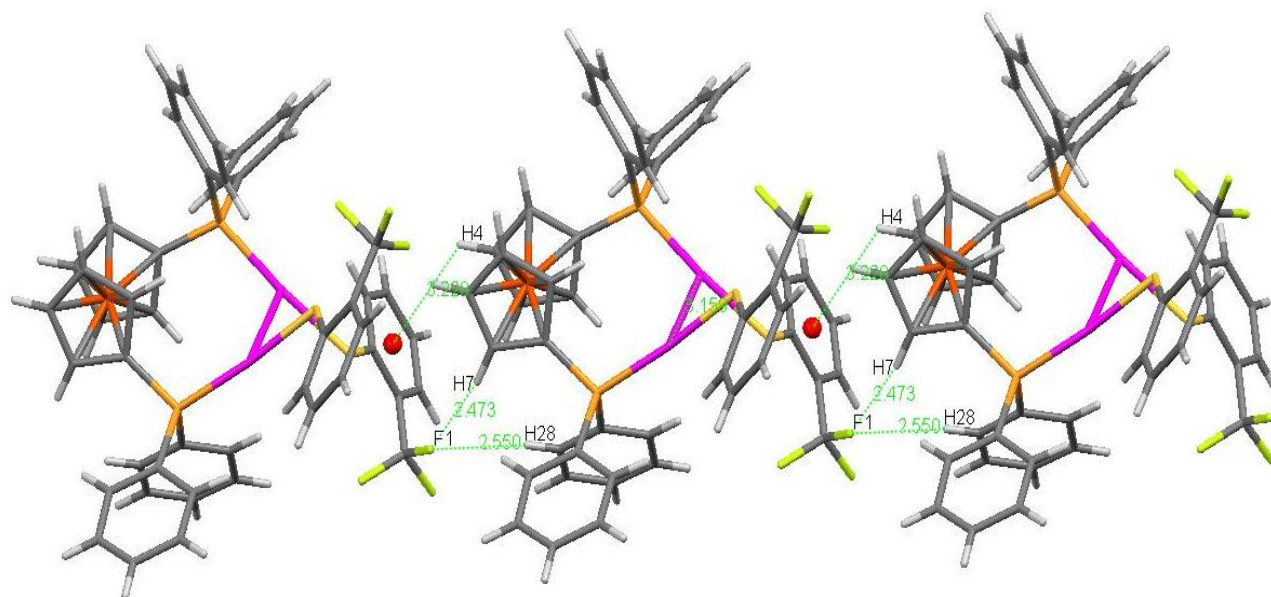


Figura 51. Estructura lineal del compuesto **8**.

Para estabilizar un arreglo laminar (Figura 52) de este compuesto las interacciones que lo hacen posible son del tipo $C-F \cdots \pi$ y $C-H \cdots \pi$. Estas interacciones están dadas por los átomos de Hidrógeno H16 pertenecientes a un anillo fenilo de fosfina con la nube π de otro anillo de fosfina de otra molécula y un átomo de flúor F6 de uno de los grupos CF_3 con la nube π de un fenilo de fosfina uniendo de esta manera dos cadenas lineales y formando el arreglo en 2D.

La distancia que presenta intermolecularmente los átomos de oro en el arreglo laminar es mayor a 10Å .

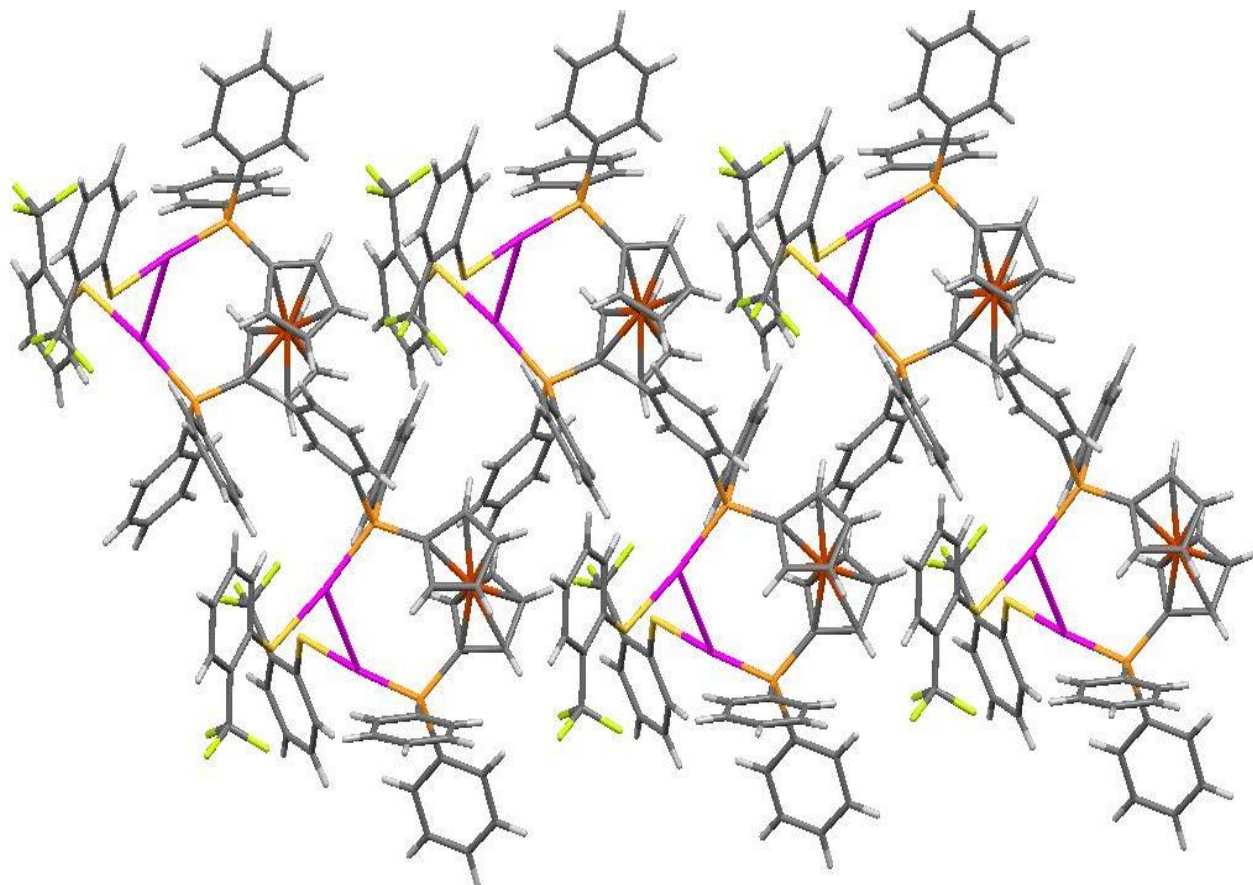


Figura 52. Arreglo laminar del compuesto **8**. Las interacciones se omiten por claridad.

Este compuesto (**8**) se encontró que posiblemente el arreglo en 3D está estabilizado por medio de interacciones π - π débiles entre las nubes π de los grupos fenilo del grupo tiol que contiene al grupo CF_3 de dos moléculas diferentes, con una distancia entre centroides de 4.405\AA ; y otra posible interacción con una distancia de 4.427\AA producida entre dos anillos fenilo de fosfina de dos moléculas diferentes.

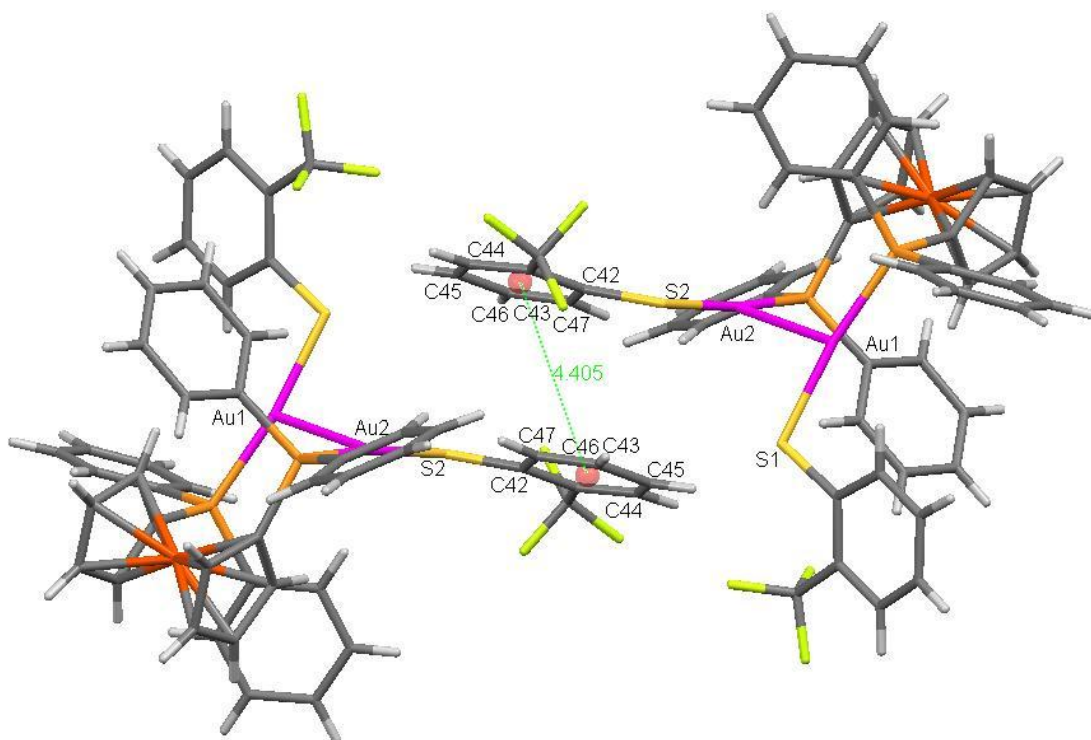


Figura 53. Posible interacción del tipo π - π entre anillos con grupos CF₃ que estabilizan el arreglo 3D del compuesto **8**.

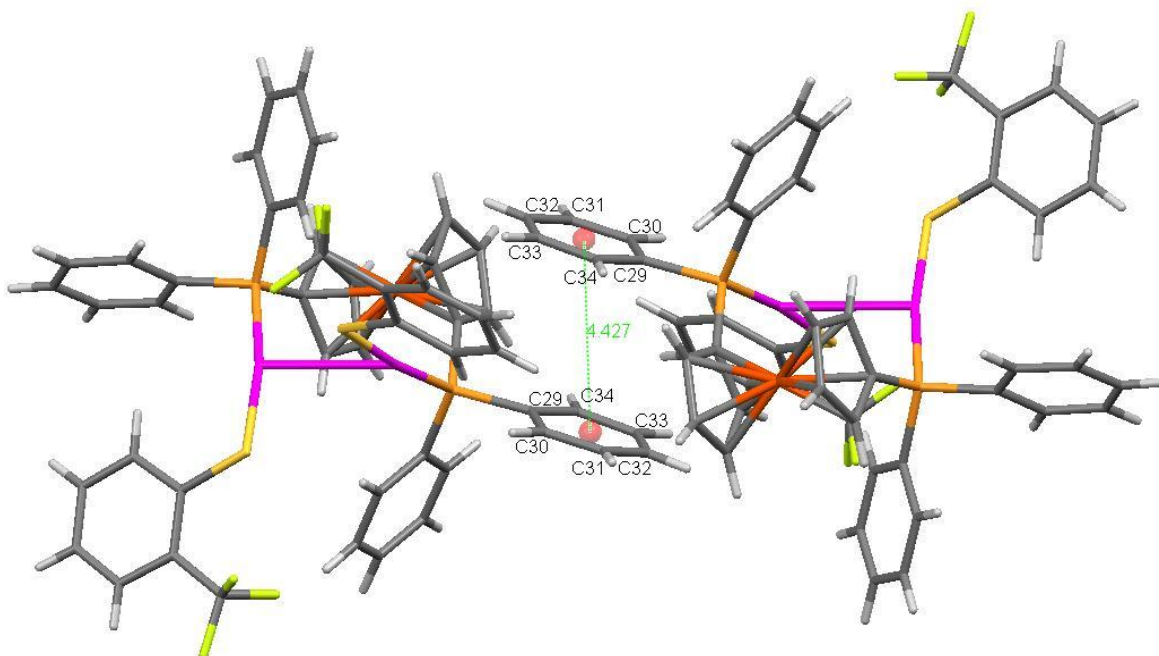


Figura 54. Posible Interacción del tipo π - π entre grupos fenilo que estabilizan el arreglo 3D del compuesto **8**.

Tabla 45. Geometría de los enlaces de que estabilizan la estructura del compuesto **8**.

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C4-H4...Cg1	0.930	3.220	3.770	119.79
C7-H7...F1	0.929	2.473	3.371	162.61
C28-H28...F1	0.931	2.550	3.386	149.71
C16-H16...Cg2	0.928	3.515	4.317	146.18
C48-F6...Cg3	1.384	3.405	4.157	113.56

Cg1: C35-C40; Cg2: C17-C22; Cg3: C11-C16

El compuesto **9** estabiliza una cadena lineal a través de la diagonal formada por el plano *ac*, por de interacciones del tipo C-H... π y C-H...S. Estas interacciones se dan entre átomos de hidrógeno H11 perteneciente a un grupo tio-benzoxazol de una molécula con el átomo de azufre S1 de otro grupo tio-benzoxazol de otra molécula. La segunda interacción está dada por un átomo de hidrógeno H3 perteneciente a un anillo Cp de la parte ferrocénica de la molécula con una nube π del anillo de seis miembros del grupo tio-benzoxazol de otra molécula, como se muestra en la Figura 55:

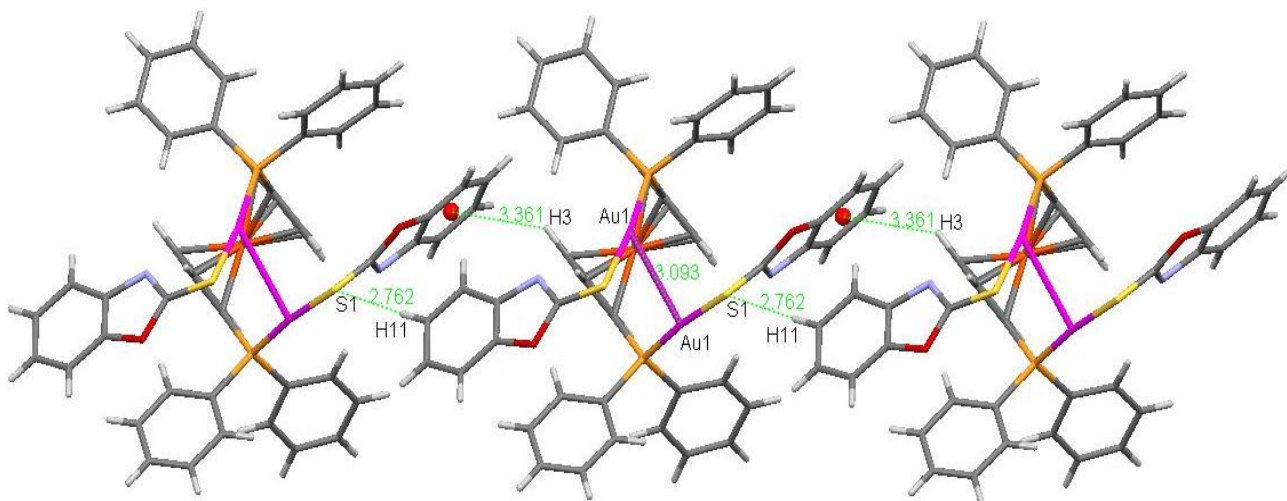


Figura 55. Cadena lineal del compuesto **9**.

El arreglo laminar que este compuesto es posible gracias al mismo tipo de interacciones C-H... π y C-H...S que involucra a los mismos átomos que presenta la cadena lineal como se muestra en la siguiente Figura 56:

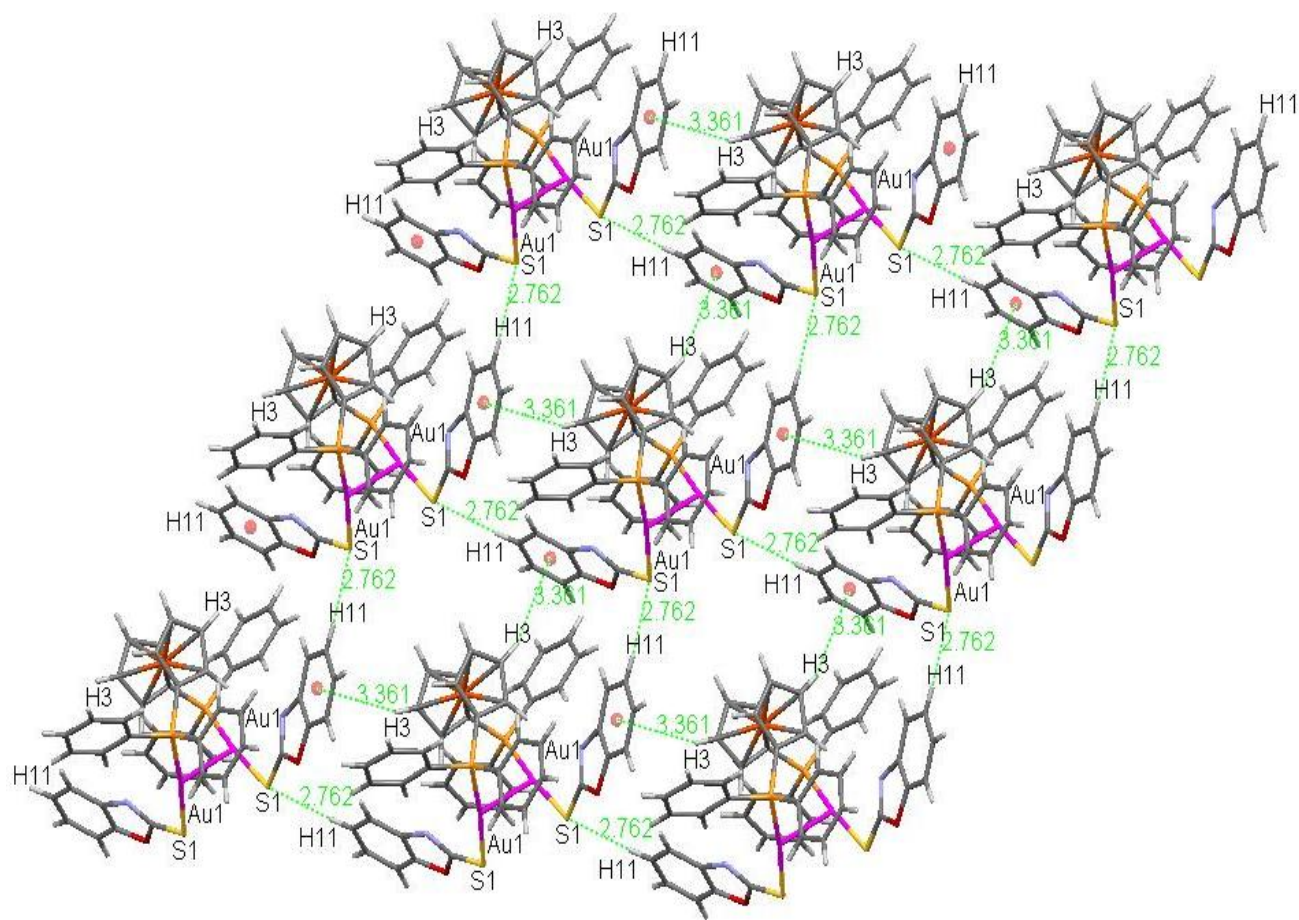


Figura 56. Arreglo laminar del compuesto **9**.

Tabla 46. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto **9**

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C3-H3...Cg(C9-C14)	0.980	3.361	4.078	131.63
C11-H11...S	0.930	2.762	3.690	176.04
C16-H16...Cg(C1-C5)	0.928	3.182	3.829	128.45

Finalmente tenemos que en el complejo **10** una sola interacción que estabiliza tanto la cadena lineal como el arreglo laminar. Estas interacciones son del tipo C-H...S.

La cadena lineal corre a través de la diagonal del plano *ab*. Los átomos que están involucrados para estabilizar dicha cadena son el de hidrógeno H20 de un grupo tio-benzotiazol con el átomo de azufre del grupo tio-benzotiazol de otra molécula (Figura 57).

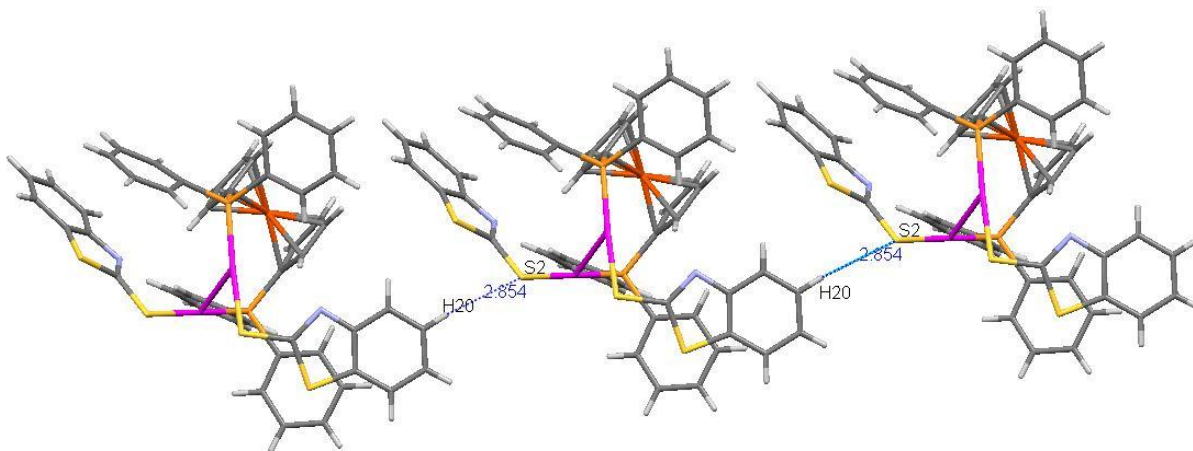


Figura 57. Cadena lineal del compuesto **10**

Para el arreglo laminar (Figura 58) las interacciones que lo estabilizan está dado por los dos átomos de azufre de la parte del tio-benzotiazol de una molécula; donde cada uno de estos átomos de azufre interacciona con el átomo de hidrógeno H20, que pertenece al grupo tio-benzotiazol, de otras dos moléculas.

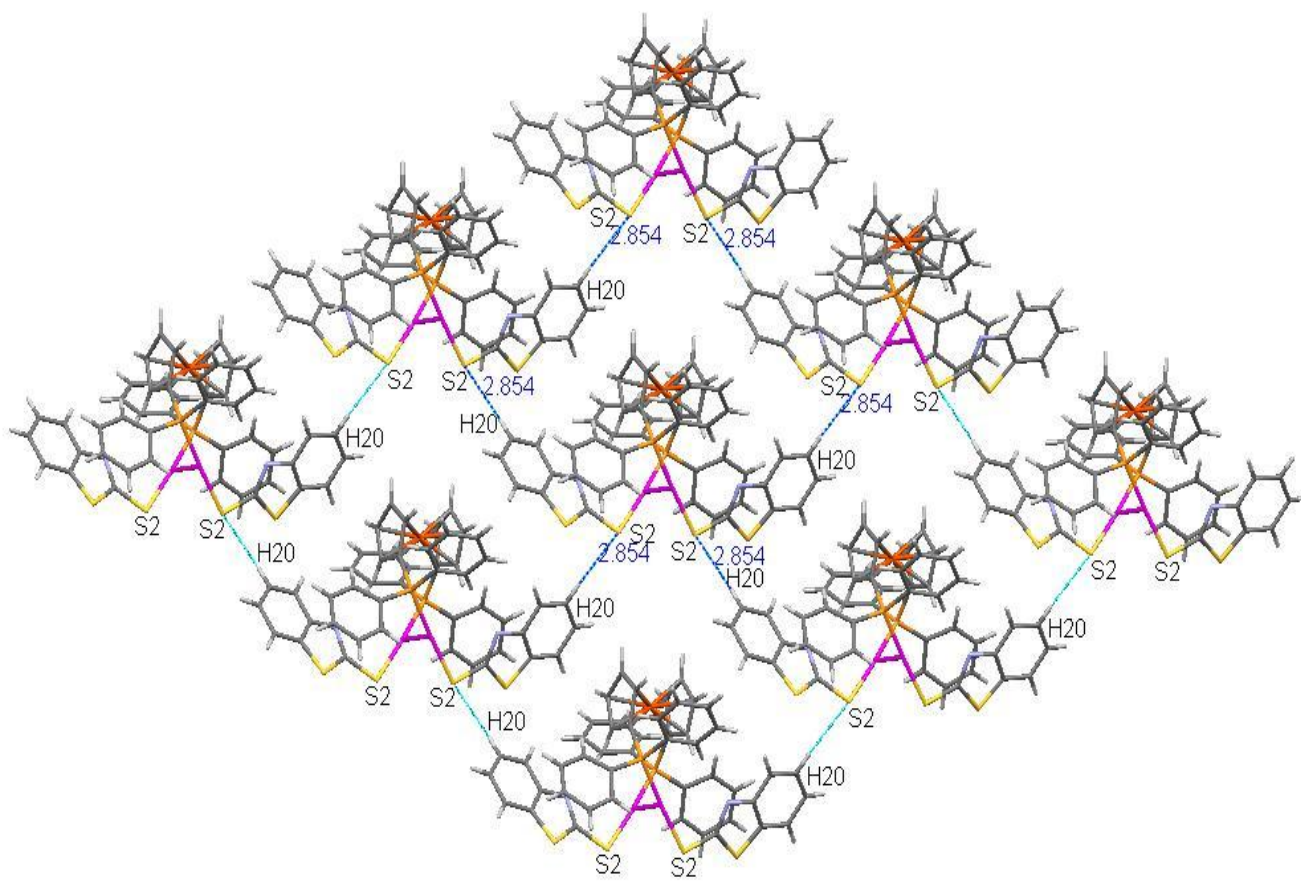


Figura 58. Arreglo laminar del compuesto **10**

Tabla 47. Geometría de los enlaces de hidrógeno que estabilizan la estructura del compuesto **10**

	D-H (Å)	H...A (Å)	D...A (Å)	<DHA (°)
C20-H20...S2	0.931	2.854	3.781	174.27
C21-H21...H8	0.931	2.389	3.279	159.99

CAPITULO 3. CONCLUSIONES

Se ha logrado la síntesis exitosa de diez complejos de oro (I) a través de una metodología sencilla.

Por otro lado, el análisis cristalográfico de cada uno de los compuestos de los cuales fue posible obtener cristales adecuados para su estudio, muestra que las redes cristalinas de estos complejos son estabilizadas por medio de interacciones del tipo D-H...A y D-F...A y D-H... π , donde realmente no hace ninguna diferencia significativa tener átomos de hidrógeno o átomos de flúor dentro de cada una de los compuestos. Tampoco se encuentran interacciones π - π del tipo facial, las cuales también estabilizan estructuras cristalinas, por lo que se concluye que tampoco es importante el número ni la sustitución de los átomos de hidrógeno por átomos de flúor en los anillos dentro de esta serie de compuestos. Adicionalmente se tiene que los compuestos **8**, **9** y **10** muestran interacciones aurofílicas y junto con cierta labilidad que presenta el enlace Au-S estos compuestos podrían pensarse en ser utilizados por sí mismos o como precursores para la formación de compuestos tipo pinza así como su posible uso como catalizador.

En cuanto al estudio citotóxico realizado, se encontró una actividad antitumoral aceptable en varios de los compuestos que se probaron, siendo el compuesto **3** en líneas celulares U251 y MCF-7 y el compuesto **5** en la línea celular U251 los que superan la actividad mostrada por el *cis*-platino. Esta actividad es muy variable y con los resultados alcanzados hasta el momento, no se puede concluir de manera categórica en el potencial efecto de tener dos átomos de oro o el efecto en la variación de la cantidad o posición de los átomos de flúor en los tiolatos fluorados.

De tal manera que estos cuestionamientos dejan puertas abiertas para su posterior estudio, así como la potencial aplicación de estas especies como antiartríticos.

CAPITULO 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Este capítulo tiene como objetivo el de realizar una descripción detallada de la síntesis de cada uno de los complejos que en este trabajo se ha presentado, así como las especificaciones técnicas del equipo utilizado para la caracterización de cada uno de los compuestos **1-10**.

4.1. Reactivos, disolventes y equipo

Los disolventes requeridos para la realización de este trabajo, tales como diclorometano, isopropanol, 1,2-dicloroetano, pentano, acetonitrilo, cloroformo, acetona y THF fueron de la marca J. T. Baker de grado R. A. y no fue necesaria ningún tipo de purificación. El tetracloroaurato de potasio ($K[AuCl_4]$), la dppf, el acetato de plomo y cada uno de los diez tioles empleados para la preparación de las sales de plomo fueron obtenidos de la compañía Aldrich Chem Co. y se usaron sin previa purificación.

Los puntos de fusión se determinaron en un equipo MELT-TEMP de tubos capilares, que registra temperaturas de hasta 400° con una rampa de temperatura de $5^\circ C$.

Los análisis elementales de cada compuesto se determino en un equipo FISIONS EA1108.

Para la adquisición de cada uno de los espectros de masas en su modalidad de FAB^+ presentados en este trabajo, se utilizó un equipo JEOL JMS-SX 102A. El equipo de RMN, BRUKER-AVANCE de 300MHz, fue utilizado para la obtención de los espectros de RMN de 1H , de $^{31}P\{^1H\}$ y de $^{19}F\{^1H\}$. Para el análisis de los espectros de RMN se utilizó el programa *NMRnotebook 2.70*.

Las estructuras de rayos-X se determinaron en un equipo BRUKER SMART APEX CCD, usando radiación $MoK\alpha$ ($\lambda = 0.71073\text{\AA}$), el detector se colocó a 4.837cm del cristal. Los datos fueron colectados con un barrido tipo omega e integrados con el programa SAINT, incluido en el paquete BRUKER SHELXTL. La resolución de las estructuras se llevó a cabo por el método de Patterson utilizando el programa SHELXS-97 y el refinamiento de las estructuras se realizó utilizando el método de mínimos cuadrados sobre F2 con

SHELXL. Para el análisis y visualización de estas estructuras se utilizó el programa *Mercury 2.4*.

4.2. Reacciones

Todas las reacciones se realizaron en atmósfera inerte (usando como gas inerte N₂) por medio de la técnica Schlenk, y se repitieron cada una por lo menos 2 veces mas, bajo condiciones normales de temperatura y presión dando como resultado en todos los casos rendimientos iguales o superiores a los llevados a cabo por el primer procedimiento. Por tal motivo se reporta el procedimiento en el cual **no involucra** llevar a cabo las reacciones bajo atmosfera de nitrógeno.

4.2.1. Síntesis de [dppf-(AuSC₆F₅)₂] (1)

En 30mL de diclorometano se disuelve [dppf-Au₂Cl₂] (50.3mg, 0.0494mmol) y se le adiciona [Pb(SC₆F₅)₂] (36mg, 0.0299mmol) dejándose en agitación y a reflujo por 24 horas. Pasado el tiempo de reacción la mezcla resultante se purifica por medio de una cromatografía en columna de sílica-gel para dar un sólido anaranjado (40.9mg, 0.0304mmol). Rendimiento 51.6%. Una recristalización bifásica de diclorometano/isopropanol nos brinda cristales adecuados para su estudio por difracción de rayos-X de monocristal. Punto de descomposición mayor a 200°C. RMN de ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.5-7.4 (m, 20H, PPh₂), 4.6 (m, 4H, C₅H₄), 4.2 (m, 4H, C₅H₄) ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 31.6 (s, 2P, PPh₂) ppm. RMN-¹⁹F{¹H}: δ -132.2 a -132.3 (m, 4F_{-o}, SC₆F₅), -162.1 a -162.2 (m, 2F_{-p}, SC₆F₅), -163.7 a -163.9 (m, 4F_{-m}, SC₆F₅) ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1147 (M⁺ - SC₆F₅, 100).

4.2.2. Síntesis de [dppf-(AuSC₆F₄-4-H)₂] (2)

A 30mL de diclorometano se le adiciona [dppf-Au₂Cl₂] (73.1mg, 0.0717mmol) y [Pb(SC₆F₄-4-H)₂] (41.4mg, 0.0727mmol). Se deja en agitación y a reflujo por 24h. Una vez terminado el tiempo de reacción la disolución resultante se hace pasar por una pequeña

columna de Celita[®] y se remueve el disolvente a presión reducida hasta un volumen aproximado de 5mL al cual se le agrega alrededor de 15 mL de pentano obteniendo así microcristales color amarillo. Por medio de una recristalización bifásica de diclorometano/acetonitrilo se obtienen cristales color naranja (49.3mg, 0.0376mmol) adecuados para su estudio por difracción rayos-X monocristal. Rendimiento 52.4%. Punto de descomposición 202°C. RMN-¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.5-7.2 (m, 20H, PPh₂) ppm, 6.7 (m, 2H, SC₆F₄-4- H, ³J_{F-H}=9.81Hz; ⁴J_{F-H}=7.2Hz) ppm, 4.7 (s, 4H, C₅H₄) ppm, 4.2 (s, 4H, C₅H₄) ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 31.6 (s, 2P, PPh₂) ppm. RMN-¹⁹F{¹H}: δ -132 (m, 4F_{-o}, SC₆F₄-4- H, ³J_{F-F}=14.05Hz, ⁴J_{F-F}=10.47Hz) ppm, -140 (m, 4F_{-p}, SC₆F₄-4- H, ³J_{F-F}=14.05Hz, ⁴J_{F-F}=10.47Hz) ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1129 (M⁺ - SC₆F₄-4- H, 7). Análisis elemental calculado para C₄₆H₃₀Au₂F₈FeP₂S₂: C, 42.1; H, 2.44. Encontrado: C, 42.16; H, 2.31.

4.2.3. Síntesis de [dppf-(AuSC₆H₃-2,4- F₂)₂] (3)

A una disolución de [dppf-Au₂Cl₂] (80.9mg, 0.0794mmol) en 30mL de diclorometano, se le adiciona [Pb(SC₆H₃-2,4- F₂)₂](40.5mg, 0.0814mmol) dejándose en agitación y a reflujo por 24 horas. Concluido el tiempo de reacción la mezcla se hace pasar por una pequeña columna de Celita[®] y se evapora el disolvente hasta un volumen aproximado de 5mL y adicionando 15mL de pentano se obtienen microcristales color amarillo pálido. Recristalizando por medio de un sistema bifásico de diclorometano/acetonitrilo a baja temperatura se obtienen cristales de color anaranjado (58.3mg, 0.0471mmol) apropiados para su estudio por difracción de rayos-X monocristal. Rendimiento 59.3%. Punto de fusión: 178-180°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.6-7.4 (m, 20H, PPh₂; 2H_o, SC₆H₃-2,4- F₂) ppm, 6.7-6.6 (m, 4H_{-m}, SC₆H₃-2,4- F₂) ppm, 4.5 (m, 4H, C₅H₄) ppm, 4.1 (m, 4H, C₅H₄) ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 32.0 (s, 2P, PPh₂) ppm. RMN-¹⁹F{¹H}: δ -99 (d, 2F, SC₆H₃-2,4- F_{2o}, ⁴J_{F-F}=6.23Hz.), -116 (d, 2F, SC₆H₃-2,4- F₂, ⁴J_{F-F}=6.23Hz.) ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1093 (M⁺ - SC₆H₃F_{2-o,p}, 100). Análisis elemental calculado para C₄₆H₃₄Au₂F₄FeP₂S₂: C, 43.61; H, 2.77. Encontrado: C, 43.20; H, 2.65.

4.2.4. Síntesis de [dppf-(AuSC₆H₃-3,4-F₂)₂] (4)

A una disolución [dppf-Au₂Cl₂] (71.3mg, 0.0700mmol) en diclorometano (30mL) se le adiciona Pb(SC₆H₃-3,4-F₂)₂ (34.8mg, 0.0700mmol). Se deja reaccionar por 24 horas en agitación y a reflujo. Transcurrido el tiempo de reacción la disolución se hace pasar por una pequeña columna de Celita[®]. Evaporándose el disolvente a presión reducida hasta un volumen aproximado de 5mL y adicionando alrededor de 15mL de pentano se obtienen microcristales color amarillo. Por medio de una recristalización en sistema bifásico diclorometano/acetonitrilo a baja temperatura se obtiene cristales color naranja (31.0mg, 0.0254mmol). Rendimiento 36.3%. Punto de descomposición 205°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.5-7.3 (m, 20H, PPh₂, 2H_{-o}, SC₆H₃-3,4-F₂)ppm, 7.2 (m, 2H_{-o}, SC₆H₃-3,4-F₂)ppm, 6.88 (m, 2H_{-m}, SC₆H₃-3,4-F₂), 4.5 (s, 4H, C₅H₄), 4.2 (s, 4H, C₅H₄) ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 32.5(s,2P, PPh₂) ppm. RMN-¹⁹F{¹H}:δ -138 (d, 2F_{-p}, SC₆H₃-3,4-F₂, ³J_{Fp-Fm}=21.32Hz)ppm, -145 (d, 2F_{-m}, SC₆H₃-3,4-F₂, ³J_{Fm-Fp}=21.32Hz)ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1075 (M⁺ - SC₆H₃F_{2-m,p}, 2). Análisis elemental calculado para C₄₆H₃₄Au₂F₄FeP₂S₂: C, 43.61; H, 2.77. Encontrado: C, 44.98; H, 2.89.

4.2.5. Síntesis de [dppf-(AuSC₆H₄-4-F)₂] (5)

A una disolución [dppf-Au₂Cl₂] (64.0mg, 0.0628mmol) en diclorometano (30mL) se le adiciona [Pb(SC₆H₄F_{-p})₂] (29.0mg, 0.0628mmol). Se deja reaccionar por 24 horas en agitación y a reflujo. Finalizado el tiempo de reacción la disolución se hace pasar por una pequeña columna de Celita[®]. Evaporándose el disolvente a presión reducida hasta un volumen aproximado de 5mL y adicionando 15mL de pentano se obtienen microcristales color amarillo pálido. Por medio de una recristalización en sistema bifásico cloroformo/acetonitrilo a temperatura ambiente se obtiene cristales color amarillo pálido (60.0mg, 0.0499mmol). Rendimiento 79.4%. Punto de descomposición 198°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.6-7.4 (m, 20H, PPh₂; 2H_{-o}, SC₆H₄-4-F)ppm, 6.7 (t, 2H_{-m}, SC₆H₄-4-F, ³J_{H-F}=8.7Hz, ³J_{H-H}=8.6Hz.)ppm, 4.6 (s, 4H, C₅H₄)ppm, 4.2 (s, 4H, C₅H₄) ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 32.2 (s,2P, PPh₂) ppm. RMN-¹⁹F{¹H}:δ -120.5 (s, 2F, SC₆H₄F_{-p}) ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1075 (M⁺ - SC₆H₄F_{-p}, 25). Análisis elemental calculado para C₄₆H₃₆Au₂F₂FeP₂S₂: C, 45.94; H, 3.02. Encontrado: C, 46.45; H, 3.09.

4.2.6. Síntesis de [dppf-(AuSC₆H₄-3- F)₂] (6)

A 30mL de diclorometano se le agrega [dppf-Au₂Cl₂] (62.0mg, 0.0608mmol) y [Pb(SC₆H₄-3- F)₂] (28.8mg, 0.0624mmol) dejando en agitación y a reflujo por 24 horas. La disolución resultante se hace pasar a través una pequeña columna de Celita[®]. Evaporando el disolvente a presión reducida hasta un volumen aproximado de 5mL se le agregan 15 mL de pentano obteniendo microcristales color amarillo pálido. Por una recrystalización en sistema bifásico de diclorometano/acetonitrilo y a temperatura ambiente se obtienen cristales color naranja claro (30.0mg, 0.0324mmol), los cuales son apropiados para su estudio por difracción de rayos-X monocristal. Rendimiento 53.3%. Punto de descomposición 190°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.5-7.3 (m, 20H, PPh₂, 2H_{-m}, SC₆H₄-3- F)ppm, 7.1-7.0 (m, 4H_{-o}, SC₆H₄-3- F)ppm, 6.7-6.6 (m, 2H_{-p}, SC₆H₄-3- F)ppm, 4.6 (m, 4H, C₅H₄)ppm, 4.2 (m, 4H, C₅H₄)ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 32.8 (s, 2P, PPh₂)ppm. RMN-¹⁹F{¹H}: δ -114.1 (s, F_{-m}, SC₆H₄-3- F)ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1075 (M⁺ - SC₆H₄F_{-m}, 25). Análisis elemental calculado para C₄₆H₃₆Au₂F₂FeP₂S₂: C, 45.94; H, 3.02. Encontrado: C, 44.78; H, 2.99.

4.2.7. Síntesis de [dppf-(AuSC₆H₄-2- F)₂] (7)

En 30mL de diclorometano se disuelve [dppf-Au₂Cl₂] (100.0mg, 0.0981mmol) y se le adiciona [Pb(SC₆H₄-2- F)₂] (46.1mg, 0.0999mmol) dejándose en agitación y a reflujo por 24 horas. La mezcla de reacción se hace pasar por una columna pequeña de Celita[®]. A la disolución se le remueve el disolvente a presión reducida hasta un volumen aproximado de 5mL y se le agrega alrededor de 15mL de pentano obteniendo así un sólido amarillo pálido. Por medio de una recrystalización cloroformo/acetonitrilo a baja temperatura se obtienen cristales color naranja (40.7mg, 0.0338mmol) adecuados para su estudio por difracción de rayos-X monocristal. Rendimiento 34.5%. Punto de descomposición 210°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.7-7.4ppm (m, 2H_{-p}, SC₆H₄-2- F; 20H, PPh₂)ppm, 6.7 (m, 4H_{-m}, SC₆H₄-2- F)ppm, 4.6 (s, 4H, C₅H₄)ppm, 4.1 (s, 4H, C₅H₄)ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 30.8 (s, PPh₂)ppm. RMN-¹⁹F{¹H}: δ -104.5 (s, F_{-o}, SC₆H₄-2- F). EM-FAB⁺: m/z (%) 1075 (M⁺ - SC₆H₄F_{-o}, 15). Análisis elemental calculado para C₄₆H₃₆Au₂F₂FeP₂S₂: C, 45.94; H, 3.02. Encontrado: C, 46.16; H, 3.12.

4.2.8. Síntesis de [dppf-(AuSC₆H₄-2-CF₃)₂] (8)

En 30mL de diclorometano se disuelve [dppf-Au₂Cl₂] (44.1mg, 0.0433mmol) y se le adiciona [Pb(SC₆H₄-2-CF₃)₂] (25.6mg, 0.0456mmol) dejándose en agitación y a reflujo por 24 horas. Pasado el tiempo de reacción la mezcla resultante se hace pasar por una pequeña columna de Celita[®] y se evapora el disolvente a presión reducida. A partir de una recristalización bifásica de diclorometano /isopropanol nos brinda cristales anaranjados (24.2mg, 0.0186mmol) adecuados para su estudio por difracción de rayos-X monocristal. Rendimiento 42.9%. Punto de fusión 180-182°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.95 (d, 2H_{-o}, SC₆H₄-2-CF₃, ³J_{H-H}=8.0)ppm, 7.54 (d, 2H_{-o}, SC₆H₄-2-CF₃, ³J_{H-H}=7.9Hz)ppm, 7.5-7.4 (m, 20H, PPh₂)ppm, 7.2 (t, 2H_{-m}, SC₆H₄-2-CF₃, ³J_{H-H}=7.3Hz)ppm, 7.0 (t, 2H_{-p}, SC₆H₄-2-CF₃, ³J_{H-H}=7.6Hz)ppm, 4.6 (m, 4H, C₅H₄)ppm, 4.1 (m, 4H, C₅H₄)ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 32.4 (s, 2P, PPh₂)ppm. RMN-¹⁹F{¹H}:δ -61.6 (SC₆H₄-2-CF₃)ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1302 (M⁺ dppf-(AuSC₆H₄-2-CF₃)₂, 2). Análisis elemental calculado para C₄₈H₃₆Au₂F₆FeP₂S₂: C, 44.26; H,2.79. Encontrado: C, 43.40; H, 2.60.

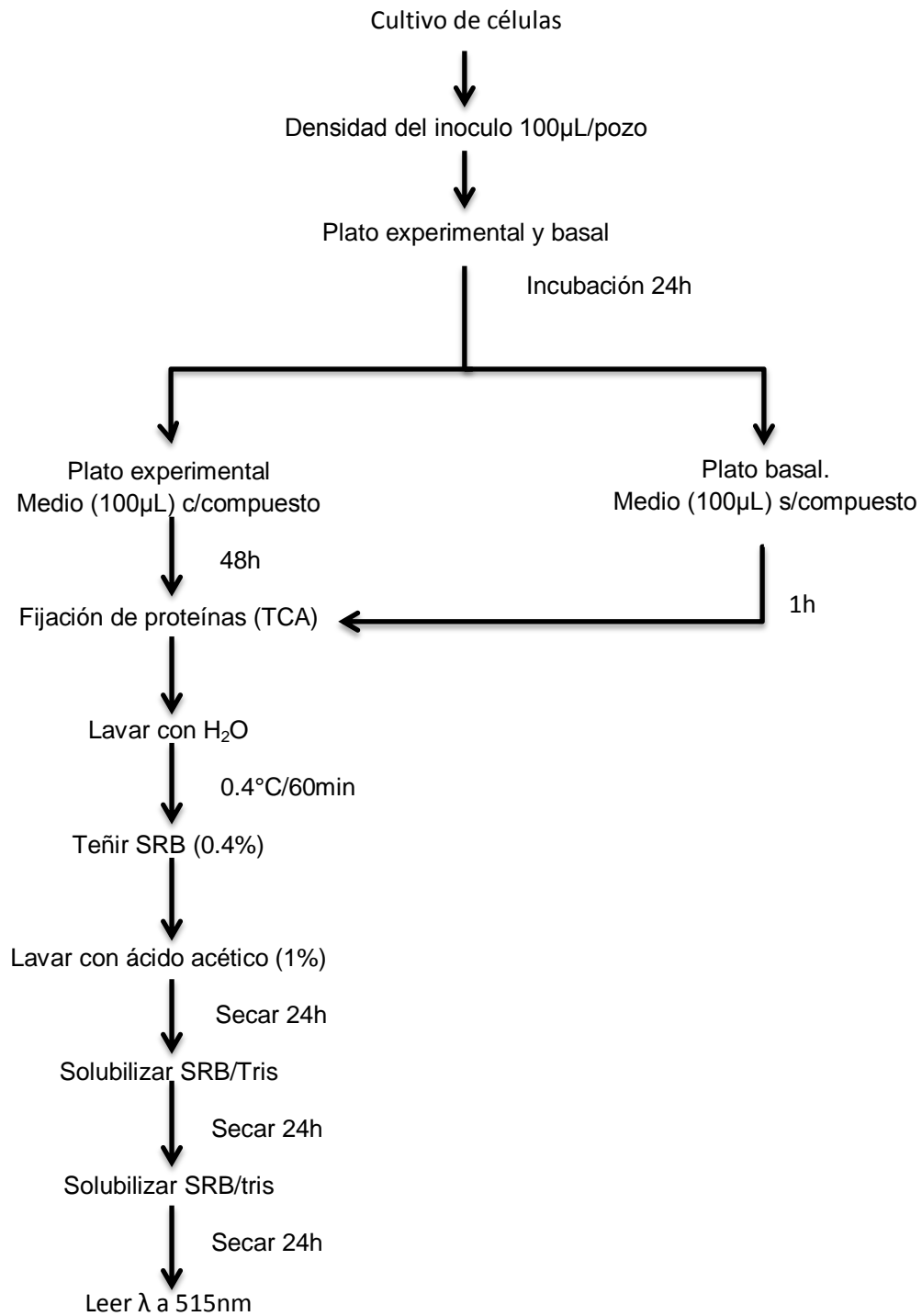
4.2.9. Síntesis de [dppf-(AuS-benzoxazol)₂] (9)

A 30mL de diclorometano se le agrega [dppf-Au₂Cl₂] (55.5mg, 0.0544mmol) y [Pb(S-benzoxazol)₂] (27.4mg, 0.0540mmol) dejando en agitación y a reflujo por 24 horas. La disolución resultante se hace pasar a través una pequeña columna de Celita[®] y se evaporando el disolvente a presión reducida. Por una recristalización en sistema bifásico de diclorometano/isopropanol y a temperatura ambiente se obtienen cristales color naranja (27.02mg, 0.0218mmol), los cuales son apropiados para su estudio por difracción de rayos-X monocristal. Rendimiento 40.4%. Punto de descomposición 230°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.60 a 7.05 (m, 20H, PPh₂; 8H, S-benzoxazol; 1H, CDCl₃), 4.7 (m, 4H, C₅H₄), 4.4 (m, 4H, C₅H₄) ppm. RMN-³¹P{¹H}: δ 31.7 (s, 2P, PPh₂) ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1098 (M⁺-S-benzoxazol, 100). Análisis elemental calculado para C₄₈H₃₆Au₂FeN₂O₂P₂S₂: C, 46.17; H,2.91; N, 2.24. Encontrado: C, 45.76; H, 2.86; N, 2.23.

4.2.10. Síntesis de [dppf-(AuS-benzotiazol)₂] (10)

A 30mL de diclorometano se le agrega [dppf-Au₂Cl₂] (71.5mg, 0.0702mmol) y [Pb(S-benzotiazol)₂] (37.9mg, 0.0702mmol) dejando en agitación y a reflujo por 24 horas. La disolución resultante se hace pasar a través una pequeña columna de Celita[®] evaporando el disolvente a presión reducida. Por una recristalización en sistema bifásico de diclorometano/isopropanol y a temperatura ambiente se obtienen cristales color naranja (35.8mg, 0.0280mmol), los cuales son apropiados para su estudio por difracción de rayos-X monocristal. Rendimiento 39.88%. Punto de descomposición 220°C. RMN ¹H (300MHz, CDCl₃): δ 7.6 (d, 2H₋₄, S-benzotiazol, ³J_{H-H}=8Hz)ppm, 7.6-7.3 (m, 2H₋₇, S-benzotiazol, 20H, PPh₂)ppm, 7.3 (t, 2H₋₅, S-benzotiazol, ³J_{H-H}=7.8Hz)ppm, 7.15 (d, 2H₋₆, S-benzotiazol, ³J_{H-H}=7.8Hz)ppm. MS-FAB⁺: m/z (%) 1114 (M⁺- S-benzotiazol, 18). Análisis elemental calculado para C₄₈H₃₆Au₂FeN₂O₂P₂S₄: C, 45.01; H, 2.83; N, 2.83. Encontrado: C, 44.74; H, 2.76; N, 2.21.

4.2.11. Bioensayo de citotoxicidad



REFERENCIAS

- [1]. Kauffman, G. B. *Journal of Chemical Education*. **1983**, 60, 3.
- [2] ^aKealy, T. J.; Pauson, P. L. *Nature* **1951**, 168, 1039. ^bMiller, S. A. *et. al. Chem. Soc.* **1952**, 632.
- [3] Segapelo T. V.; Guzei, I.A.; Darkawa. *J. Journal of Organometallic Chem.* **2008** 693, ,701-703.].
- [4] Laguna. A.; *et al. Organometallics.* **1999**, 18, 3142-3148.
- [5] Carmona G. *An. Quím.* **2009**, 105(2), 95–102.
- [6] Corti, C. Holliday, R. 2010. *Gold Science and Applications*. CRC Press. Estados Unidos de América. **2010**.
- [7] Gómez de Silva, Guido. *Breve Diccionario Etimológico de la Lengua Española*; 2^a edición; ISBN 968-16-5543-5
- [8] W. F. Kean and I. R. L. Kean. *Inflammopharmacology.* **2008**, 16, 107.
- [9] T. W. Hambley. *J. Chem. Soc.*, **2001**, 2711.
- [10] E. R. T. Tiekink. *Inflammopharmacology*, **2008**, 16, 138.
- [11] J. F. Fries; D. Block; P. Spitz; D. M. Mitchell. *Am. J. Med.* **1985**, 78, 56.
- [12] I. Lorenzen. *Ann. Clin. Res.* **1975**, 7, 195.
- [13] J. R. Ward. *Am. J. Med.* **1988**, 85, 39.
- [14] C. K. Mirabelli; R. K. Johnson; D. T. Hill; *et. al. J. Med. Chem.*, **1986**, 29, 218.
- [15] E. R. T. Tiekink, *Crit. Rev. Oncol. Hematol.* **2002**, 42, 225.
- [16] Mohr, F. *Applications and Future Directions in Life Sciences*, **2009**, 283, 319. John Wiley & Sons, in press.
- [17] L. K. Webster, S. Rainone, E. Horn, and E. R. T. Tiekink, *Metal-Based Drugs.* **1996**, 3, 63.
- [18] S. J. Berners-Price, C. K. Mirabelli, R. K. Johnson, *et al.*, *Cancer Res.* **1986**. 46, 5486.
- [19] M. J. McKeage, S. J. Berners-Price, P. Galletis, *et al.*, *Cancer Chemother. Pharmacol.* **2000**, 46, 343.
- [20] McKeage, M. J.; Maharaj, L.; Berners-Price, S. J. *Coord. Chem. Rev.* **2002**, 232, 127.
- [21] Chopra, D. Guru-Row, T. N. *CrystEngComm*, **2011**, 13, 2175-2186.

- [22] Baran, E. J. *Farm Bonaerense*. **1992**, 11(2), 103-110.
- [23] A. G. Sikes. *Ed. Academic*, London, **1982**.
- [24] R. J., Cross, et al. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1976**. 391
- [25] Laguna, A., et al. *Encyclopedia of Supramolecular Chemistry*. **2004**.
- [26] Schmidbaurab, H., Schiera, A. *Chem. Soc. Rev.* **2011**.
- [27] R. L. White-Morris, M. M. Olmstead, and A. L. Balch, *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, 125, 1033.
- [28] Tebogo V. Segapelo a, Ilia A. Guzeib, James Darkwa. *Journal of Organometallic Chemistry*. 693 (**2008**), 701–708.
- [29] Olga Crespo, Fernando Canales, M. Concepción Gimeno, Peter G. Jones, Antonio Laguna. *Organometallics*. **1999**, 18, 3142-3148.
- [30] Silverstein, R. M.; Webster, F. X.; Kiemle, D. *Identification of Organic Compounds*. Séptima edición.
- [31] <http://www.sigmaaldrich.com/spectra/fnmr/FNMR010873.PDF> ;
<http://www.sigmaaldrich.com/spectra/fnmr/FNMR010878.PDF>
- [32] Jonathan W. Steed, David R. Turner, Karl J. Wallace, *Core Concepts in Supramolecular Chemistry and Nanochemistry*. Ed Wiley, 2007.
- [33] C. Janiak. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **2000**, 3885.
- [34] Laurence, C. and Berthelot, M. *Persp. Drug Disc. Des.* **2000**, 18, 39-60.
- [35] Amabilino, D. B., Stoddarta, J. F. *Chem. Rev.* **1995**, 95, 2725.

ANEXO 1. Tabla A. Datos cristalográficos relevantes de cada uno de los complejos cristalizados.

COM- PUESTO	M. P.	1	2	3A	3B	4	6	7	8	9	10
Fórmula	C ₃₄ H ₂₈ Au ₂ Cl ₂ Fe P ₂	C ₄₆ H ₂₈ Au ₂ F ₁₀ Fe P ₂ S ₂	C ₄₆ H ₃₀ Au ₂ F ₈ Fe P ₂ S ₂	C ₄₆ H ₃₄ Au ₂ F ₄ Fe P ₂ S ₂		C ₄₆ H ₃₄ Au ₂ F ₄ Fe P ₂ S ₂	C ₄₆ H ₃₆ Au ₂ F ₂ Fe P ₂ S ₂	C ₄₆ H ₃₆ Au ₂ F ₂ Fe P ₂ S ₂	C ₄₈ H ₃₆ Au ₂ F ₆ Fe P ₂ S ₂	C ₄₈ H ₃₆ Au ₂ Fe N ₂ O ₂ P ₂	C ₄₈ H ₃₆ Au ₂ Fe N ₂ P ₂ S ₄
P. M.	1019.19	1346.53	1310.54	1238.57		1238.57	1202.59	1202.59	1302.61	1248.63	1280.75
Sistema cristalino	Mono- clínico	Tri- clínico	Tri- clínico	Mono- clínico	Mono- clínico	Mono- clínico	Tri- clínico	Tri- clínico	Mono- clínico	Mono- clínico	Mono- clínico
Grupo espacial	C 2/c	P -1	P -1	P 2 ₁	C 2/c	P 2 ₁ /c	P -1	P -1	C 2/c	C 2/c	C 2/c
a (Å)	16.296(2)	9.035(1)	8.756(2)	8.7638(4)	23.8214(19)	10.4748(9)	8.6032(16)	8.6347(8)	39.841(3)	22.358(2)	22.0779(16)
b (Å)	13.257(1)	10.736(2)	11.272(3)	25.5616(13)	12.8212(10)	23.198(2)	11.036(2)	10.9720(10)	10.988(1)	12.0817(12)	12.5005(9)
c (Å)	15.144(2)	12.120(3)	12.047(3)	10.1662(5)	13.8659(11)	8.8395(7)	12.319(2)	12.2010(11)	25.672	18.0348(18)	17.8884(13)
α (°)	90	105.557(2)°	108.044(4)	90	90	90	109.027(3)	104.9220(10)	90	90	90
β (°)	101.097	100.214(1)°	102.713(4)	111.2100(10)	105.2490	102.395(1)	103.541(3)	102.2760(10)	128.427	112.747	112.6260
γ (°)	90	97.677(2)°	101.474(3)	90	90	90	100.737(3)	104.3350(10)	90	90	90
V (Å³)	3210.3(4)	1094.1(2)	1056.2(5)	2123.13(18)	4085.8(6)	2097.9(3)	1030.1 (3)	1033.93(16)	8804.2(12)	4492.6(8)	4577.0(6)
Z	4	1	1	2	4	2	1	1	8	4	4
ρ (g/cm³)	2.109	2.044	2.060	1.937	2.014	1.961	1.939	1.931	1.965	1.846	1.867
R (%)	3.02	5.67	4.63	4.73	4.96	4.66	3.57	3.53	8.26	4.83	6.70

ANEXO 2. Constancia de participación en el Encuentro de Química Inorgánica 2011 (EQI 2011).

Avances preliminares de este trabajo fueron presentados en el marco de las actividades realizadas en el Encuentro de Química Inorgánica 2011, organizado por la Universidad de Guadalajara y celebrado en el Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías (CUCEI) en la ciudad de Guadalajara, Jalisco del 29 de junio al 2 julio del 2011.



UNIVERSIDAD DE GUADALAJARA
Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías
División de Ciencias Básicas/Departamento de Química



Otorga la presente constancia a :

García Adolfo; Morales David; Reyes Reyna.

por su participación con el trabajo:

Estudio de la reactividad de la dppf-Au₂Cl₂ frente a tiolatos fluorados de plomo (II) del tipo Pb(SRf)₂

modalidad: cartel


en el marco de las actividades realizadas en el **Encuentro de Química Inorgánica**

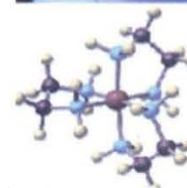
2011 llevado a cabo del 29 de junio al 2 de julio de 2011

Guadalajara Jalisco, junio 2011


Dr. Arturo Chávez Chávez
Director de la División de
Ciencias Básicas - CUCEI


Dr. Maximiliano Bárcena Soto
Jefe del Departamento
de Química


Dra. Sara Angélica Cortés Llamas
Coordinadora General
EQI-2011



COMPUESTO 1

Table 1. Crystal data and structure refinement for *Fe-Au-SC6F5*.

Sample code	015MMD08	
Project Title	<i>Fe-Au-SC6F5</i>	
Empirical formula	$C_{46} H_{28} Au_2 F_{10} Fe P_2 S_2$	
Formula weight	1346.53	
Temperature	298(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Triclinic	
Space group	P-1	
Unit cell dimensions	$a = 9.035(1) \text{ \AA}$	$\alpha = 105.557(2)^\circ$.
	$b = 10.736(2) \text{ \AA}$	$\beta = 100.214(1)^\circ$.
	$c = 12.120(3) \text{ \AA}$	$\gamma = 97.677(2)^\circ$.
Volume	$1094.1(2) \text{ \AA}^3$	
Z	1	
Density (calculated)	2.044 Mg/m ³	
Absorption coefficient	7.261 mm ⁻¹	
F(000)	640	
Crystal size / shape / color	0.24 x 0.07 x 0.04 mm / Prism/ Yellow	
Theta range for data collection	1.79 to 25.35°.	
Diffractometer used /Scan Mode	Bruker Smart APEX AXS CCD area detector/ omega scans	
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -12 ≤ k ≤ 12, -14 ≤ l ≤ 14	
Reflections collected	9133	
Independent reflections	3999 [R(int) = 0.0540]	
Completeness to theta = 25.35°	99.9 %	
Absorption correction	Analytical	
Max. and min. transmission	0.7852 and 0.2747	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	3999 / 0 / 286	
Goodness-of-fit on F ²	0.802	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0397, wR2 = 0.0525	
R indices (all data)	R1 = 0.0567, wR2 = 0.0557	
Largest diff. peak and hole	1.299 and -1.125 e.Å ⁻³	
Solved by	Simon Hernandez-Ortega	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for *Fe-Au-SC6F5*. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Au	2655(1)	3675(1)	2462(1)	46(1)
Fe	0	5000	5000	47(1)
P(1)	2602(2)	5770(2)	3427(2)	39(1)
S(1)	2644(2)	1528(2)	1456(2)	55(1)
F(1)	4369(5)	3136(5)	195(4)	88(2)
F(2)	7193(5)	3107(5)	-130(4)	103(2)
F(3)	8939(5)	1598(5)	762(4)	103(2)
F(4)	7788(5)	97(5)	1971(4)	106(2)
F(5)	4948(5)	74(4)	2303(4)	85(1)
C(1)	1975(7)	5960(6)	4776(5)	39(2)
C(2)	2321(8)	5221(7)	5559(6)	54(2)
C(3)	1665(9)	5668(9)	6516(7)	73(3)
C(4)	903(9)	6666(8)	6342(7)	76(3)
C(5)	1094(7)	6865(7)	5276(6)	57(2)
C(6)	1395(7)	6545(6)	2583(5)	38(2)
C(7)	238(7)	5789(7)	1658(5)	44(2)
C(8)	-693(8)	6391(8)	1022(6)	53(2)
C(9)	-462(9)	7730(8)	1273(7)	62(2)
C(10)	699(9)	8480(7)	2191(7)	64(2)
C(11)	1616(7)	7906(7)	2836(6)	55(2)
C(12)	4479(7)	6813(7)	3835(6)	44(2)
C(13)	5275(8)	6830(7)	2962(7)	63(2)
C(14)	6705(10)	7626(9)	3228(8)	83(3)
C(15)	7323(9)	8412(9)	4358(9)	83(3)
C(16)	6559(9)	8390(8)	5209(7)	76(3)
C(17)	5148(8)	7606(7)	4966(7)	65(2)
C(18)	4543(7)	1609(6)	1272(6)	46(2)
C(19)	5184(9)	2357(7)	620(6)	54(2)
C(20)	6630(10)	2352(8)	443(7)	61(2)
C(21)	7492(9)	1593(9)	876(8)	70(3)
C(22)	6914(10)	821(8)	1504(7)	69(2)
C(23)	5478(9)	835(7)	1688(6)	55(2)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for *Fe-Au-SC6F5*.

Au-P(1)	2.2515(17)	C(1)-C(5)	1.416(8)
Au-S(1)	2.2977(18)	C(2)-C(3)	1.396(9)
Fe-C(4)#1	2.022(7)	C(3)-C(4)	1.390(10)
Fe-C(4)	2.022(7)	C(4)-C(5)	1.401(9)
Fe-C(5)#1	2.023(7)	C(6)-C(7)	1.370(8)
Fe-C(5)	2.023(7)	C(6)-C(11)	1.389(8)
Fe-C(1)	2.037(6)	C(7)-C(8)	1.380(8)
Fe-C(1)#1	2.037(6)	C(8)-C(9)	1.365(9)
Fe-C(3)	2.044(7)	C(9)-C(10)	1.366(9)
Fe-C(3)#1	2.044(7)	C(10)-C(11)	1.358(8)
Fe-C(2)	2.047(7)	C(12)-C(17)	1.383(9)
Fe-C(2)#1	2.047(7)	C(12)-C(13)	1.383(8)
P(1)-C(1)	1.794(6)	C(13)-C(14)	1.383(9)
P(1)-C(6)	1.797(6)	C(14)-C(15)	1.372(10)
P(1)-C(12)	1.809(7)	C(15)-C(16)	1.342(9)
S(1)-C(18)	1.763(7)	C(16)-C(17)	1.367(9)
F(1)-C(19)	1.330(7)	C(18)-C(23)	1.385(9)
F(2)-C(20)	1.309(8)	C(18)-C(19)	1.409(9)
F(3)-C(21)	1.338(8)	C(19)-C(20)	1.362(9)
F(4)-C(22)	1.338(8)	C(20)-C(21)	1.342(11)
F(5)-C(23)	1.343(8)	C(21)-C(22)	1.379(11)
C(1)-C(2)	1.411(8)	C(22)-C(23)	1.356(9)
P(1)-Au-S(1)	178.53(7)	C(5)#1-Fe-C(3)#1	67.6(3)
C(4)#1-Fe-C(4)	180.000(1)	C(5)-Fe-C(3)#1	112.4(3)
C(4)#1-Fe-C(5)#1	40.5(3)	C(1)-Fe-C(3)#1	112.3(3)
C(4)-Fe-C(5)#1	139.5(3)	C(1)#1-Fe-C(3)#1	67.7(3)
C(4)#1-Fe-C(5)	139.5(3)	C(3)-Fe-C(3)#1	180.000(1)
C(4)-Fe-C(5)	40.5(3)	C(4)#1-Fe-C(2)	112.4(3)
C(5)#1-Fe-C(5)	180.000(1)	C(4)-Fe-C(2)	67.6(3)
C(4)#1-Fe-C(1)	111.7(3)	C(5)#1-Fe-C(2)	112.1(3)
C(4)-Fe-C(1)	68.3(3)	C(5)-Fe-C(2)	67.9(3)
C(5)#1-Fe-C(1)	139.2(2)	C(1)-Fe-C(2)	40.4(2)
C(5)-Fe-C(1)	40.8(2)	C(1)#1-Fe-C(2)	139.6(2)
C(4)#1-Fe-C(1)#1	68.3(3)	C(3)-Fe-C(2)	39.9(3)
C(4)-Fe-C(1)#1	111.7(3)	C(3)#1-Fe-C(2)	140.1(3)
C(5)#1-Fe-C(1)#1	40.8(2)	C(4)#1-Fe-C(2)#1	67.6(3)
C(5)-Fe-C(1)#1	139.2(2)	C(4)-Fe-C(2)#1	112.4(3)
C(1)-Fe-C(1)#1	180.0(4)	C(5)#1-Fe-C(2)#1	67.9(3)
C(4)#1-Fe-C(3)	140.0(3)	C(5)-Fe-C(2)#1	112.1(3)
C(4)-Fe-C(3)	40.0(3)	C(1)-Fe-C(2)#1	139.6(2)
C(5)#1-Fe-C(3)	112.4(3)	C(1)#1-Fe-C(2)#1	40.4(2)
C(5)-Fe-C(3)	67.6(3)	C(3)-Fe-C(2)#1	140.1(3)
C(1)-Fe-C(3)	67.7(3)	C(3)#1-Fe-C(2)#1	39.9(3)
C(1)#1-Fe-C(3)	112.3(3)	C(2)-Fe-C(2)#1	180.000(1)
C(4)#1-Fe-C(3)#1	40.0(3)	C(1)-P(1)-C(6)	106.0(3)
C(4)-Fe-C(3)#1	140.0(3)	C(1)-P(1)-C(12)	105.1(3)

C(6)-P(1)-C(12)	105.1(3)	C(10)-C(11)-C(6)	120.9(7)
C(1)-P(1)-Au	114.2(2)	C(17)-C(12)-C(13)	118.4(6)
C(6)-P(1)-Au	113.8(2)	C(17)-C(12)-P(1)	123.6(5)
C(12)-P(1)-Au	111.8(2)	C(13)-C(12)-P(1)	118.0(6)
C(18)-S(1)-Au	102.0(2)	C(14)-C(13)-C(12)	120.1(7)
C(2)-C(1)-C(5)	107.1(6)	C(15)-C(14)-C(13)	119.8(8)
C(2)-C(1)-P(1)	124.8(5)	C(16)-C(15)-C(14)	120.3(8)
C(5)-C(1)-P(1)	128.1(5)	C(15)-C(16)-C(17)	120.9(8)
C(2)-C(1)-Fe	70.2(4)	C(16)-C(17)-C(12)	120.5(7)
C(5)-C(1)-Fe	69.1(4)	C(23)-C(18)-C(19)	114.9(6)
P(1)-C(1)-Fe	126.9(3)	C(23)-C(18)-S(1)	121.2(6)
C(3)-C(2)-C(1)	108.1(7)	C(19)-C(18)-S(1)	123.7(5)
C(3)-C(2)-Fe	69.9(4)	F(1)-C(19)-C(20)	118.5(8)
C(1)-C(2)-Fe	69.4(4)	F(1)-C(19)-C(18)	118.9(7)
C(4)-C(3)-C(2)	108.6(7)	C(20)-C(19)-C(18)	122.5(7)
C(4)-C(3)-Fe	69.1(5)	F(2)-C(20)-C(21)	119.9(8)
C(2)-C(3)-Fe	70.1(4)	F(2)-C(20)-C(19)	120.1(9)
C(3)-C(4)-C(5)	108.3(7)	C(21)-C(20)-C(19)	120.0(8)
C(3)-C(4)-Fe	70.9(5)	F(3)-C(21)-C(20)	121.9(10)
C(5)-C(4)-Fe	69.8(4)	F(3)-C(21)-C(22)	118.1(9)
C(4)-C(5)-C(1)	107.9(7)	C(20)-C(21)-C(22)	120.0(8)
C(4)-C(5)-Fe	69.7(4)	F(4)-C(22)-C(23)	119.9(9)
C(1)-C(5)-Fe	70.1(4)	F(4)-C(22)-C(21)	120.2(8)
C(7)-C(6)-C(11)	118.6(6)	C(23)-C(22)-C(21)	119.9(8)
C(7)-C(6)-P(1)	120.0(5)	F(5)-C(23)-C(22)	118.6(8)
C(11)-C(6)-P(1)	121.4(5)	F(5)-C(23)-C(18)	118.8(7)
C(6)-C(7)-C(8)	119.6(7)	C(22)-C(23)-C(18)	122.6(8)
C(9)-C(8)-C(7)	121.4(7)		
C(8)-C(9)-C(10)	118.8(7)		
C(11)-C(10)-C(9)	120.6(7)		

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

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

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for *Fe-Au-SC6F5*. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Au	49(1)	46(1)	50(1)	16(1)	19(1)	15(1)
Fe	49(1)	54(1)	32(1)	6(1)	14(1)	-6(1)
P(1)	41(1)	43(1)	40(1)	16(1)	14(1)	11(1)
S(1)	53(1)	45(1)	70(1)	15(1)	24(1)	12(1)
F(1)	85(3)	107(4)	96(4)	62(3)	25(3)	27(3)
F(2)	84(4)	127(4)	103(4)	39(3)	48(3)	-6(3)
F(3)	54(3)	131(5)	100(4)	-2(3)	19(3)	11(3)
F(4)	96(4)	105(4)	125(4)	31(3)	15(3)	62(3)
F(5)	102(4)	76(3)	101(4)	48(3)	32(3)	35(3)
C(1)	38(4)	40(4)	37(4)	9(3)	13(3)	2(3)
C(2)	50(5)	65(5)	43(5)	22(4)	6(4)	-3(4)
C(3)	68(6)	97(7)	40(5)	26(5)	3(4)	-30(5)
C(4)	63(6)	87(7)	42(5)	-23(5)	24(5)	-37(5)
C(5)	44(4)	52(5)	61(5)	2(4)	16(4)	-5(4)
C(6)	40(4)	42(4)	35(4)	15(3)	16(3)	6(3)
C(7)	50(4)	48(5)	40(4)	14(4)	19(4)	12(4)
C(8)	51(5)	76(6)	35(4)	16(4)	11(4)	18(5)
C(9)	66(6)	84(6)	64(6)	45(5)	30(5)	40(5)
C(10)	64(5)	48(5)	83(6)	26(5)	7(5)	17(4)
C(11)	47(5)	50(5)	63(5)	17(4)	-1(4)	10(4)
C(12)	39(4)	50(5)	52(5)	25(4)	17(4)	14(4)
C(13)	51(5)	74(6)	68(6)	25(5)	19(4)	6(4)
C(14)	73(7)	97(8)	97(8)	42(6)	46(6)	19(6)
C(15)	45(5)	87(7)	119(8)	43(7)	23(6)	-9(5)
C(16)	65(6)	82(7)	67(6)	16(5)	9(5)	-15(5)
C(17)	56(5)	70(6)	63(6)	14(5)	18(5)	-6(4)
C(18)	52(5)	37(4)	43(4)	0(3)	7(4)	13(4)
C(19)	54(5)	48(5)	56(5)	13(4)	5(4)	14(4)
C(20)	57(6)	63(6)	51(5)	5(4)	15(5)	-13(5)
C(21)	35(5)	86(7)	60(6)	-19(5)	5(4)	1(5)
C(22)	60(6)	64(6)	65(6)	-9(5)	-2(5)	29(5)
C(23)	58(5)	48(5)	57(5)	10(4)	16(4)	15(4)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for *Fe-Au-SC6F5*.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	2887	4553	5454	64
H(3)	1727	5351	7162	88
H(4)	360	7122	6846	91
H(5)	711	7482	4953	68
H(7)	81	4875	1461	53
H(8)	-1493	5875	408	64
H(9)	-1085	8123	828	75
H(10)	863	9394	2375	77
H(11)	2403	8431	3457	66
H(13)	4848	6304	2195	76
H(14)	7245	7629	2643	99
H(15)	8274	8961	4535	99
H(16)	6997	8916	5974	92
H(17)	4634	7606	5566	78

COMPUESTO 2

Table 1. Crystal data and structure refinement for 009MMD08.

Identification code	009mmd08
Empirical formula	C ₄₆ H ₃₀ Au ₂ F ₈ Fe P ₂ S ₂
Formula weight	1310.54
Temperature	298(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Triclinic
Space group	P-1
Unit cell dimensions	a = 8.756(2) Å alpha = 108.044(4) deg. b = 11.272(3) Å beta = 102.713(4) deg. c = 12.047(3) Å gamma = 101.474(3) deg.
Volume	1056.2(5) Å ³
Z	1
Density (calculated)	2.060 Mg/m ³
Absorption coefficient	7.511 mm ⁻¹
F(000)	624
Crystal size	0.15 x 0.06 x 0.05 mm
Theta range for data collection	1.87 to 25.30 deg.
Index ranges	-10<=h<=10, -13<=k<=13, -14<=l<=14
Reflections collected	8736
Independent reflections	3846 [R(int) = 0.0533]
Absorption correction	Analytical
Max. and min. transmission	0.8558 and 0.5661
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3846 / 21 / 287
Goodness-of-fit on F ²	0.906
Final R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0370, wR2 = 0.0715
R indices (all data)	R1 = 0.0463, wR2 = 0.0733
Largest diff. peak and hole	1.260 and -0.817 e.Å ⁻³

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 009MMD08. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Fe(1)	10000	0	0	35(1)
Au(1)	6620(1)	-1043(1)	1852(1)	44(1)
P(1)	7938(2)	979(2)	2055(1)	34(1)
S(1)	5290(2)	-3145(2)	1541(2)	57(1)
F(1)	2250(6)	-5194(5)	659(5)	94(2)
F(3)	2142(7)	-1122(6)	4384(5)	109(2)
F(4)	4744(6)	-1003(4)	3636(4)	81(1)
C(1)	8563(7)	1028(5)	748(5)	33(1)
C(2)	7675(8)	161(6)	-471(6)	41(2)
C(3)	8500(9)	491(7)	-1246(6)	52(2)
C(4)	9869(10)	1530(7)	-566(7)	55(2)
C(5)	9950(8)	1874(6)	700(6)	43(2)
C(6)	6584(7)	2019(6)	2234(5)	35(2)
C(7)	6303(7)	2743(6)	1532(6)	42(2)
C(8)	5270(9)	3510(7)	1721(7)	53(2)
C(9)	4544(9)	3561(7)	2606(7)	58(2)
C(10)	4816(9)	2850(8)	3308(7)	64(2)
C(11)	5842(8)	2065(7)	3126(6)	53(2)
C(12)	9710(7)	1869(6)	3388(5)	38(2)
C(13)	10283(8)	3201(6)	3810(6)	45(2)
C(14)	11604(9)	3866(7)	4838(7)	59(2)
C(15)	12353(9)	3209(9)	5457(6)	63(2)
C(16)	11786(9)	1887(8)	5069(6)	59(2)
C(17)	10457(8)	1208(7)	4021(6)	45(2)
C(18)	3595(8)	-3102(7)	2083(6)	47(2)
C(19)	2242(10)	-4151(7)	1584(8)	65(2)
C(20)	908(10)	-4222(9)	1974(11)	84(3)
F(2)	-430(30)	-5270(30)	1630(60)	109(7)
F(2A)	-340(40)	-5350(20)	1180(50)	98(8)
C(21)	819(11)	-3234(10)	2882(10)	90(3)
C(22)	2135(12)	-2163(9)	3435(8)	73(2)
C(23)	3493(10)	-2107(8)	3045(7)	58(2)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 009MMD08.

Fe (1)-C (5) #1	2.031 (6)
Fe (1)-C (5)	2.031 (6)
Fe (1)-C (1)	2.042 (5)
Fe (1)-C (1) #1	2.042 (5)
Fe (1)-C (2) #1	2.050 (6)
Fe (1)-C (2)	2.050 (6)
Fe (1)-C (3) #1	2.055 (6)
Fe (1)-C (3)	2.055 (6)
Fe (1)-C (4) #1	2.055 (6)
Fe (1)-C (4)	2.055 (6)
Au (1)-P (1)	2.2520 (17)
Au (1)-S (1)	2.2960 (19)
P (1)-C (1)	1.790 (6)
P (1)-C (12)	1.810 (6)
P (1)-C (6)	1.826 (6)
S (1)-C (18)	1.751 (7)
F (1)-C (19)	1.348 (8)
F (3)-C (22)	1.360 (9)
F (4)-C (23)	1.349 (8)
C (1)-C (5)	1.411 (8)
C (1)-C (2)	1.422 (8)
C (2)-C (3)	1.392 (9)
C (3)-C (4)	1.376 (10)
C (4)-C (5)	1.434 (9)
C (6)-C (7)	1.364 (8)
C (6)-C (11)	1.366 (9)
C (7)-C (8)	1.377 (9)
C (8)-C (9)	1.348 (10)
C (9)-C (10)	1.350 (10)
C (10)-C (11)	1.386 (9)
C (12)-C (13)	1.371 (8)
C (12)-C (17)	1.376 (8)
C (13)-C (14)	1.372 (9)
C (14)-C (15)	1.361 (10)
C (15)-C (16)	1.363 (10)
C (16)-C (17)	1.390 (9)
C (18)-C (19)	1.360 (10)
C (18)-C (23)	1.375 (10)
C (19)-C (20)	1.349 (12)
C (20)-C (21)	1.326 (12)
C (20)-F (2)	1.370 (14)
C (20)-F (2A)	1.398 (15)
C (21)-C (22)	1.356 (12)
C (22)-C (23)	1.369 (11)
C (5) #1-Fe (1)-C (5)	180.0 (4)
C (5) #1-Fe (1)-C (1)	139.5 (2)
C (5)-Fe (1)-C (1)	40.5 (2)
C (5) #1-Fe (1)-C (1) #1	40.5 (2)
C (5)-Fe (1)-C (1) #1	139.5 (2)
C (1)-Fe (1)-C (1) #1	180.0 (3)
C (5) #1-Fe (1)-C (2) #1	68.2 (3)
C (5)-Fe (1)-C (2) #1	111.8 (3)
C (1)-Fe (1)-C (2) #1	139.3 (2)

C (1) #1-Fe (1) -C (2) #1	40.7 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (2)	111.8 (3)
C (5) -Fe (1) -C (2)	68.2 (3)
C (1) -Fe (1) -C (2)	40.7 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (2)	139.3 (2)
C (2) #1-Fe (1) -C (2)	180.0
C (5) #1-Fe (1) -C (3) #1	67.7 (3)
C (5) -Fe (1) -C (3) #1	112.3 (3)
C (1) -Fe (1) -C (3) #1	112.6 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (3) #1	67.4 (2)
C (2) #1-Fe (1) -C (3) #1	39.7 (3)
C (2) -Fe (1) -C (3) #1	140.3 (3)
C (5) #1-Fe (1) -C (3)	112.3 (3)
C (5) -Fe (1) -C (3)	67.7 (3)
C (1) -Fe (1) -C (3)	67.4 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (3)	112.6 (2)
C (2) #1-Fe (1) -C (3)	140.3 (3)
C (2) -Fe (1) -C (3)	39.7 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (3)	180.0 (4)
C (5) #1-Fe (1) -C (4) #1	41.1 (3)
C (5) -Fe (1) -C (4) #1	138.9 (3)
C (1) -Fe (1) -C (4) #1	112.2 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (4) #1	67.8 (2)
C (2) #1-Fe (1) -C (4) #1	66.8 (3)
C (2) -Fe (1) -C (4) #1	113.2 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (4) #1	39.1 (3)
C (3) -Fe (1) -C (4) #1	140.9 (3)
C (5) #1-Fe (1) -C (4)	138.9 (3)
C (5) -Fe (1) -C (4)	41.1 (3)
C (1) -Fe (1) -C (4)	67.8 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (4)	112.2 (2)
C (2) #1-Fe (1) -C (4)	113.2 (3)
C (2) -Fe (1) -C (4)	66.8 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (4)	140.9 (3)
C (3) -Fe (1) -C (4)	39.1 (3)
C (4) #1-Fe (1) -C (4)	180.0 (7)
P (1) -Au (1) -S (1)	176.93 (6)
C (1) -P (1) -C (12)	106.9 (3)
C (1) -P (1) -C (6)	106.1 (3)
C (12) -P (1) -C (6)	103.1 (3)
C (1) -P (1) -Au (1)	113.2 (2)
C (12) -P (1) -Au (1)	116.7 (2)
C (6) -P (1) -Au (1)	109.8 (2)
C (18) -S (1) -Au (1)	107.5 (2)
C (5) -C (1) -C (2)	107.7 (6)
C (5) -C (1) -P (1)	128.9 (5)
C (2) -C (1) -P (1)	123.5 (5)
C (5) -C (1) -Fe (1)	69.3 (3)
C (2) -C (1) -Fe (1)	70.0 (3)
P (1) -C (1) -Fe (1)	126.0 (3)
C (3) -C (2) -C (1)	107.8 (6)
C (3) -C (2) -Fe (1)	70.4 (4)
C (1) -C (2) -Fe (1)	69.4 (3)
C (4) -C (3) -C (2)	109.5 (6)
C (4) -C (3) -Fe (1)	70.5 (4)
C (2) -C (3) -Fe (1)	70.0 (4)
C (3) -C (4) -C (5)	108.1 (6)
C (3) -C (4) -Fe (1)	70.4 (4)
C (5) -C (4) -Fe (1)	68.6 (3)

C (1) -C (5) -C (4)	106.9 (6)
C (1) -C (5) -Fe (1)	70.1 (3)
C (4) -C (5) -Fe (1)	70.4 (4)
C (7) -C (6) -C (11)	119.6 (6)
C (7) -C (6) -P (1)	123.1 (5)
C (11) -C (6) -P (1)	117.3 (5)
C (6) -C (7) -C (8)	120.0 (7)
C (9) -C (8) -C (7)	120.5 (7)
C (8) -C (9) -C (10)	120.1 (7)
C (9) -C (10) -C (11)	120.4 (7)
C (6) -C (11) -C (10)	119.5 (7)
C (13) -C (12) -C (17)	119.1 (6)
C (13) -C (12) -P (1)	121.1 (5)
C (17) -C (12) -P (1)	119.7 (5)
C (12) -C (13) -C (14)	120.5 (7)
C (15) -C (14) -C (13)	120.3 (7)
C (14) -C (15) -C (16)	120.3 (7)
C (15) -C (16) -C (17)	119.6 (7)
C (12) -C (17) -C (16)	120.1 (7)
C (19) -C (18) -C (23)	113.7 (7)
C (19) -C (18) -S (1)	120.0 (6)
C (23) -C (18) -S (1)	126.2 (6)
F (1) -C (19) -C (20)	118.0 (8)
F (1) -C (19) -C (18)	118.0 (7)
C (20) -C (19) -C (18)	124.0 (8)
C (21) -C (20) -C (19)	121.3 (8)
C (21) -C (20) -F (2)	110 (2)
C (19) -C (20) -F (2)	129 (2)
C (21) -C (20) -F (2A)	128 (3)
C (19) -C (20) -F (2A)	110 (3)
C (20) -C (21) -C (22)	117.9 (9)
C (21) -C (22) -F (3)	121.2 (9)
C (21) -C (22) -C (23)	120.5 (9)
F (3) -C (22) -C (23)	118.4 (9)
F (4) -C (23) -C (22)	116.8 (8)
F (4) -C (23) -C (18)	120.5 (7)
C (22) -C (23) -C (18)	122.7 (8)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:
#1 -x+2, -y, -z

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 009MMD08. The anisotropic displacement factor exponent takes the form:
 $-2 \pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Fe (1)	37 (1)	34 (1)	37 (1)	14 (1)	18 (1)	13 (1)
Au (1)	43 (1)	43 (1)	47 (1)	17 (1)	16 (1)	10 (1)
P (1)	31 (1)	36 (1)	35 (1)	11 (1)	12 (1)	9 (1)
S (1)	67 (1)	39 (1)	69 (1)	19 (1)	33 (1)	12 (1)
F (1)	78 (3)	55 (3)	128 (4)	18 (3)	28 (3)	4 (3)
F (3)	127 (5)	115 (5)	119 (5)	46 (4)	83 (4)	58 (4)
F (4)	81 (3)	76 (3)	69 (3)	3 (3)	32 (3)	11 (3)
C (1)	35 (4)	32 (3)	42 (4)	16 (3)	19 (3)	18 (3)
C (2)	39 (4)	45 (4)	39 (4)	12 (3)	11 (3)	21 (3)
C (3)	70 (5)	63 (5)	35 (4)	21 (4)	22 (4)	37 (4)
C (4)	85 (6)	54 (5)	75 (5)	49 (4)	57 (5)	48 (5)
C (5)	43 (4)	26 (4)	62 (5)	15 (3)	25 (4)	11 (3)
C (6)	32 (3)	29 (3)	37 (4)	2 (3)	8 (3)	10 (3)
C (7)	35 (4)	42 (4)	47 (4)	13 (3)	15 (3)	10 (3)
C (8)	54 (5)	44 (4)	61 (5)	18 (4)	13 (4)	22 (4)
C (9)	41 (4)	51 (5)	68 (5)	2 (4)	12 (4)	22 (4)
C (10)	52 (5)	82 (6)	58 (5)	14 (5)	30 (4)	24 (4)
C (11)	56 (5)	64 (5)	50 (4)	22 (4)	29 (4)	23 (4)
C (12)	30 (4)	54 (4)	33 (4)	14 (3)	15 (3)	16 (3)
C (13)	41 (4)	40 (4)	44 (4)	6 (3)	5 (3)	11 (3)
C (14)	56 (5)	52 (5)	54 (5)	4 (4)	13 (4)	15 (4)
C (15)	34 (4)	93 (7)	32 (4)	-2 (4)	1 (3)	7 (4)
C (16)	46 (5)	93 (7)	42 (4)	30 (4)	8 (4)	27 (5)
C (17)	40 (4)	52 (4)	39 (4)	12 (3)	14 (3)	9 (3)
C (18)	48 (4)	48 (4)	52 (4)	25 (4)	21 (4)	12 (4)
C (19)	68 (6)	40 (5)	87 (6)	22 (4)	23 (5)	20 (4)
C (20)	56 (5)	55 (5)	153 (9)	49 (6)	39 (5)	15 (3)
F (2)	74 (7)	86 (7)	171 (16)	44 (9)	68 (9)	0 (5)
F (2A)	62 (8)	64 (7)	176 (16)	53 (9)	50 (10)	8 (5)
C (21)	65 (6)	90 (8)	159 (10)	77 (7)	63 (7)	33 (6)
C (22)	96 (7)	68 (6)	85 (7)	39 (5)	53 (6)	41 (6)
C (23)	63 (5)	60 (5)	63 (5)	34 (4)	22 (5)	19 (4)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 009MMD08.

	x	y	z	U (eq)
H(2)	6715	-507	-708	49
H(3)	8176	74	-2093	62
H(4)	10613	1937	-874	66
H(5)	10762	2530	1363	51
H(7)	6808	2720	925	50
H(8)	5072	3996	1235	64
H(9)	3855	4087	2732	69
H(10)	4312	2887	3916	77
H(11)	6023	1572	3609	64
H(13)	9773	3657	3396	54
H(14)	11990	4769	5113	71
H(15)	13255	3665	6148	75
H(16)	12285	1441	5503	70
H(17)	10073	305	3748	54
H(21)	-116	-3274	3131	108

Compuesto 3A

Table 1. Crystal data and structure refinement for 025MMD08.

Identification code	025MMD08
Empirical formula	C ₄₆ H ₃₄ Au ₂ F ₄ Fe P ₂ S ₂
Formula weight	1238.57
Temperature	298(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Monoclinic
Space group	P 2 ₁
Unit cell dimensions	a = 8.7638(4) Å alpha = 90 deg. b = 25.5616(13) Å beta = 111.2100(10) deg. c = 10.1662(5) Å gamma = 90 deg.
Volume	2123.13(18) Å ³
Z	2
Density (calculated)	1.937 Mg/m ³
Absorption coefficient	7.454 mm ⁻¹
F(000)	1184
Crystal size	0.412 x 0.122 x 0.068 mm
Theta range for data collection	1.59 to 25.38 deg.
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -30 ≤ k ≤ 30, -12 ≤ l ≤ 12
Reflections collected	23291
Independent reflections	7755 [R(int) = 0.0381]
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Max. and min. transmission	0.6003 and 0.3507
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	7755 / 1 / 515
Goodness-of-fit on F ²	0.997
Final R indices [I > 2σ(I)]	R ₁ = 0.0380, wR ₂ = 0.0752
R indices (all data)	R ₁ = 0.0473, wR ₂ = 0.0784
Absolute structure parameter	0.440(8)
Largest diff. peak and hole	1.358 and -0.463 e.Å ⁻³

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 025MMD08. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Au (1)	-2223 (1)	1330 (1)	5396 (1)	56 (1)
Au (2)	7542 (1)	6 (1)	9919 (1)	55 (1)
Fe (1)	2608 (1)	660 (1)	7675 (1)	38 (1)
P (1)	-394 (3)	1520 (1)	7540 (2)	43 (1)
P (2)	5647 (2)	-197 (1)	7796 (2)	43 (1)
S (1)	-4293 (4)	1160 (1)	3274 (3)	71 (1)
S (2)	9654 (3)	169 (1)	12019 (3)	68 (1)
F (1)	-3574 (8)	2314 (3)	3683 (11)	124 (3)
F (2)	-8898 (11)	2883 (5)	2741 (14)	192 (6)
F (3)	8747 (9)	-971 (3)	11665 (11)	129 (3)
F (4)	13982 (10)	-1672 (4)	12867 (12)	135 (3)
C (1)	1003 (9)	1023 (3)	8401 (8)	40 (2)
C (2)	614 (12)	482 (4)	8157 (10)	50 (2)
C (3)	1968 (12)	175 (4)	9002 (10)	55 (3)
C (4)	3184 (11)	533 (4)	9804 (9)	56 (3)
C (5)	2620 (9)	1043 (4)	9444 (8)	45 (2)
C (6)	4235 (9)	318 (3)	6956 (9)	41 (2)
C (7)	2627 (10)	278 (4)	5918 (8)	48 (2)
C (8)	2013 (11)	780 (4)	5566 (9)	60 (3)
C (9)	3288 (12)	1145 (4)	6364 (10)	54 (3)
C (10)	4614 (10)	868 (4)	7211 (10)	45 (2)
C (11)	-5677 (13)	1685 (4)	3156 (10)	61 (3)
C (12)	-5179 (14)	2179 (5)	3343 (12)	71 (3)
C (13)	-6237 (16)	2606 (5)	3190 (15)	98 (4)
C (14)	-7814 (19)	2483 (7)	2952 (17)	126 (7)
C (15)	-8372 (15)	1984 (7)	2710 (15)	111 (5)
C (16)	-7303 (13)	1584 (6)	2854 (11)	92 (5)
C (17)	781 (11)	2108 (4)	7648 (11)	51 (3)
C (18)	893 (13)	2326 (5)	6394 (13)	78 (4)
C (19)	1873 (18)	2797 (6)	6600 (20)	99 (5)
C (20)	2617 (16)	3017 (5)	7796 (19)	90 (5)
C (21)	2531 (14)	2819 (5)	8986 (19)	91 (4)
C (22)	1648 (13)	2363 (4)	8952 (15)	71 (3)
C (23)	-1500 (9)	1668 (4)	8680 (9)	43 (2)
C (24)	-2634 (12)	2073 (4)	8282 (13)	66 (3)
C (25)	-3577 (13)	2188 (5)	9103 (14)	75 (3)
C (26)	-3415 (13)	1894 (5)	10260 (14)	74 (3)
C (27)	-2334 (11)	1490 (5)	10629 (12)	66 (4)
C (28)	-1355 (10)	1380 (5)	9856 (9)	53 (2)
C (29)	10915 (11)	-383 (5)	12181 (10)	54 (3)
C (30)	10378 (13)	-905 (5)	12023 (14)	80 (4)
C (31)	11327 (15)	-1330 (6)	12225 (13)	89 (4)
C (32)	13032 (13)	-1248 (6)	12627 (13)	83 (4)
C (33)	13621 (13)	-764 (5)	12763 (13)	82 (3)
C (34)	12601 (13)	-325 (5)	12570 (11)	68 (3)
C (35)	4422 (11)	-782 (4)	7768 (10)	44 (2)
C (36)	4448 (11)	-967 (4)	9006 (11)	58 (3)
C (37)	3530 (15)	-1414 (4)	9053 (14)	77 (3)
C (38)	2716 (14)	-1650 (5)	7872 (18)	93 (5)

C (39)	2737 (13)	-1472 (4)	6544 (14)	67 (3)
C (40)	3609 (12)	-1023 (4)	6563 (12)	57 (3)
C (41)	6699 (9)	-350 (4)	6593 (10)	46 (2)
C (42)	7794 (13)	-775 (5)	6888 (15)	78 (4)
C (43)	8716 (14)	-864 (5)	6091 (18)	99 (5)
C (44)	8576 (14)	-550 (6)	4966 (15)	86 (4)
C (45)	7516 (12)	-133 (5)	4654 (12)	68 (3)
C (46)	6590 (10)	-39 (5)	5483 (9)	52 (2)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 025MMD08.

Au (1) -P (1)	2.243 (2)
Au (1) -S (1)	2.302 (3)
Au (2) -P (2)	2.256 (2)
Au (2) -S (2)	2.301 (2)
Fe (1) -C (6)	2.021 (8)
Fe (1) -C (2)	2.030 (9)
Fe (1) -C (1)	2.034 (9)
Fe (1) -C (8)	2.038 (9)
Fe (1) -C (7)	2.041 (8)
Fe (1) -C (5)	2.045 (9)
Fe (1) -C (10)	2.049 (8)
Fe (1) -C (3)	2.054 (10)
Fe (1) -C (9)	2.061 (9)
Fe (1) -C (4)	2.063 (9)
P (1) -C (1)	1.762 (8)
P (1) -C (23)	1.800 (9)
P (1) -C (17)	1.803 (10)
P (2) -C (6)	1.797 (9)
P (2) -C (41)	1.821 (10)
P (2) -C (35)	1.836 (10)
S (1) -C (11)	1.783 (11)
S (2) -C (29)	1.763 (11)
F (1) -C (12)	1.365 (13)
F (2) -C (14)	1.360 (15)
F (3) -C (30)	1.351 (13)
F (4) -C (32)	1.335 (16)
C (1) -C (2)	1.423 (12)
C (1) -C (5)	1.431 (10)
C (2) -C (3)	1.423 (13)
C (3) -C (4)	1.417 (14)
C (4) -C (5)	1.395 (13)
C (6) -C (7)	1.427 (11)
C (6) -C (10)	1.446 (12)
C (7) -C (8)	1.389 (13)
C (8) -C (9)	1.457 (14)
C (9) -C (10)	1.367 (13)
C (11) -C (12)	1.328 (14)
C (11) -C (16)	1.369 (14)
C (12) -C (13)	1.403 (16)
C (13) -C (14)	1.35 (2)
C (14) -C (15)	1.35 (2)
C (15) -C (16)	1.358 (19)
C (17) -C (22)	1.425 (15)

C (17) -C (18)	1.427 (15)
C (18) -C (19)	1.449 (18)
C (19) -C (20)	1.28 (2)
C (20) -C (21)	1.34 (2)
C (21) -C (22)	1.393 (16)
C (23) -C (28)	1.371 (13)
C (23) -C (24)	1.390 (13)
C (24) -C (25)	1.402 (15)
C (25) -C (26)	1.359 (16)
C (26) -C (27)	1.359 (16)
C (27) -C (28)	1.386 (12)
C (29) -C (34)	1.393 (13)
C (29) -C (30)	1.404 (16)
C (30) -C (31)	1.338 (18)
C (31) -C (32)	1.415 (16)
C (32) -C (33)	1.328 (17)
C (33) -C (34)	1.403 (17)
C (35) -C (40)	1.325 (13)
C (35) -C (36)	1.336 (13)
C (36) -C (37)	1.408 (15)
C (37) -C (38)	1.302 (18)
C (38) -C (39)	1.431 (18)
C (39) -C (40)	1.375 (14)
C (41) -C (46)	1.356 (13)
C (41) -C (42)	1.408 (14)
C (42) -C (43)	1.355 (16)
C (43) -C (44)	1.366 (19)
C (44) -C (45)	1.373 (17)
C (45) -C (46)	1.386 (13)

P (1) -Au (1) -S (1)	174.52 (10)
P (2) -Au (2) -S (2)	174.49 (10)
C (6) -Fe (1) -C (2)	140.6 (4)
C (6) -Fe (1) -C (1)	178.4 (4)
C (2) -Fe (1) -C (1)	41.0 (3)
C (6) -Fe (1) -C (8)	68.3 (3)
C (2) -Fe (1) -C (8)	111.9 (4)
C (1) -Fe (1) -C (8)	111.4 (3)
C (6) -Fe (1) -C (7)	41.1 (3)
C (2) -Fe (1) -C (7)	112.6 (4)
C (1) -Fe (1) -C (7)	139.6 (3)
C (8) -Fe (1) -C (7)	39.8 (4)
C (6) -Fe (1) -C (5)	138.2 (3)
C (2) -Fe (1) -C (5)	68.0 (4)
C (1) -Fe (1) -C (5)	41.1 (3)
C (8) -Fe (1) -C (5)	140.4 (4)
C (7) -Fe (1) -C (5)	179.3 (4)
C (6) -Fe (1) -C (10)	41.6 (3)
C (2) -Fe (1) -C (10)	177.8 (5)
C (1) -Fe (1) -C (10)	136.8 (4)
C (8) -Fe (1) -C (10)	68.5 (4)
C (7) -Fe (1) -C (10)	69.2 (4)
C (5) -Fe (1) -C (10)	110.2 (4)
C (6) -Fe (1) -C (3)	112.0 (4)
C (2) -Fe (1) -C (3)	40.8 (4)
C (1) -Fe (1) -C (3)	69.3 (4)
C (8) -Fe (1) -C (3)	139.1 (4)
C (7) -Fe (1) -C (3)	112.2 (4)
C (5) -Fe (1) -C (3)	68.0 (4)

C (10) -Fe (1) -C (3)	140.3 (4)
C (6) -Fe (1) -C (9)	67.6 (4)
C (2) -Fe (1) -C (9)	140.0 (4)
C (1) -Fe (1) -C (9)	111.1 (4)
C (8) -Fe (1) -C (9)	41.6 (4)
C (7) -Fe (1) -C (9)	68.1 (4)
C (5) -Fe (1) -C (9)	111.7 (4)
C (10) -Fe (1) -C (9)	38.9 (4)
C (3) -Fe (1) -C (9)	179.1 (4)
C (6) -Fe (1) -C (4)	112.0 (3)
C (2) -Fe (1) -C (4)	67.5 (4)
C (1) -Fe (1) -C (4)	68.2 (3)
C (8) -Fe (1) -C (4)	179.3 (5)
C (7) -Fe (1) -C (4)	140.1 (4)
C (5) -Fe (1) -C (4)	39.7 (4)
C (10) -Fe (1) -C (4)	112.2 (4)
C (3) -Fe (1) -C (4)	40.3 (4)
C (9) -Fe (1) -C (4)	139.0 (4)
C (1) -P (1) -C (23)	105.7 (4)
C (1) -P (1) -C (17)	107.0 (4)
C (23) -P (1) -C (17)	102.4 (4)
C (1) -P (1) -Au (1)	116.8 (3)
C (23) -P (1) -Au (1)	108.0 (3)
C (17) -P (1) -Au (1)	115.6 (3)
C (6) -P (2) -C (41)	105.5 (4)
C (6) -P (2) -C (35)	107.0 (4)
C (41) -P (2) -C (35)	104.5 (4)
C (6) -P (2) -Au (2)	115.4 (3)
C (41) -P (2) -Au (2)	108.4 (3)
C (35) -P (2) -Au (2)	115.2 (3)
C (11) -S (1) -Au (1)	102.0 (3)
C (29) -S (2) -Au (2)	102.0 (3)
C (2) -C (1) -C (5)	105.9 (8)
C (2) -C (1) -P (1)	122.3 (6)
C (5) -C (1) -P (1)	131.8 (7)
C (2) -C (1) -Fe (1)	69.3 (5)
C (5) -C (1) -Fe (1)	69.9 (5)
P (1) -C (1) -Fe (1)	126.6 (5)
C (3) -C (2) -C (1)	109.6 (8)
C (3) -C (2) -Fe (1)	70.5 (5)
C (1) -C (2) -Fe (1)	69.7 (5)
C (4) -C (3) -C (2)	106.3 (9)
C (4) -C (3) -Fe (1)	70.2 (6)
C (2) -C (3) -Fe (1)	68.7 (5)
C (5) -C (4) -C (3)	109.3 (8)
C (5) -C (4) -Fe (1)	69.5 (5)
C (3) -C (4) -Fe (1)	69.5 (5)
C (4) -C (5) -C (1)	108.8 (8)
C (4) -C (5) -Fe (1)	70.9 (5)
C (1) -C (5) -Fe (1)	69.0 (5)
C (7) -C (6) -C (10)	107.7 (8)
C (7) -C (6) -P (2)	128.6 (7)
C (10) -C (6) -P (2)	123.6 (6)
C (7) -C (6) -Fe (1)	70.2 (5)
C (10) -C (6) -Fe (1)	70.2 (5)
P (2) -C (6) -Fe (1)	126.8 (5)
C (8) -C (7) -C (6)	108.1 (8)
C (8) -C (7) -Fe (1)	70.0 (5)
C (6) -C (7) -Fe (1)	68.7 (5)

C (7) -C (8) -C (9)	107.6 (8)
C (7) -C (8) -Fe (1)	70.2 (5)
C (9) -C (8) -Fe (1)	70.0 (5)
C (10) -C (9) -C (8)	108.9 (9)
C (10) -C (9) -Fe (1)	70.1 (5)
C (8) -C (9) -Fe (1)	68.3 (5)
C (9) -C (10) -C (6)	107.6 (8)
C (9) -C (10) -Fe (1)	71.0 (5)
C (6) -C (10) -Fe (1)	68.1 (5)
C (12) -C (11) -C (16)	118.2 (12)
C (12) -C (11) -S (1)	121.7 (9)
C (16) -C (11) -S (1)	120.1 (10)
C (11) -C (12) -F (1)	122.1 (11)
C (11) -C (12) -C (13)	123.7 (12)
F (1) -C (12) -C (13)	114.3 (11)
C (14) -C (13) -C (12)	115.4 (13)
C (13) -C (14) -C (15)	122.1 (13)
C (13) -C (14) -F (2)	117.6 (17)
C (15) -C (14) -F (2)	119.5 (16)
C (14) -C (15) -C (16)	119.9 (13)
C (15) -C (16) -C (11)	120.3 (14)
C (22) -C (17) -C (18)	117.8 (10)
C (22) -C (17) -P (1)	122.6 (8)
C (18) -C (17) -P (1)	119.6 (9)
C (17) -C (18) -C (19)	115.2 (12)
C (20) -C (19) -C (18)	124.7 (15)
C (19) -C (20) -C (21)	121.2 (14)
C (20) -C (21) -C (22)	120.4 (15)
C (21) -C (22) -C (17)	120.7 (13)
C (28) -C (23) -C (24)	119.0 (9)
C (28) -C (23) -P (1)	123.2 (7)
C (24) -C (23) -P (1)	117.6 (8)
C (23) -C (24) -C (25)	119.7 (10)
C (26) -C (25) -C (24)	120.0 (10)
C (27) -C (26) -C (25)	120.2 (10)
C (26) -C (27) -C (28)	120.7 (12)
C (23) -C (28) -C (27)	120.3 (10)
C (34) -C (29) -C (30)	114.2 (10)
C (34) -C (29) -S (2)	120.4 (9)
C (30) -C (29) -S (2)	125.2 (8)
C (31) -C (30) -F (3)	118.6 (11)
C (31) -C (30) -C (29)	126.1 (10)
F (3) -C (30) -C (29)	115.3 (11)
C (30) -C (31) -C (32)	117.2 (13)
C (33) -C (32) -F (4)	123.0 (10)
C (33) -C (32) -C (31)	119.9 (13)
F (4) -C (32) -C (31)	117.2 (13)
C (32) -C (33) -C (34)	121.7 (10)
C (29) -C (34) -C (33)	120.8 (11)
C (40) -C (35) -C (36)	121.8 (10)
C (40) -C (35) -P (2)	120.6 (8)
C (36) -C (35) -P (2)	117.5 (7)
C (35) -C (36) -C (37)	120.2 (11)
C (38) -C (37) -C (36)	118.3 (12)
C (37) -C (38) -C (39)	122.2 (12)
C (40) -C (39) -C (38)	116.6 (11)
C (35) -C (40) -C (39)	120.7 (11)
C (46) -C (41) -C (42)	117.9 (9)
C (46) -C (41) -P (2)	122.2 (7)

C(42)-C(41)-P(2)	119.6(8)
C(43)-C(42)-C(41)	120.7(12)
C(42)-C(43)-C(44)	120.6(12)
C(43)-C(44)-C(45)	119.9(12)
C(44)-C(45)-C(46)	119.4(12)
C(41)-C(46)-C(45)	121.6(10)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 025MMD08. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2 \pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Au(1)	53(1)	59(1)	55(1)	0(1)	17(1)	5(1)
Au(2)	48(1)	59(1)	53(1)	-1(1)	14(1)	0(1)
Fe(1)	34(1)	39(1)	43(1)	-3(1)	17(1)	3(1)
P(1)	39(1)	38(1)	54(1)	1(1)	21(1)	4(1)
P(2)	36(1)	47(2)	49(1)	-3(1)	18(1)	2(1)
S(1)	80(2)	67(2)	53(1)	-5(1)	7(1)	-1(1)
S(2)	71(2)	65(2)	54(1)	0(1)	4(1)	-6(1)
F(1)	66(4)	71(5)	220(9)	38(5)	33(5)	-7(4)
F(2)	99(6)	181(11)	247(13)	-84(10)	6(7)	49(7)
F(3)	80(5)	88(6)	195(9)	14(6)	21(5)	-16(4)
F(4)	88(5)	101(6)	211(10)	-33(6)	47(6)	28(4)
C(1)	40(4)	33(5)	49(5)	-7(4)	20(4)	-1(4)
C(2)	56(5)	48(6)	59(6)	-9(5)	38(5)	0(4)
C(3)	74(6)	53(7)	51(5)	9(4)	38(5)	16(5)
C(4)	51(5)	81(8)	37(5)	4(5)	16(4)	25(5)
C(5)	41(4)	57(6)	39(5)	-7(4)	15(4)	6(4)
C(6)	38(4)	45(5)	48(5)	-4(4)	26(4)	1(4)
C(7)	49(5)	59(6)	36(5)	-10(4)	15(4)	0(4)
C(8)	57(5)	86(8)	40(5)	14(5)	23(5)	29(6)
C(9)	72(6)	46(6)	54(6)	6(4)	34(5)	1(5)
C(10)	40(5)	37(5)	69(6)	3(4)	32(5)	-6(4)
C(11)	79(7)	51(7)	41(5)	-1(4)	6(5)	-4(5)
C(12)	65(7)	51(7)	87(8)	6(6)	16(6)	5(6)
C(13)	80(9)	60(8)	129(11)	-15(7)	9(8)	9(7)
C(14)	96(11)	111(13)	133(13)	-63(10)	-7(9)	54(10)
C(15)	54(7)	147(15)	119(11)	-53(11)	15(7)	-11(9)
C(16)	59(7)	163(15)	49(6)	-16(7)	15(6)	-9(8)
C(17)	44(5)	45(6)	72(7)	7(5)	32(5)	-1(4)
C(18)	64(7)	77(9)	94(8)	10(7)	31(6)	27(6)
C(19)	103(11)	65(10)	167(15)	49(9)	94(11)	17(8)
C(20)	75(8)	42(7)	189(17)	-13(9)	91(11)	-5(6)
C(21)	69(7)	61(8)	159(14)	-23(8)	59(9)	-11(6)
C(22)	70(7)	47(6)	121(10)	-17(6)	64(7)	-3(5)
C(23)	23(4)	57(6)	55(5)	-10(4)	21(4)	-3(4)
C(24)	58(6)	44(6)	106(9)	14(6)	43(6)	12(5)
C(25)	65(6)	61(8)	109(9)	-16(7)	42(7)	26(6)
C(26)	67(7)	76(9)	104(9)	-35(7)	60(7)	1(6)

C (27)	57 (6)	84 (12)	75 (6)	-20 (6)	43 (5)	-18 (5)
C (28)	48 (4)	46 (6)	69 (5)	-15 (6)	26 (4)	-1 (5)
C (29)	40 (5)	83 (8)	41 (5)	9 (5)	16 (4)	-2 (5)
C (30)	48 (6)	72 (9)	109 (10)	24 (7)	17 (6)	-20 (6)
C (31)	84 (8)	81 (10)	100 (9)	-6 (7)	28 (7)	-15 (7)
C (32)	53 (6)	98 (10)	93 (8)	-27 (7)	20 (6)	1 (7)
C (33)	61 (6)	90 (9)	100 (9)	-27 (7)	37 (6)	-7 (7)
C (34)	75 (7)	78 (8)	55 (6)	-11 (6)	28 (6)	-21 (6)
C (35)	42 (5)	42 (6)	58 (6)	2 (4)	31 (4)	8 (4)
C (36)	53 (5)	44 (6)	78 (7)	17 (5)	24 (5)	3 (4)
C (37)	85 (8)	51 (7)	100 (9)	28 (6)	40 (7)	5 (6)
C (38)	63 (7)	54 (8)	163 (15)	30 (9)	40 (9)	-1 (6)
C (39)	62 (7)	41 (6)	103 (9)	-21 (6)	36 (7)	-7 (5)
C (40)	63 (6)	35 (6)	79 (7)	-8 (5)	33 (6)	-11 (5)
C (41)	35 (4)	40 (5)	58 (5)	-7 (4)	12 (4)	5 (4)
C (42)	65 (7)	80 (9)	105 (9)	16 (7)	52 (7)	21 (6)
C (43)	64 (7)	72 (9)	184 (15)	2 (10)	74 (9)	20 (7)
C (44)	66 (7)	95 (11)	122 (11)	-35 (9)	63 (8)	-30 (8)
C (45)	63 (6)	66 (10)	82 (7)	-7 (5)	35 (6)	-10 (5)
C (46)	45 (4)	54 (6)	62 (5)	-10 (6)	24 (4)	-9 (5)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 025MMD08.

	x	y	z	U (eq)
H(2)	-419	343	7493	60
H(3)	2035	-207	9039	66
H(4)	4269	437	10477	68
H(5)	3235	1362	9834	54
H(7)	2047	-48	5535	58
H(8)	928	873	4888	72
H(9)	3192	1528	6332	65
H(10)	5636	1016	7872	54
H(13)	-5877	2951	3249	118
H(15)	-9485	1916	2445	133
H(16)	-7678	1241	2747	110
H(18)	373	2177	5509	94
H(19)	1971	2951	5803	119
H(20)	3226	3318	7837	108
H(21)	3064	2987	9841	110
H(22)	1624	2223	9789	85
H(24)	-2767	2267	7473	79
H(25)	-4313	2465	8857	90
H(26)	-4045	1969	10801	89
H(27)	-2250	1286	11409	80
H(28)	-596	1109	10137	63
H(31)	10885	-1665	12106	107
H(33)	14739	-715	12992	98
H(34)	13057	8	12703	82
H(36)	5075	-799	9839	70
H(37)	3507	-1537	9906	92
H(38)	2099	-1944	7892	112
H(39)	2190	-1651	5710	80
H(40)	3628	-887	5721	68
H(42)	7885	-996	7638	93
H(43)	9451	-1142	6312	119
H(44)	9197	-619	4413	104
H(45)	7420	83	3893	81
H(46)	5878	245	5272	62

COMPUESTO 3B

Table 1. Crystal data and structure refinement for 288MMD11.

Identification code	288mmd11	
Empirical formula	C ₄₆ H ₃₄ Au ₂ F ₄ Fe P ₂ S ₂	
Formula weight	1238.57	
Temperature	298(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	C 2/c	
Unit cell dimensions	a = 23.8214(19) Å b = 12.8212(10) Å c = 13.8659(11) Å	alpha = 90 deg. beta = 105.2490(10) deg. gamma = 90 deg.
Volume	4085.8(6) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	2.014 Mg/m ³	
Absorption coefficient	7.747 mm ⁻¹	
F(000)	2368	
Crystal size	0.42 x 0.16 x 0.10 mm	
Theta range for data collection	1.82 to 25.37 deg.	
Index ranges	-28<=h<=28, -15<=k<=15, -16<=l<=16	
Reflections collected	16533	
Independent reflections	3738 [R(int) = 0.0629]	
Absorption correction	Analytical	
Max. and min. transmission	0.5583 and 0.1382	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	3738 / 0 / 258	
Goodness-of-fit on F ²	0.978	
Final R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0352, wR2 = 0.0765	
R indices (all data)	R1 = 0.0496, wR2 = 0.0801	
Largest diff. peak and hole	0.927 and -0.518 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 288MMD11. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Au (1)	3650 (1)	6296 (1)	929 (1)	51 (1)
Fe	5000	4168 (1)	2500	35 (1)
S (1)	3627 (1)	7821 (2)	68 (2)	72 (1)
P (1)	3558 (1)	4730 (1)	1632 (1)	34 (1)
C (1)	2950 (2)	4707 (5)	2193 (4)	37 (1)
C (2)	2490 (3)	5379 (5)	1828 (5)	48 (2)
C (3)	2017 (3)	5371 (6)	2231 (7)	67 (2)
C (4)	1990 (3)	4687 (7)	2971 (6)	68 (2)
C (5)	2453 (3)	4006 (6)	3339 (5)	62 (2)
C (6)	2934 (3)	4018 (5)	2960 (5)	50 (2)
C (7)	3433 (2)	3672 (4)	722 (4)	32 (1)
C (8)	3521 (3)	3842 (5)	-204 (5)	45 (2)
C (9)	3444 (3)	3072 (6)	-906 (5)	53 (2)
C (10)	3272 (3)	2090 (6)	-671 (5)	58 (2)
C (11)	3176 (3)	1909 (5)	259 (5)	50 (2)
C (12)	3258 (3)	2695 (5)	938 (5)	46 (2)
C (13)	4171 (2)	4359 (5)	2624 (4)	36 (1)
C (14)	4391 (3)	3348 (6)	2957 (5)	52 (2)
C (15)	4892 (3)	3497 (7)	3763 (5)	70 (3)
C (16)	4992 (3)	4558 (8)	3920 (5)	59 (2)
C (17)	4565 (3)	5089 (6)	3249 (5)	50 (2)
C (18)	4235 (3)	8603 (6)	626 (6)	61 (2)
C (19)	4784 (4)	8268 (7)	1086 (6)	74 (2)
C (20)	5246 (4)	8942 (9)	1476 (7)	92 (3)
C (21)	5120 (6)	9991 (9)	1362 (9)	102 (3)
C (22)	4594 (5)	10369 (8)	935 (8)	97 (3)
C (23)	4162 (4)	9666 (6)	537 (7)	80 (3)
F (1)	4885 (3)	7258 (4)	1160 (5)	123 (2)
F (2)	5585 (3)	10630 (6)	1793 (5)	148 (3)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 288MMD11.

Au(1)-P(1)	2.2686(16)
Au(1)-S(1)	2.2837(19)
Fe-C(14)	2.025(6)
Fe-C(14) #1	2.025(6)
Fe-C(15) #1	2.027(6)
Fe-C(15)	2.027(6)
Fe-C(17) #1	2.028(6)
Fe-C(17)	2.029(6)
Fe-C(16)	2.037(6)
Fe-C(16) #1	2.037(6)
Fe-C(13) #1	2.042(5)
Fe-C(13)	2.042(5)
S(1)-C(18)	1.765(8)
P(1)-C(13)	1.786(6)
P(1)-C(1)	1.816(6)
P(1)-C(7)	1.823(6)
C(1)-C(2)	1.381(8)
C(1)-C(6)	1.391(8)
C(2)-C(3)	1.384(9)
C(2)-H(2)	0.9300
C(3)-C(4)	1.364(11)
C(3)-H(3)	0.9300
C(4)-C(5)	1.395(10)
C(4)-H(4)	0.9300
C(5)-C(6)	1.380(9)
C(5)-H(5)	0.9300
C(6)-H(6)	0.9300
C(7)-C(8)	1.372(8)
C(7)-C(12)	1.377(8)
C(8)-C(9)	1.366(9)
C(8)-H(8)	0.9300
C(9)-C(10)	1.389(10)
C(9)-H(9)	0.9300
C(10)-C(11)	1.387(9)
C(10)-H(10)	0.9300
C(11)-C(12)	1.358(8)
C(11)-H(11)	0.9300
C(12)-H(12)	0.9300
C(13)-C(14)	1.429(9)
C(13)-C(17)	1.443(8)
C(14)-C(15)	1.418(9)
C(14)-H(14)	0.9300
C(15)-C(16)	1.388(11)
C(15)-H(15)	0.9300
C(16)-C(17)	1.367(10)
C(16)-H(16)	0.9300
C(17)-H(17)	0.9300
C(18)-C(19)	1.365(11)

C (18) -C (23)	1.375 (10)
C (19) -F (1)	1.316 (9)
C (19) -C (20)	1.391 (12)
C (20) -C (21)	1.377 (13)
C (20) -H (20)	0.9300
C (21) -C (22)	1.329 (13)
C (21) -F (2)	1.380 (11)
C (22) -C (23)	1.371 (12)
C (22) -H (22)	0.9300
C (23) -H (23)	0.9300
P (1) -Au (1) -S (1)	172.24 (7)
C (14) -Fe-C (14) #1	117.5 (4)
C (14) -Fe-C (15) #1	108.4 (3)
C (14) #1-Fe-C (15) #1	41.0 (3)
C (14) -Fe-C (15)	41.0 (3)
C (14) #1-Fe-C (15)	108.4 (3)
C (15) #1-Fe-C (15)	129.8 (6)
C (14) -Fe-C (17) #1	165.4 (3)
C (14) #1-Fe-C (17) #1	68.7 (3)
C (15) #1-Fe-C (17) #1	66.8 (3)
C (15) -Fe-C (17) #1	152.5 (3)
C (14) -Fe-C (17)	68.7 (3)
C (14) #1-Fe-C (17)	165.4 (3)
C (15) #1-Fe-C (17)	152.5 (3)
C (15) -Fe-C (17)	66.8 (3)
C (17) #1-Fe-C (17)	108.8 (4)
C (14) -Fe-C (16)	68.6 (3)
C (14) #1-Fe-C (16)	128.3 (3)
C (15) #1-Fe-C (16)	167.2 (4)
C (15) -Fe-C (16)	39.9 (3)
C (17) #1-Fe-C (16)	119.2 (3)
C (17) -Fe-C (16)	39.3 (3)
C (14) -Fe-C (16) #1	128.3 (3)
C (14) #1-Fe-C (16) #1	68.6 (3)
C (15) #1-Fe-C (16) #1	39.9 (3)
C (15) -Fe-C (16) #1	167.2 (4)
C (17) #1-Fe-C (16) #1	39.3 (3)
C (17) -Fe-C (16) #1	119.2 (3)
C (16) -Fe-C (16) #1	151.6 (5)
C (14) -Fe-C (13) #1	151.4 (3)
C (14) #1-Fe-C (13) #1	41.1 (3)
C (15) #1-Fe-C (13) #1	68.5 (3)
C (15) -Fe-C (13) #1	118.0 (3)
C (17) #1-Fe-C (13) #1	41.5 (2)
C (17) -Fe-C (13) #1	127.5 (3)
C (16) -Fe-C (13) #1	107.9 (3)
C (16) #1-Fe-C (13) #1	68.6 (3)
C (14) -Fe-C (13)	41.1 (3)
C (14) #1-Fe-C (13)	151.4 (3)
C (15) #1-Fe-C (13)	118.0 (3)

C (15) -Fe-C (13)	68.5 (3)
C (17) #1-Fe-C (13)	127.5 (3)
C (17) -Fe-C (13)	41.5 (2)
C (16) -Fe-C (13)	68.6 (3)
C (16) #1-Fe-C (13)	107.8 (3)
C (13) #1-Fe-C (13)	166.2 (4)
C (18) -S (1) -Au (1)	110.7 (3)
C (13) -P (1) -C (1)	104.4 (3)
C (13) -P (1) -C (7)	106.7 (3)
C (1) -P (1) -C (7)	106.3 (3)
C (13) -P (1) -Au (1)	114.5 (2)
C (1) -P (1) -Au (1)	112.1 (2)
C (7) -P (1) -Au (1)	112.22 (19)
C (2) -C (1) -C (6)	119.8 (6)
C (2) -C (1) -P (1)	118.6 (5)
C (6) -C (1) -P (1)	121.6 (5)
C (1) -C (2) -C (3)	120.0 (7)
C (1) -C (2) -H (2)	120.0
C (3) -C (2) -H (2)	120.0
C (4) -C (3) -C (2)	120.8 (7)
C (4) -C (3) -H (3)	119.6
C (2) -C (3) -H (3)	119.6
C (3) -C (4) -C (5)	119.3 (7)
C (3) -C (4) -H (4)	120.4
C (5) -C (4) -H (4)	120.4
C (6) -C (5) -C (4)	120.6 (7)
C (6) -C (5) -H (5)	119.7
C (4) -C (5) -H (5)	119.7
C (5) -C (6) -C (1)	119.4 (7)
C (5) -C (6) -H (6)	120.3
C (1) -C (6) -H (6)	120.3
C (8) -C (7) -C (12)	118.5 (6)
C (8) -C (7) -P (1)	119.5 (5)
C (12) -C (7) -P (1)	122.0 (4)
C (9) -C (8) -C (7)	121.9 (6)
C (9) -C (8) -H (8)	119.1
C (7) -C (8) -H (8)	119.1
C (8) -C (9) -C (10)	118.7 (6)
C (8) -C (9) -H (9)	120.6
C (10) -C (9) -H (9)	120.6
C (11) -C (10) -C (9)	120.1 (6)
C (11) -C (10) -H (10)	120.0
C (9) -C (10) -H (10)	120.0
C (12) -C (11) -C (10)	119.4 (6)
C (12) -C (11) -H (11)	120.3
C (10) -C (11) -H (11)	120.3
C (11) -C (12) -C (7)	121.4 (6)
C (11) -C (12) -H (12)	119.3
C (7) -C (12) -H (12)	119.3
C (14) -C (13) -C (17)	105.6 (6)
C (14) -C (13) -P (1)	130.2 (5)
C (17) -C (13) -P (1)	124.1 (5)

C (14) -C (13) -Fe	68.8 (3)
C (17) -C (13) -Fe	68.7 (3)
P (1) -C (13) -Fe	125.4 (3)
C (15) -C (14) -C (13)	107.1 (7)
C (15) -C (14) -Fe	69.6 (4)
C (13) -C (14) -Fe	70.1 (3)
C (15) -C (14) -H (14)	126.5
C (13) -C (14) -H (14)	126.5
Fe -C (14) -H (14)	125.4
C (16) -C (15) -C (14)	109.3 (7)
C (16) -C (15) -Fe	70.4 (4)
C (14) -C (15) -Fe	69.4 (4)
C (16) -C (15) -H (15)	125.3
C (14) -C (15) -H (15)	125.3
Fe -C (15) -H (15)	126.4
C (17) -C (16) -C (15)	108.3 (7)
C (17) -C (16) -Fe	70.0 (4)
C (15) -C (16) -Fe	69.7 (4)
C (17) -C (16) -H (16)	125.8
C (15) -C (16) -H (16)	125.8
Fe -C (16) -H (16)	126.0
C (16) -C (17) -C (13)	109.7 (7)
C (16) -C (17) -Fe	70.7 (4)
C (13) -C (17) -Fe	69.7 (3)
C (16) -C (17) -H (17)	125.2
C (13) -C (17) -H (17)	125.2
Fe -C (17) -H (17)	126.0
C (19) -C (18) -C (23)	116.0 (8)
C (19) -C (18) -S (1)	126.9 (7)
C (23) -C (18) -S (1)	117.0 (7)
F (1) -C (19) -C (18)	118.6 (9)
F (1) -C (19) -C (20)	118.2 (9)
C (18) -C (19) -C (20)	123.2 (9)
C (21) -C (20) -C (19)	115.9 (9)
C (21) -C (20) -H (20)	122.1
C (19) -C (20) -H (20)	122.1
C (22) -C (21) -C (20)	123.9 (10)
C (22) -C (21) -F (2)	122.1 (11)
C (20) -C (21) -F (2)	113.9 (11)
C (21) -C (22) -C (23)	117.4 (10)
C (21) -C (22) -H (22)	121.3
C (23) -C (22) -H (22)	121.3
C (22) -C (23) -C (18)	123.4 (10)
C (22) -C (23) -H (23)	118.3
C (18) -C (23) -H (23)	118.3

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

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

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 288MMD11. The anisotropic displacement factor exponent takes the form:
 $-2 \pi^2 [h^2 a^2 U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Au(1)	60(1)	38(1)	54(1)	1(1)	14(1)	0(1)
Fe	30(1)	48(1)	25(1)	0	7(1)	0
S(1)	86(2)	46(1)	75(1)	14(1)	6(1)	-3(1)
P(1)	33(1)	33(1)	37(1)	-1(1)	8(1)	-2(1)
C(1)	32(3)	41(4)	37(4)	-10(3)	9(3)	-6(3)
C(2)	39(4)	47(4)	59(4)	-9(3)	14(3)	3(3)
C(3)	47(5)	63(5)	89(6)	-19(5)	16(4)	6(4)
C(4)	43(5)	103(7)	63(5)	-30(5)	24(4)	-12(5)
C(5)	63(5)	87(6)	39(4)	-6(4)	20(4)	-25(5)
C(6)	43(4)	65(5)	40(4)	-5(3)	10(3)	-2(3)
C(7)	30(3)	33(3)	29(3)	1(3)	1(2)	1(3)
C(8)	51(4)	41(4)	43(4)	1(3)	10(3)	-6(3)
C(9)	64(5)	59(5)	36(4)	-8(3)	13(3)	-2(4)
C(10)	57(5)	53(5)	59(5)	-21(4)	5(4)	6(4)
C(11)	62(5)	28(4)	62(5)	-4(3)	16(4)	-9(3)
C(12)	46(4)	54(5)	38(4)	-4(3)	11(3)	-2(3)
C(13)	28(3)	48(4)	33(3)	-2(3)	11(3)	0(3)
C(14)	38(4)	60(5)	54(4)	21(4)	10(3)	-7(3)
C(15)	48(5)	117(8)	44(4)	44(5)	12(4)	8(5)
C(16)	44(4)	116(7)	18(3)	-8(4)	9(3)	0(5)
C(17)	36(4)	68(5)	49(4)	-25(4)	17(3)	-4(3)
C(18)	65(5)	65(6)	59(5)	3(4)	26(4)	10(4)
C(19)	87(7)	62(6)	78(6)	12(5)	32(5)	20(5)
C(20)	58(6)	130(10)	84(7)	3(6)	12(5)	-13(6)
C(21)	108(9)	73(7)	135(10)	8(7)	50(8)	-35(7)
C(22)	93(8)	75(7)	128(9)	18(6)	35(7)	4(6)
C(23)	85(6)	51(5)	118(8)	-3(5)	49(6)	-15(5)
F(1)	118(5)	74(4)	164(6)	19(4)	14(4)	21(3)
F(2)	126(5)	140(6)	177(6)	-6(5)	36(5)	-65(5)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 288MMD11.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	2498	5836	1311	57
H(3)	1713	5838	1994	80
H(4)	1666	4675	3227	81
H(5)	2438	3539	3845	74
H(6)	3244	3569	3215	60
H(8)	3637	4500	-357	54
H(9)	3505	3202	-1531	64
H(10)	3221	1553	-1138	70
H(11)	3056	1255	416	60
H(12)	3196	2571	1562	55
H(14)	4234	2712	2696	62
H(15)	5118	2968	4129	84
H(16)	5298	4856	4400	71
H(17)	4533	5811	3203	60
H(20)	5616	8700	1794	110
H(22)	4522	11082	906	117
H(23)	3799	9921	189	96

COMPUESTO 4

Table 1. Crystal data and structure refinement for 211MMD08.

Identification code	211mmd08
Empirical formula	C ₄₆ H ₃₄ Au ₂ F ₄ Fe P ₂ S ₂
Formula weight	1238.57
Temperature	298(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Monoclinic
Space group	P 2 ₁ /c
Unit cell dimensions	a = 10.4748(9) Å alpha = 90 deg. b = 23.198(2) Å beta = 102.395(1) deg. c = 8.8395(7) Å gamma = 90 deg.
Volume	2097.9(3) Å ³
Z	2
Density (calculated)	1.961 Mg/m ³
Absorption coefficient	7.544 mm ⁻¹
F(000)	1184
Crystal size	0.42 x 0.18 x 0.10 mm
Theta range for data collection	1.76 to 25.39 deg.
Index ranges	-12 ≤ h ≤ 12, -27 ≤ k ≤ 27, -10 ≤ l ≤ 10
Reflections collected	17023
Independent reflections	3867 [R(int) = 0.0713]
Absorption correction	Empirical
Max. and min. transmission	0.5174 and 0.1082
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3867 / 21 / 269
Goodness-of-fit on F ²	1.150
Final R indices [I > 2σ(I)]	R ₁ = 0.0466, wR ₂ = 0.1115
R indices (all data)	R ₁ = 0.0603, wR ₂ = 0.1154
Largest diff. peak and hole	1.362 and -0.788 e.Å ⁻³

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 211MMD08. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Au (1)	4850 (1)	1717 (1)	8061 (1)	45 (1)
Fe (1)	5000	0	10000	44 (1)
S (1)	3143 (2)	2128 (1)	6241 (3)	38 (1)
P (1)	6526 (2)	1290 (1)	9702 (3)	36 (1)
F (2)	584 (9)	253 (4)	2333 (12)	132 (4)
C (1)	6414 (8)	521 (4)	9489 (10)	39 (2)
C (2)	5690 (10)	246 (4)	8086 (11)	51 (2)
C (3)	5811 (11)	-347 (5)	8287 (15)	65 (3)
C (4)	6612 (11)	-455 (4)	9730 (16)	65 (3)
C (5)	6979 (9)	74 (4)	10505 (13)	52 (3)
C (6)	8091 (8)	1462 (4)	9289 (11)	41 (2)
C (7)	8562 (11)	2018 (5)	9577 (17)	80 (4)
C (8)	9724 (13)	2184 (6)	9170 (20)	109 (6)
C (9)	10431 (12)	1788 (6)	8549 (17)	85 (4)
C (10)	10007 (10)	1237 (6)	8316 (13)	69 (3)
C (11)	8822 (9)	1066 (5)	8687 (11)	52 (3)
C (12)	6681 (9)	1443 (4)	11747 (10)	41 (2)
C (13)	5632 (10)	1704 (4)	12193 (12)	52 (2)
C (14)	5683 (13)	1800 (5)	13803 (14)	65 (3)
C (15)	6762 (15)	1618 (5)	14824 (14)	77 (4)
C (16)	7797 (13)	1369 (6)	14365 (13)	76 (4)
C (17)	7759 (11)	1279 (5)	12822 (12)	59 (3)
C (18)	2490 (11)	1541 (5)	5117 (14)	64 (3)
C (19)	2386 (13)	975 (6)	5691 (16)	81 (4)
C (20)	1765 (16)	560 (6)	4749 (19)	93 (4)
F (1)	1560 (20)	44 (6)	5440 (20)	107 (6)
F (1A)	2160 (50)	-7 (9)	4860 (60)	108 (8)
C (21)	1205 (13)	680 (6)	3170 (20)	90 (5)
C (22)	1313 (12)	1190 (7)	2625 (15)	77 (4)
C (23)	1931 (13)	1620 (6)	3554 (14)	74 (3)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 211MMD08.

Au(1)-P(1)	2.253(2)
Au(1)-S(1)	2.336(2)
Fe(1)-C(5)	2.032(10)
Fe(1)-C(5)#1	2.032(10)
Fe(1)-C(1)#1	2.036(8)
Fe(1)-C(1)	2.036(8)
Fe(1)-C(4)	2.049(10)
Fe(1)-C(4)#1	2.049(10)
Fe(1)-C(3)	2.053(10)
Fe(1)-C(3)#1	2.053(10)
Fe(1)-C(2)	2.058(9)
Fe(1)-C(2)#1	2.058(9)
S(1)-C(18)	1.736(12)
P(1)-C(1)	1.796(9)
P(1)-C(6)	1.799(9)
P(1)-C(12)	1.815(9)
F(2)-C(21)	1.321(15)
C(1)-C(5)	1.416(12)
C(1)-C(2)	1.454(13)
C(2)-C(3)	1.390(15)
C(3)-C(4)	1.391(16)
C(4)-C(5)	1.419(14)
C(6)-C(11)	1.373(13)
C(6)-C(7)	1.386(14)
C(7)-C(8)	1.396(16)
C(8)-C(9)	1.366(19)
C(9)-C(10)	1.355(17)
C(10)-C(11)	1.408(13)
C(12)-C(17)	1.365(13)
C(12)-C(13)	1.384(13)
C(13)-C(14)	1.429(15)
C(14)-C(15)	1.354(18)
C(15)-C(16)	1.364(17)
C(16)-C(17)	1.371(15)
C(18)-C(23)	1.392(16)
C(18)-C(19)	1.421(16)
C(19)-C(20)	1.345(17)
C(20)-F(1A)	1.379(17)
C(20)-F(1)	1.380(16)
C(20)-C(21)	1.42(2)
C(21)-C(22)	1.293(18)
C(22)-C(23)	1.363(17)
P(1)-Au(1)-S(1)	176.60(8)
C(5)-Fe(1)-C(5)#1	180.000(1)
C(5)-Fe(1)-C(1)#1	139.3(4)
C(5)#1-Fe(1)-C(1)#1	40.7(4)
C(5)-Fe(1)-C(1)	40.7(4)
C(5)#1-Fe(1)-C(1)	139.3(4)
C(1)#1-Fe(1)-C(1)	180.000(1)
C(5)-Fe(1)-C(4)	40.7(4)
C(5)#1-Fe(1)-C(4)	139.3(4)
C(1)#1-Fe(1)-C(4)	112.1(4)
C(1)-Fe(1)-C(4)	67.9(4)
C(5)-Fe(1)-C(4)#1	139.3(4)

C (5) #1-Fe (1) -C (4) #1	40.7 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (4) #1	67.9 (4)
C (1) -Fe (1) -C (4) #1	112.1 (4)
C (4) -Fe (1) -C (4) #1	180.000 (2)
C (5) -Fe (1) -C (3)	68.4 (4)
C (5) #1-Fe (1) -C (3)	111.6 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (3)	111.5 (4)
C (1) -Fe (1) -C (3)	68.5 (4)
C (4) -Fe (1) -C (3)	39.6 (5)
C (4) #1-Fe (1) -C (3)	140.4 (5)
C (5) -Fe (1) -C (3) #1	111.6 (4)
C (5) #1-Fe (1) -C (3) #1	68.4 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (3) #1	68.5 (4)
C (1) -Fe (1) -C (3) #1	111.5 (4)
C (4) -Fe (1) -C (3) #1	140.4 (5)
C (4) #1-Fe (1) -C (3) #1	39.6 (5)
C (3) -Fe (1) -C (3) #1	180.000 (2)
C (5) -Fe (1) -C (2)	68.6 (4)
C (5) #1-Fe (1) -C (2)	111.4 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (2)	138.4 (4)
C (1) -Fe (1) -C (2)	41.6 (4)
C (4) -Fe (1) -C (2)	66.6 (4)
C (4) #1-Fe (1) -C (2)	113.4 (4)
C (3) -Fe (1) -C (2)	39.5 (4)
C (3) #1-Fe (1) -C (2)	140.5 (4)
C (5) -Fe (1) -C (2) #1	111.4 (4)
C (5) #1-Fe (1) -C (2) #1	68.6 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (2) #1	41.6 (4)
C (1) -Fe (1) -C (2) #1	138.4 (4)
C (4) -Fe (1) -C (2) #1	113.4 (4)
C (4) #1-Fe (1) -C (2) #1	66.6 (4)
C (3) -Fe (1) -C (2) #1	140.5 (4)
C (3) #1-Fe (1) -C (2) #1	39.5 (4)
C (2) -Fe (1) -C (2) #1	180.000 (2)
C (18) -S (1) -Au (1)	103.0 (4)
C (1) -P (1) -C (6)	103.9 (4)
C (1) -P (1) -C (12)	106.7 (4)
C (6) -P (1) -C (12)	105.6 (4)
C (1) -P (1) -Au (1)	110.2 (3)
C (6) -P (1) -Au (1)	113.0 (3)
C (12) -P (1) -Au (1)	116.5 (3)
C (5) -C (1) -C (2)	106.9 (8)
C (5) -C (1) -P (1)	130.7 (7)
C (2) -C (1) -P (1)	122.4 (7)
C (5) -C (1) -Fe (1)	69.5 (5)
C (2) -C (1) -Fe (1)	70.0 (5)
P (1) -C (1) -Fe (1)	126.9 (5)
C (3) -C (2) -C (1)	108.0 (10)
C (3) -C (2) -Fe (1)	70.0 (6)
C (1) -C (2) -Fe (1)	68.4 (5)
C (2) -C (3) -C (4)	108.4 (10)
C (2) -C (3) -Fe (1)	70.4 (6)
C (4) -C (3) -Fe (1)	70.0 (6)
C (3) -C (4) -C (5)	109.5 (9)
C (3) -C (4) -Fe (1)	70.3 (6)
C (5) -C (4) -Fe (1)	69.0 (6)
C (1) -C (5) -C (4)	107.1 (9)
C (1) -C (5) -Fe (1)	69.8 (5)
C (4) -C (5) -Fe (1)	70.3 (6)

C (11) -C (6) -C (7)	119.2 (9)
C (11) -C (6) -P (1)	122.6 (7)
C (7) -C (6) -P (1)	118.2 (8)
C (6) -C (7) -C (8)	120.3 (12)
C (9) -C (8) -C (7)	119.7 (12)
C (10) -C (9) -C (8)	120.5 (11)
C (9) -C (10) -C (11)	120.4 (11)
C (6) -C (11) -C (10)	119.7 (10)
C (17) -C (12) -C (13)	120.8 (9)
C (17) -C (12) -P (1)	121.5 (8)
C (13) -C (12) -P (1)	117.5 (7)
C (12) -C (13) -C (14)	119.3 (10)
C (15) -C (14) -C (13)	117.6 (11)
C (14) -C (15) -C (16)	122.5 (11)
C (15) -C (16) -C (17)	120.3 (11)
C (12) -C (17) -C (16)	119.5 (11)
C (23) -C (18) -C (19)	115.3 (12)
C (23) -C (18) -S (1)	119.7 (10)
C (19) -C (18) -S (1)	124.8 (10)
C (20) -C (19) -C (18)	120.3 (13)
C (19) -C (20) -F (1A)	123 (2)
C (19) -C (20) -F (1)	116.6 (14)
F (1A) -C (20) -F (1)	38.0 (19)
C (19) -C (20) -C (21)	120.7 (13)
F (1A) -C (20) -C (21)	108 (2)
F (1) -C (20) -C (21)	122.2 (14)
C (22) -C (21) -F (2)	123.2 (16)
C (22) -C (21) -C (20)	119.7 (13)
F (2) -C (21) -C (20)	117.1 (14)
C (21) -C (22) -C (23)	120.8 (13)
C (22) -C (23) -C (18)	123.1 (13)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:
#1 -x+1,-y,-z+2

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 211MMD08. The anisotropic displacement factor exponent takes the form:
 $-2 \pi^2 [h^2 a^*{}^2 U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Au (1)	37 (1)	49 (1)	48 (1)	3 (1)	8 (1)	1 (1)
Fe (1)	38 (1)	36 (1)	63 (1)	3 (1)	21 (1)	-3 (1)
S (1)	32 (1)	43 (1)	37 (1)	2 (1)	2 (1)	8 (1)
P (1)	30 (1)	40 (1)	38 (1)	1 (1)	8 (1)	-3 (1)
F (2)	104 (7)	126 (7)	149 (8)	-55 (7)	-11 (6)	-2 (6)
C (1)	32 (5)	41 (5)	47 (5)	7 (4)	14 (4)	0 (4)
C (2)	52 (6)	62 (7)	45 (6)	2 (5)	26 (5)	2 (5)
C (3)	63 (7)	56 (7)	86 (9)	-33 (6)	41 (7)	-22 (6)
C (4)	60 (7)	35 (6)	113 (10)	1 (6)	47 (7)	3 (5)
C (5)	41 (6)	54 (6)	62 (6)	11 (5)	11 (5)	1 (5)
C (6)	31 (5)	43 (5)	49 (6)	12 (4)	6 (4)	-4 (4)
C (7)	56 (7)	52 (7)	138 (12)	1 (8)	35 (8)	-9 (6)
C (8)	67 (9)	65 (8)	207 (19)	20 (11)	57 (11)	-10 (7)
C (9)	46 (7)	104 (11)	110 (11)	26 (9)	31 (7)	-22 (7)
C (10)	42 (6)	105 (10)	63 (7)	-12 (7)	22 (6)	2 (6)
C (11)	37 (5)	66 (7)	53 (6)	-6 (5)	10 (5)	-7 (5)
C (12)	46 (5)	37 (5)	38 (5)	3 (4)	7 (4)	-8 (4)
C (13)	51 (6)	48 (6)	58 (6)	1 (5)	15 (5)	10 (5)
C (14)	84 (9)	57 (7)	68 (8)	-11 (6)	46 (7)	-6 (6)
C (15)	117 (12)	76 (9)	42 (6)	-5 (6)	25 (7)	-14 (8)
C (16)	81 (9)	93 (9)	48 (7)	-5 (7)	-2 (6)	13 (7)
C (17)	54 (7)	61 (7)	59 (7)	0 (6)	7 (5)	6 (5)
C (18)	61 (7)	71 (7)	65 (7)	1 (6)	21 (6)	10 (6)
C (19)	71 (9)	84 (9)	80 (9)	24 (7)	-3 (7)	0 (7)
C (20)	113 (11)	62 (6)	94 (10)	-14 (6)	-1 (8)	-8 (7)
F (1)	125 (13)	65 (6)	117 (11)	-7 (7)	-4 (9)	-12 (7)
F (1A)	131 (17)	71 (8)	109 (15)	0 (12)	-1 (13)	9 (11)
C (21)	56 (8)	71 (9)	140 (14)	-30 (10)	15 (9)	9 (7)
C (22)	60 (8)	105 (11)	62 (8)	-2 (8)	1 (6)	8 (8)
C (23)	73 (8)	98 (10)	52 (7)	7 (7)	12 (6)	5 (7)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 211MMD08.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	5227	434	7210	61
H(3)	5422	-625	7577	78
H(4)	6868	-819	10125	78
H(5)	7495	119	11495	63
H(7)	8102	2282	10046	96
H(8)	10015	2563	9316	130
H(9)	11209	1898	8286	102
H(10)	10503	969	7908	82
H(11)	8535	687	8525	62
H(13)	4901	1816	11454	62
H(14)	5001	1981	14136	78
H(15)	6800	1664	15877	93
H(16)	8531	1259	15101	92
H(17)	8464	1108	12511	71
H(19)	2748	891	6722	97
H(22)	963	1266	1585	93
H(23)	1982	1983	3122	89

COMPUESTO 6

Table 1. Crystal data and structure refinement for 273MMD11.

Identification code	273MMD11
Empirical formula	C ₄₆ H ₃₆ Au ₂ F ₂ Fe P ₂ S ₂
Formula weight	1202.59
Temperature	298(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Triclinic
Space group	P -1
Unit cell dimensions	a = 8.6032(16) Å alpha = 109.027(3) deg. b = 11.036(2) Å beta = 103.541(3) deg. c = 12.319(2) Å gamma = 100.737(3) deg.
Volume	1030.1(3) Å ³
Z	1
Density (calculated)	1.939 Mg/m ³
Absorption coefficient	7.672 mm ⁻¹
F(000)	576
Crystal size	0.466 x 0.208 x 0.074 mm
Theta range for data collection	1.84 to 25.39 deg.
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -13 ≤ k ≤ 13, -14 ≤ l ≤ 14
Reflections collected	11234
Independent reflections	3791 [R(int) = 0.0269]
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Max. and min. transmission	0.5733 and 0.1186
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3791 / 259 / 323
Goodness-of-fit on F ²	1.043
Final R indices [I > 2σ(I)]	R ₁ = 0.0306, wR ₂ = 0.0721
R indices (all data)	R ₁ = 0.0357, wR ₂ = 0.0743
Largest diff. peak and hole	1.285 and -0.490 e.Å ⁻³

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 273MMD11. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Au (1)	3444 (1)	1131 (1)	3254 (1)	46 (1)
Fe (1)	0	0	5000	39 (1)
P (1)	2052 (1)	-959 (1)	2943 (1)	37 (1)
C (1)	1404 (5)	-1063 (5)	4200 (4)	39 (1)
C (2)	2339 (6)	-232 (5)	5436 (4)	48 (1)
C (3)	1484 (8)	-606 (6)	6170 (5)	60 (2)
C (4)	58 (8)	-1643 (6)	5425 (6)	61 (2)
C (5)	-14 (6)	-1937 (5)	4205 (5)	49 (1)
C (6)	3397 (5)	-2050 (5)	2723 (4)	40 (1)
C (7)	3700 (6)	-2821 (5)	3389 (5)	48 (1)
C (8)	4768 (7)	-3596 (5)	3181 (5)	57 (1)
C (9)	5487 (6)	-3630 (6)	2316 (6)	60 (2)
C (10)	5206 (7)	-2882 (6)	1654 (6)	64 (2)
C (11)	4182 (6)	-2083 (6)	1862 (5)	55 (1)
C (12)	236 (6)	-1813 (5)	1595 (4)	43 (1)
C (13)	-384 (6)	-3185 (5)	1108 (5)	50 (1)
C (14)	-1711 (7)	-3840 (6)	52 (5)	60 (2)
C (15)	-2411 (7)	-3101 (7)	-538 (5)	65 (2)
C (16)	-1795 (7)	-1736 (7)	-65 (5)	64 (2)
C (17)	-466 (6)	-1093 (6)	1007 (4)	49 (1)
S (1)	5067 (13)	3260 (6)	3759 (11)	56 (2)
F (1)	7142 (17)	888 (12)	337 (10)	97 (3)
C (18)	6490 (20)	3100 (20)	2940 (20)	56 (2)
C (19)	6224 (19)	2003 (17)	1902 (17)	58 (2)
C (20)	7416 (18)	1967 (15)	1344 (13)	68 (2)
C (21)	8858 (18)	2973 (16)	1738 (16)	81 (3)
C (22)	9148 (17)	4075 (15)	2767 (16)	82 (3)
C (23)	7951 (15)	4166 (13)	3346 (14)	69 (3)
S (1B)	4718 (14)	3288 (6)	3578 (13)	57 (2)
F (1B)	7861 (17)	1451 (16)	698 (12)	102 (3)
C (18B)	6470 (30)	3250 (30)	3090 (30)	58 (2)
C (19B)	6480 (20)	2270 (20)	2053 (19)	61 (2)
C (20B)	7860 (19)	2432 (17)	1686 (15)	70 (3)
C (21B)	9308 (19)	3435 (17)	2355 (19)	81 (3)
C (22B)	9316 (17)	4423 (15)	3378 (18)	80 (3)
C (23B)	7952 (16)	4304 (14)	3789 (15)	70 (3)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 273MMD11.

Au (1) -P (1)	2.2542 (13)
Au (1) -S (1B)	2.287 (6)
Au (1) -S (1)	2.296 (5)
Fe (1) -C (1) #1	2.034 (5)
Fe (1) -C (1)	2.034 (4)
Fe (1) -C (5)	2.037 (5)
Fe (1) -C (5) #1	2.037 (5)
Fe (1) -C (2)	2.044 (5)
Fe (1) -C (2) #1	2.044 (5)
Fe (1) -C (4) #1	2.051 (5)
Fe (1) -C (4)	2.051 (5)
Fe (1) -C (3) #1	2.059 (5)
Fe (1) -C (3)	2.059 (5)
P (1) -C (1)	1.795 (5)
P (1) -C (12)	1.817 (5)
P (1) -C (6)	1.821 (5)
C (1) -C (5)	1.410 (7)
C (1) -C (2)	1.430 (7)
C (2) -C (3)	1.405 (8)
C (3) -C (4)	1.386 (8)
C (4) -C (5)	1.415 (8)
C (6) -C (11)	1.379 (7)
C (6) -C (7)	1.380 (7)
C (7) -C (8)	1.379 (7)
C (8) -C (9)	1.346 (9)
C (9) -C (10)	1.350 (9)
C (10) -C (11)	1.367 (8)
C (12) -C (17)	1.368 (7)
C (12) -C (13)	1.376 (7)
C (13) -C (14)	1.380 (7)
C (14) -C (15)	1.386 (9)
C (15) -C (16)	1.370 (9)
C (16) -C (17)	1.390 (7)
S (1) -C (18)	1.752 (8)
F (1) -C (20)	1.345 (12)
C (18) -C (19)	1.382 (10)
C (18) -C (23)	1.413 (10)
C (19) -C (20)	1.361 (10)
C (20) -C (21)	1.365 (15)
C (21) -C (22)	1.372 (16)
C (22) -C (23)	1.384 (14)
S (1B) -C (18B)	1.750 (9)
F (1B) -C (20B)	1.340 (12)
C (18B) -C (19B)	1.381 (10)
C (18B) -C (23B)	1.415 (11)
C (19B) -C (20B)	1.367 (11)
C (20B) -C (21B)	1.366 (15)
C (21B) -C (22B)	1.369 (16)

C (22B) -C (23B)	1.384 (14)
P (1) -Au (1) -S (1B)	176.6 (3)
P (1) -Au (1) -S (1)	173.6 (4)
C (1) #1 -Fe (1) -C (1)	180.0 (2)
C (1) #1 -Fe (1) -C (5)	139.47 (19)
C (1) -Fe (1) -C (5)	40.53 (19)
C (1) #1 -Fe (1) -C (5) #1	40.53 (19)
C (1) -Fe (1) -C (5) #1	139.47 (19)
C (5) -Fe (1) -C (5) #1	179.999 (1)
C (1) #1 -Fe (1) -C (2)	138.93 (19)
C (1) -Fe (1) -C (2)	41.07 (19)
C (5) -Fe (1) -C (2)	68.1 (2)
C (5) #1 -Fe (1) -C (2)	111.9 (2)
C (1) #1 -Fe (1) -C (2) #1	41.07 (19)
C (1) -Fe (1) -C (2) #1	138.93 (19)
C (5) -Fe (1) -C (2) #1	111.9 (2)
C (5) #1 -Fe (1) -C (2) #1	68.1 (2)
C (2) -Fe (1) -C (2) #1	179.999 (1)
C (1) #1 -Fe (1) -C (4) #1	67.9 (2)
C (1) -Fe (1) -C (4) #1	112.1 (2)
C (5) -Fe (1) -C (4) #1	139.5 (2)
C (5) #1 -Fe (1) -C (4) #1	40.5 (2)
C (2) -Fe (1) -C (4) #1	112.9 (2)
C (2) #1 -Fe (1) -C (4) #1	67.1 (2)
C (1) #1 -Fe (1) -C (4)	112.1 (2)
C (1) -Fe (1) -C (4)	67.9 (2)
C (5) -Fe (1) -C (4)	40.5 (2)
C (5) #1 -Fe (1) -C (4)	139.5 (2)
C (2) -Fe (1) -C (4)	67.1 (2)
C (2) #1 -Fe (1) -C (4)	112.9 (2)
C (4) #1 -Fe (1) -C (4)	180.00 (8)
C (1) #1 -Fe (1) -C (3) #1	68.2 (2)
C (1) -Fe (1) -C (3) #1	111.8 (2)
C (5) -Fe (1) -C (3) #1	112.4 (2)
C (5) #1 -Fe (1) -C (3) #1	67.6 (2)
C (2) -Fe (1) -C (3) #1	140.0 (2)
C (2) #1 -Fe (1) -C (3) #1	40.0 (2)
C (4) #1 -Fe (1) -C (3) #1	39.4 (2)
C (4) -Fe (1) -C (3) #1	140.6 (2)
C (1) #1 -Fe (1) -C (3)	111.8 (2)
C (1) -Fe (1) -C (3)	68.2 (2)
C (5) -Fe (1) -C (3)	67.6 (2)
C (5) #1 -Fe (1) -C (3)	112.4 (2)
C (2) -Fe (1) -C (3)	40.0 (2)
C (2) #1 -Fe (1) -C (3)	140.0 (2)
C (4) #1 -Fe (1) -C (3)	140.6 (2)
C (4) -Fe (1) -C (3)	39.4 (2)
C (3) #1 -Fe (1) -C (3)	180.0 (3)
C (1) -P (1) -C (12)	107.1 (2)
C (1) -P (1) -C (6)	105.7 (2)
C (12) -P (1) -C (6)	103.2 (2)

C (1) -P (1) -Au (1)	113.42 (16)
C (12) -P (1) -Au (1)	116.49 (18)
C (6) -P (1) -Au (1)	109.90 (15)
C (5) -C (1) -C (2)	107.1 (5)
C (5) -C (1) -P (1)	129.3 (4)
C (2) -C (1) -P (1)	123.5 (4)
C (5) -C (1) -Fe (1)	69.9 (3)
C (2) -C (1) -Fe (1)	69.8 (3)
P (1) -C (1) -Fe (1)	126.5 (3)
C (3) -C (2) -C (1)	108.0 (5)
C (3) -C (2) -Fe (1)	70.6 (3)
C (1) -C (2) -Fe (1)	69.1 (3)
C (4) -C (3) -C (2)	108.2 (5)
C (4) -C (3) -Fe (1)	70.0 (3)
C (2) -C (3) -Fe (1)	69.4 (3)
C (3) -C (4) -C (5)	108.9 (5)
C (3) -C (4) -Fe (1)	70.6 (3)
C (5) -C (4) -Fe (1)	69.2 (3)
C (1) -C (5) -C (4)	107.7 (5)
C (1) -C (5) -Fe (1)	69.6 (3)
C (4) -C (5) -Fe (1)	70.3 (3)
C (11) -C (6) -C (7)	118.4 (5)
C (11) -C (6) -P (1)	118.1 (4)
C (7) -C (6) -P (1)	123.5 (4)
C (8) -C (7) -C (6)	119.6 (5)
C (9) -C (8) -C (7)	120.6 (6)
C (8) -C (9) -C (10)	120.6 (5)
C (9) -C (10) -C (11)	119.9 (6)
C (10) -C (11) -C (6)	120.8 (6)
C (17) -C (12) -C (13)	119.1 (5)
C (17) -C (12) -P (1)	119.7 (4)
C (13) -C (12) -P (1)	121.1 (4)
C (12) -C (13) -C (14)	121.2 (5)
C (13) -C (14) -C (15)	119.2 (6)
C (16) -C (15) -C (14)	120.0 (5)
C (15) -C (16) -C (17)	119.9 (6)
C (12) -C (17) -C (16)	120.5 (5)
C (18) -S (1) -Au (1)	106.3 (7)
C (19) -C (18) -C (23)	118.0 (8)
C (19) -C (18) -S (1)	123.6 (6)
C (23) -C (18) -S (1)	118.3 (7)
C (20) -C (19) -C (18)	119.0 (8)
F (1) -C (20) -C (19)	118.1 (10)
F (1) -C (20) -C (21)	118.2 (10)
C (19) -C (20) -C (21)	123.7 (11)
C (20) -C (21) -C (22)	118.6 (10)
C (21) -C (22) -C (23)	119.6 (10)
C (22) -C (23) -C (18)	120.9 (10)
C (18B) -S (1B) -Au (1)	106.6 (11)
C (19B) -C (18B) -C (23B)	118.0 (8)
C (19B) -C (18B) -S (1B)	124.1 (7)
C (23B) -C (18B) -S (1B)	117.8 (7)

C(20B)-C(19B)-C(18B)	118.8(9)
F(1B)-C(20B)-C(21B)	118.2(10)
F(1B)-C(20B)-C(19B)	117.7(10)
C(21B)-C(20B)-C(19B)	123.5(11)
C(20B)-C(21B)-C(22B)	118.2(10)
C(21B)-C(22B)-C(23B)	119.9(10)
C(22B)-C(23B)-C(18B)	120.7(10)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

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

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 273MMD11.

The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2 \pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Au(1)	50(1)	40(1)	50(1)	19(1)	18(1)	11(1)
Fe(1)	42(1)	38(1)	40(1)	17(1)	16(1)	13(1)
P(1)	34(1)	37(1)	38(1)	13(1)	10(1)	9(1)
C(1)	37(2)	34(3)	45(3)	13(2)	14(2)	14(2)
C(2)	45(3)	52(3)	44(3)	16(2)	9(2)	20(2)
C(3)	80(4)	81(4)	46(3)	35(3)	29(3)	49(4)
C(4)	74(4)	52(3)	87(4)	43(3)	49(3)	30(3)
C(5)	47(3)	37(3)	64(3)	19(2)	24(2)	11(2)
C(6)	31(2)	36(3)	44(3)	10(2)	9(2)	5(2)
C(7)	47(3)	43(3)	53(3)	18(2)	19(2)	11(2)
C(8)	54(3)	45(3)	65(4)	21(3)	6(3)	18(3)
C(9)	40(3)	49(3)	78(4)	9(3)	13(3)	17(3)
C(10)	58(3)	68(4)	71(4)	20(3)	36(3)	22(3)
C(11)	52(3)	62(4)	57(3)	24(3)	24(3)	21(3)
C(12)	37(2)	52(3)	38(2)	13(2)	12(2)	16(2)
C(13)	42(3)	45(3)	57(3)	14(2)	10(2)	13(2)
C(14)	52(3)	53(3)	57(3)	3(3)	15(3)	11(3)
C(15)	47(3)	90(5)	43(3)	12(3)	10(2)	17(3)
C(16)	54(3)	86(5)	55(3)	37(3)	9(3)	23(3)
C(17)	46(3)	57(3)	44(3)	21(2)	12(2)	14(2)
S(1)	72(4)	39(2)	61(3)	22(2)	25(3)	13(2)
F(1)	121(8)	83(6)	83(6)	19(4)	46(6)	27(5)
C(18)	63(3)	50(5)	65(5)	34(3)	22(3)	16(3)
C(19)	66(4)	52(5)	67(4)	33(3)	24(4)	20(3)
C(20)	75(5)	64(5)	70(5)	29(4)	31(4)	19(4)
C(21)	78(5)	81(6)	85(6)	33(4)	37(4)	11(4)
C(22)	77(4)	74(5)	88(6)	29(5)	34(4)	0(4)
C(23)	75(4)	59(4)	75(6)	31(4)	27(4)	6(3)
S(1B)	75(4)	37(2)	63(4)	20(2)	24(4)	17(2)
F(1B)	89(7)	104(8)	95(7)	12(5)	41(5)	23(5)
C(18B)	67(3)	49(5)	66(5)	34(3)	20(3)	15(3)

C (19B)	68 (4)	53 (5)	69 (5)	32 (4)	24 (4)	17 (4)
C (20B)	75 (5)	64 (6)	76 (5)	32 (4)	30 (4)	16 (4)
C (21B)	79 (5)	73 (6)	90 (6)	31 (5)	36 (5)	8 (4)
C (22B)	77 (4)	67 (5)	86 (6)	27 (4)	27 (5)	3 (4)
C (23B)	78 (4)	57 (5)	73 (6)	31 (4)	23 (4)	6 (4)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 273MMD11.

	x	y	z	U (eq)
H (2)	3392	474	5720	57
H (3)	1830	-198	7056	72
H (4)	-774	-2091	5700	73
H (5)	-886	-2632	3491	59
H (7)	3186	-2819	3975	58
H (8)	4994	-4100	3643	68
H (9)	6185	-4172	2173	72
H (10)	5707	-2912	1058	77
H (11)	4013	-1553	1418	66
H (13)	101	-3679	1498	61
H (14)	-2131	-4766	-261	72
H (15)	-3300	-3532	-1255	78
H (16)	-2265	-1239	-460	76
H (17)	-51	-166	1326	59
H (19)	5248	1301	1587	69
H (21)	9627	2914	1318	97
H (22)	10143	4757	3074	98
H (23)	8113	4941	4009	83
H (19B)	5569	1520	1614	73
H (21B)	10261	3446	2121	97
H (22B)	10238	5172	3797	96
H (23B)	8012	4921	4533	83

COMPUESTO 7

Table 1. Crystal data and structure refinement for 274MMD11.

Identification code	274MMD11
Empirical formula	C ₄₆ H ₃₆ Au ₂ F ₂ Fe P ₂ S ₂
Formula weight	1202.59
Temperature	298(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Triclinic
Space group	P -1
Unit cell dimensions	a = 8.6347(8) Å alpha = 104.9220(10) deg. b = 10.9720(10) Å beta = 102.2760(10) deg. c = 12.2010(11) Å gamma = 104.3350(10) deg.
Volume	1033.93(16) Å ³
Z	1
Density (calculated)	1.931 Mg/m ³
Absorption coefficient	7.643 mm ⁻¹
F(000)	576
Crystal size	0.466 x 0.178 x 0.082 mm
Theta range for data collection	1.81 to 25.36 deg.
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -13 ≤ k ≤ 13, -14 ≤ l ≤ 14
Reflections collected	14301
Independent reflections	3785 [R(int) = 0.0251]
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Max. and min. transmission	0.56941 and 0.17401
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3785 / 240 / 314
Goodness-of-fit on F ²	1.044
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0313, wR2 = 0.0758
R indices (all data)	R1 = 0.0353, wR2 = 0.0777
Largest diff. peak and hole	1.171 and -0.526 e.Å ⁻³

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 274MMD11. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Au (1)	3548 (1)	1089 (1)	3111 (1)	52 (1)
Fe (1)	0	0	5000	43 (1)
S (1)	5022 (2)	3201 (2)	3289 (2)	71 (1)
P (1)	2072 (2)	-964 (1)	2993 (1)	42 (1)
C (1)	1384 (6)	-1038 (5)	4261 (4)	44 (1)
C (2)	2319 (7)	-201 (6)	5450 (5)	54 (1)
C (3)	1439 (9)	-577 (7)	6216 (6)	69 (2)
C (4)	-9 (9)	-1623 (7)	5544 (6)	69 (2)
C (5)	-78 (7)	-1929 (5)	4321 (5)	55 (1)
C (6)	3360 (6)	-2047 (5)	2870 (4)	45 (1)
C (7)	3624 (7)	-2746 (5)	3628 (5)	55 (1)
C (8)	4613 (8)	-3562 (6)	3481 (6)	65 (2)
C (9)	5329 (8)	-3658 (7)	2597 (7)	72 (2)
C (10)	5133 (8)	-2937 (7)	1855 (7)	75 (2)
C (11)	4125 (7)	-2123 (6)	1978 (5)	62 (2)
C (12)	252 (6)	-1829 (6)	1703 (5)	50 (1)
C (13)	-406 (7)	-3193 (6)	1291 (6)	64 (2)
C (14)	-1761 (8)	-3820 (7)	285 (6)	77 (2)
C (15)	-2469 (8)	-3129 (9)	-308 (6)	78 (2)
C (16)	-1840 (8)	-1780 (9)	81 (6)	80 (2)
C (17)	-478 (7)	-1121 (7)	1088 (5)	62 (2)
F (1)	5509 (9)	1262 (7)	1205 (6)	130 (3)
C (18)	6776 (11)	3133 (11)	2814 (10)	73 (2)
C (19)	6789 (16)	2235 (12)	1853 (10)	92 (2)
C (20)	8248 (16)	2282 (13)	1455 (11)	106 (2)
C (21)	9698 (15)	3383 (15)	2186 (13)	115 (3)
C (22)	9714 (16)	4232 (14)	3097 (12)	115 (3)
C (23)	8330 (14)	4202 (12)	3477 (11)	99 (2)
F (1B)	7970 (40)	5110 (30)	4510 (30)	127 (7)
C (18B)	6830 (30)	3310 (40)	2830 (40)	89 (3)
C (19B)	8120 (30)	4310 (30)	3620 (30)	99 (3)
C (20B)	9800 (30)	4590 (50)	3550 (40)	106 (4)
C (21B)	9990 (40)	3700 (60)	2540 (50)	111 (4)
C (22B)	8800 (40)	2750 (50)	1780 (40)	106 (4)
C (23B)	7190 (40)	2480 (50)	1850 (40)	97 (3)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 274MMD11.

Au(1)-P(1)	2.2470(13)
Au(1)-S(1)	2.2803(16)
Fe(1)-C(1)	2.034(5)
Fe(1)-C(1)#1	2.034(5)
Fe(1)-C(5)#1	2.042(5)
Fe(1)-C(5)	2.043(5)
Fe(1)-C(2)	2.043(5)
Fe(1)-C(2)#1	2.043(5)
Fe(1)-C(4)	2.053(6)
Fe(1)-C(4)#1	2.053(6)
Fe(1)-C(3)	2.058(6)
Fe(1)-C(3)#1	2.058(6)
S(1)-C(18)	1.744(8)
S(1)-C(18B)	1.754(11)
P(1)-C(1)	1.785(5)
P(1)-C(12)	1.814(5)
P(1)-C(6)	1.818(5)
C(1)-C(5)	1.421(7)
C(1)-C(2)	1.431(7)
C(2)-C(3)	1.403(9)
C(3)-C(4)	1.386(10)
C(4)-C(5)	1.426(9)
C(6)-C(7)	1.363(8)
C(6)-C(11)	1.383(8)
C(7)-C(8)	1.387(8)
C(8)-C(9)	1.346(10)
C(9)-C(10)	1.358(10)
C(10)-C(11)	1.397(9)
C(12)-C(13)	1.373(8)
C(12)-C(17)	1.380(8)
C(13)-C(14)	1.381(9)
C(14)-C(15)	1.340(11)
C(15)-C(16)	1.357(11)
C(16)-C(17)	1.386(9)
F(1)-C(19)	1.263(14)
C(18)-C(19)	1.328(14)
C(18)-C(23)	1.450(14)
C(19)-C(20)	1.437(15)
C(20)-C(21)	1.430(16)
C(21)-C(22)	1.248(17)
C(22)-C(23)	1.367(15)
F(1B)-C(19B)	1.261(16)
C(18B)-C(19B)	1.332(17)
C(18B)-C(23B)	1.451(16)
C(19B)-C(20B)	1.435(18)
C(20B)-C(21B)	1.430(18)
C(21B)-C(22B)	1.248(19)
C(22B)-C(23B)	1.368(17)
P(1)-Au(1)-S(1)	177.98(5)
C(1)-Fe(1)-C(1)#1	179.999(1)
C(1)-Fe(1)-C(5)#1	139.2(2)
C(1)#1-Fe(1)-C(5)#1	40.8(2)
C(1)-Fe(1)-C(5)	40.8(2)

C (1) #1-Fe (1) -C (5)	139.2 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (5)	180.0
C (1) -Fe (1) -C (2)	41.1 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (2)	138.9 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (2)	111.6 (2)
C (5) -Fe (1) -C (2)	68.4 (2)
C (1) -Fe (1) -C (2) #1	138.9 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (2) #1	41.1 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (2) #1	68.4 (2)
C (5) -Fe (1) -C (2) #1	111.6 (2)
C (2) -Fe (1) -C (2) #1	179.999 (1)
C (1) -Fe (1) -C (4)	68.1 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (4)	111.9 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (4)	139.2 (2)
C (5) -Fe (1) -C (4)	40.8 (2)
C (2) -Fe (1) -C (4)	67.1 (3)
C (2) #1-Fe (1) -C (4)	112.9 (3)
C (1) -Fe (1) -C (4) #1	111.9 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (4) #1	68.1 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (4) #1	40.8 (2)
C (5) -Fe (1) -C (4) #1	139.2 (2)
C (2) -Fe (1) -C (4) #1	112.9 (3)
C (2) #1-Fe (1) -C (4) #1	67.1 (3)
C (4) -Fe (1) -C (4) #1	179.999 (1)
C (1) -Fe (1) -C (3)	68.2 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (3)	111.8 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (3)	112.1 (3)
C (5) -Fe (1) -C (3)	67.9 (3)
C (2) -Fe (1) -C (3)	40.0 (2)
C (2) #1-Fe (1) -C (3)	140.0 (2)
C (4) -Fe (1) -C (3)	39.4 (3)
C (4) #1-Fe (1) -C (3)	140.6 (3)
C (1) -Fe (1) -C (3) #1	111.8 (2)
C (1) #1-Fe (1) -C (3) #1	68.2 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (3) #1	67.9 (3)
C (5) -Fe (1) -C (3) #1	112.1 (3)
C (2) -Fe (1) -C (3) #1	140.0 (2)
C (2) #1-Fe (1) -C (3) #1	40.0 (2)
C (4) -Fe (1) -C (3) #1	140.6 (3)
C (4) #1-Fe (1) -C (3) #1	39.4 (3)
C (3) -Fe (1) -C (3) #1	180.000 (1)
C (18) -S (1) -Au (1)	107.9 (3)
C (18B) -S (1) -Au (1)	113.8 (14)
C (1) -P (1) -C (12)	106.7 (2)
C (1) -P (1) -C (6)	105.5 (2)
C (12) -P (1) -C (6)	103.7 (2)
C (1) -P (1) -Au (1)	114.40 (17)
C (12) -P (1) -Au (1)	115.71 (19)
C (6) -P (1) -Au (1)	109.86 (17)
C (5) -C (1) -C (2)	107.3 (5)
C (5) -C (1) -P (1)	128.8 (4)
C (2) -C (1) -P (1)	123.8 (4)
C (5) -C (1) -Fe (1)	69.9 (3)
C (2) -C (1) -Fe (1)	69.8 (3)
P (1) -C (1) -Fe (1)	127.8 (3)
C (3) -C (2) -C (1)	108.1 (5)
C (3) -C (2) -Fe (1)	70.6 (3)
C (1) -C (2) -Fe (1)	69.1 (3)
C (4) -C (3) -C (2)	108.5 (6)

C (4) -C (3) -Fe (1)	70.1 (4)
C (2) -C (3) -Fe (1)	69.4 (3)
C (3) -C (4) -C (5)	109.0 (5)
C (3) -C (4) -Fe (1)	70.5 (4)
C (5) -C (4) -Fe (1)	69.2 (3)
C (1) -C (5) -C (4)	107.0 (5)
C (1) -C (5) -Fe (1)	69.3 (3)
C (4) -C (5) -Fe (1)	70.0 (3)
C (7) -C (6) -C (11)	119.8 (5)
C (7) -C (6) -P (1)	122.9 (4)
C (11) -C (6) -P (1)	117.4 (4)
C (6) -C (7) -C (8)	120.0 (6)
C (9) -C (8) -C (7)	120.2 (6)
C (8) -C (9) -C (10)	120.9 (6)
C (9) -C (10) -C (11)	119.8 (6)
C (6) -C (11) -C (10)	119.3 (6)
C (13) -C (12) -C (17)	118.3 (5)
C (13) -C (12) -P (1)	121.5 (4)
C (17) -C (12) -P (1)	120.2 (5)
C (12) -C (13) -C (14)	119.9 (6)
C (15) -C (14) -C (13)	121.6 (7)
C (14) -C (15) -C (16)	119.6 (6)
C (15) -C (16) -C (17)	120.2 (7)
C (12) -C (17) -C (16)	120.4 (7)
C (19) -C (18) -C (23)	116.9 (8)
C (19) -C (18) -S (1)	125.7 (9)
C (23) -C (18) -S (1)	117.2 (8)
F (1) -C (19) -C (18)	122.5 (10)
F (1) -C (19) -C (20)	114.1 (11)
C (18) -C (19) -C (20)	123.3 (12)
C (21) -C (20) -C (19)	114.2 (11)
C (22) -C (21) -C (20)	123.4 (11)
C (21) -C (22) -C (23)	122.8 (13)
C (22) -C (23) -C (18)	119.3 (11)
C (19B) -C (18B) -C (23B)	116.4 (10)
C (19B) -C (18B) -S (1)	110.3 (17)
C (23B) -C (18B) -S (1)	133.0 (18)
F (1B) -C (19B) -C (18B)	122.5 (14)
F (1B) -C (19B) -C (20B)	113.9 (14)
C (18B) -C (19B) -C (20B)	123.6 (13)
C (21B) -C (20B) -C (19B)	114.4 (13)
C (22B) -C (21B) -C (20B)	123.3 (13)
C (21B) -C (22B) -C (23B)	122.8 (16)
C (22B) -C (23B) -C (18B)	119.6 (14)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:
#1 -x, -y, -z+1

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 274MMD11. The anisotropic displacement factor exponent takes the form:
 $-2 \pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Au (1)	53 (1)	45 (1)	58 (1)	20 (1)	15 (1)	15 (1)
Fe (1)	49 (1)	40 (1)	45 (1)	16 (1)	15 (1)	18 (1)
S (1)	85 (1)	45 (1)	91 (1)	24 (1)	39 (1)	21 (1)
P (1)	39 (1)	41 (1)	43 (1)	12 (1)	8 (1)	12 (1)
C (1)	43 (3)	41 (3)	45 (3)	10 (2)	13 (2)	15 (2)
C (2)	53 (3)	60 (3)	47 (3)	16 (3)	4 (2)	28 (3)
C (3)	91 (5)	80 (5)	54 (3)	30 (3)	22 (3)	51 (4)
C (4)	96 (5)	64 (4)	90 (5)	48 (4)	60 (4)	49 (4)
C (5)	60 (3)	33 (3)	74 (4)	16 (2)	27 (3)	16 (2)
C (6)	34 (2)	45 (3)	48 (3)	9 (2)	6 (2)	11 (2)
C (7)	54 (3)	45 (3)	63 (3)	17 (3)	14 (3)	17 (2)
C (8)	71 (4)	53 (3)	73 (4)	21 (3)	16 (3)	26 (3)
C (9)	60 (4)	57 (4)	91 (5)	10 (4)	9 (3)	28 (3)
C (10)	57 (4)	73 (4)	88 (5)	6 (4)	33 (3)	20 (3)
C (11)	58 (3)	69 (4)	64 (4)	20 (3)	24 (3)	24 (3)
C (12)	41 (3)	60 (3)	44 (3)	12 (2)	9 (2)	17 (2)
C (13)	55 (3)	55 (4)	64 (4)	6 (3)	6 (3)	12 (3)
C (14)	61 (4)	70 (4)	68 (4)	-9 (3)	9 (3)	11 (3)
C (15)	53 (4)	110 (6)	48 (3)	9 (4)	0 (3)	15 (4)
C (16)	62 (4)	124 (7)	54 (4)	34 (4)	7 (3)	35 (4)
C (17)	54 (3)	79 (4)	60 (3)	33 (3)	14 (3)	27 (3)
F (1)	124 (4)	136 (5)	107 (4)	0 (3)	28 (4)	52 (4)
C (18)	88 (3)	79 (4)	87 (4)	61 (3)	38 (3)	40 (3)
C (19)	104 (4)	109 (5)	90 (4)	53 (3)	37 (3)	51 (3)
C (20)	124 (4)	127 (6)	100 (5)	55 (4)	50 (4)	61 (4)
C (21)	118 (5)	132 (6)	122 (6)	68 (4)	59 (4)	35 (4)
C (22)	104 (4)	117 (5)	133 (6)	58 (4)	51 (4)	19 (4)
C (23)	94 (4)	100 (4)	117 (5)	60 (4)	41 (3)	24 (3)
F (1B)	108 (11)	121 (12)	136 (12)	26 (8)	41 (9)	24 (10)
C (18B)	96 (5)	97 (6)	98 (5)	58 (5)	38 (5)	38 (5)
C (19B)	99 (5)	101 (6)	111 (6)	56 (5)	41 (5)	28 (5)
C (20B)	104 (5)	108 (7)	119 (7)	57 (5)	46 (5)	21 (5)
C (21B)	111 (5)	120 (7)	120 (7)	60 (6)	54 (5)	30 (5)
C (22B)	111 (6)	120 (7)	109 (6)	58 (5)	50 (5)	41 (6)
C (23B)	105 (5)	110 (6)	99 (5)	56 (5)	39 (5)	46 (5)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 274MMD11.

	x	y	z	U (eq)
H(2)	3335	475	5675	64
H(3)	1770	-189	7037	82
H(4)	-806	-2056	5841	82
H(5)	-920	-2587	3684	66
H(7)	3140	-2676	4244	65
H(8)	4783	-4044	3995	78
H(9)	5966	-4225	2494	87
H(10)	5669	-2985	1268	90
H(11)	3969	-1637	1465	74
H(13)	61	-3694	1690	76
H(14)	-2193	-4744	11	92
H(15)	-3385	-3570	-982	94
H(16)	-2324	-1296	-329	96
H(17)	-54	-196	1351	74
H(20)	8249	1650	780	127
H(21)	10681	3472	1971	138
H(22)	10710	4913	3536	138
H(23)	8385	4861	4154	119
H(20B)	10692	5293	4105	128
H(21B)	11048	3827	2437	133
H(22B)	9012	2209	1147	127
H(23B)	6342	1759	1270	116

COMPUESTO 8

Table 1. Crystal data and structure refinement for **AVT-o-CF3**.

Sample code	197MMD08	
Project Title	AVT-o-CF3	
Empirical formula	$C_{48} H_{36} Au_2 F_6 Fe P_2 S_2$	
Formula weight	1302.61	
Temperature	298(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	C2/c	
Unit cell dimensions	a = 39.841(3) Å	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 10.988(1) Å	$\beta = 128.427(1)^\circ$.
	c = 25.672(2) Å	$\gamma = 90^\circ$.
Volume	8804.2(12) Å ³	
Z	8	
Density (calculated)	1.965 Mg/m ³	
Absorption coefficient	7.202 mm ⁻¹	
F(000)	4992	
Crystal size / shape / color	0.44 x 0.14 x 0.06 mm / Prism/ Yellow	
Theta range for data collection	1.96 to 25.36°.	
Diffractometer used /Scan Mode	Bruker Smart APEX AXS CCD area detector/ omega scans	
Index ranges	-47 ≤ h ≤ 47, -13 ≤ k ≤ 13, -30 ≤ l ≤ 30	
Reflections collected	35651	
Independent reflections	8061 [R(int) = 0.0810]	
Completeness to theta = 25.36°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	0.6534 and 0.2003	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	8061 / 21 / 554	
Goodness-of-fit on F ²	1.035	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0513, wR2 = 0.0864	
R indices (all data)	R1 = 0.0826, wR2 = 0.0960	
Largest diff. peak and hole	0.898 and -0.497 e.Å ⁻³	
Solved by	Simon Hernandez-Ortega	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for **AVT-o-CF3**. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Au(1)	6628(1)	3475(1)	7854(1)	49(1)
Au(2)	5819(1)	2646(1)	6425(1)	54(1)
Fe(1)	6578(1)	-658(1)	7690(1)	46(1)
S(1)	6194(1)	5065(2)	7699(1)	57(1)
S(2)	6036(1)	4272(2)	6130(1)	74(1)
P(1)	7134(1)	2047(2)	8192(1)	46(1)
P(2)	5628(1)	916(2)	6664(1)	47(1)
C(1)	7013(3)	597(7)	8356(4)	46(2)
C(2)	6692(3)	412(8)	8441(4)	54(2)
C(3)	6696(3)	-833(9)	8582(4)	65(3)
C(4)	7017(3)	-1411(9)	8605(4)	69(3)
C(5)	7215(3)	-562(8)	8462(4)	54(2)
C(6)	5987(2)	-281(7)	6819(4)	42(2)
C(7)	6009(3)	-1540(7)	7003(4)	51(2)
C(8)	6347(3)	-2079(8)	7037(4)	60(2)
C(9)	6526(3)	-1223(8)	6883(4)	56(2)
C(10)	6316(2)	-105(8)	6750(4)	50(2)
C(11)	7614(2)	2560(7)	8992(4)	49(2)
C(12)	7740(3)	2084(9)	9577(4)	70(3)
C(13)	8084(4)	2575(11)	10178(5)	91(4)
C(14)	8287(4)	3567(12)	10172(6)	92(4)
C(15)	8173(3)	4059(10)	9602(6)	84(3)
C(16)	7836(3)	3566(9)	8997(5)	72(3)
C(17)	7298(3)	1788(7)	7686(4)	49(2)
C(18)	7051(3)	2220(8)	7042(5)	61(2)
C(19)	7172(4)	1988(10)	6647(6)	86(3)
C(20)	7535(5)	1341(10)	6899(7)	92(4)
C(21)	7787(4)	909(9)	7542(7)	83(3)
C(22)	7672(3)	1134(7)	7931(5)	60(2)
C(23)	5607(2)	996(8)	7354(4)	46(2)
C(24)	5623(3)	2134(8)	7597(5)	65(3)
C(25)	5600(3)	2257(10)	8114(5)	82(3)

C(26)	5570(3)	1252(10)	8387(4)	68(3)
C(27)	5554(3)	144(10)	8148(5)	77(3)
C(28)	5571(3)	1(9)	7635(5)	72(3)
C(29)	5093(3)	396(8)	5967(4)	54(2)
C(30)	4806(3)	1215(11)	5488(5)	89(4)
C(31)	4394(4)	870(15)	4966(6)	120(5)
C(32)	4261(4)	-259(15)	4946(6)	95(4)
C(33)	4529(4)	-1076(12)	5401(7)	106(4)
C(34)	4952(3)	-769(10)	5923(6)	95(4)
C(35)	6440(3)	5607(8)	8508(4)	57(2)
C(36)	6200(4)	6204(9)	8665(6)	73(3)
C(37)	6409(6)	6700(11)	9303(7)	106(4)
C(38)	6836(6)	6596(13)	9754(7)	122(6)
C(39)	7077(4)	5990(11)	9632(5)	92(4)
C(40)	6888(3)	5521(8)	9016(4)	66(3)
C(41)	5726(4)	6311(9)	8169(7)	82(4)
F(1)	5593(2)	6921(5)	7619(3)	101(2)
F(2)	5522(2)	5260(6)	7972(3)	103(2)
F(3)	5565(3)	6936(6)	8427(4)	130(3)
C(42)	5646(3)	4437(8)	5256(4)	58(2)
C(43)	5723(3)	5137(9)	4897(4)	62(2)
C(44)	5399(4)	5325(12)	4223(6)	102(4)
C(45)	5010(4)	4812(11)	3888(6)	94(4)
C(46)	4924(3)	4110(11)	4226(6)	89(4)
C(47)	5239(3)	3946(10)	4908(5)	89(4)
F(4)	6274(2)	6467(6)	5725(4)	124(3)
F(5)	6467(2)	4875(9)	5499(4)	143(3)
C(48)	6153(5)	5739(16)	5227(7)	119(4)
F(6)	6221(7)	6070(20)	4779(8)	127(5)
F(6A)	6092(8)	6700(20)	4825(11)	127(5)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for AVT-o-CF3.

Au(1)-P(1)	2.260(2)	C(9)-C(10)	1.405(11)
Au(1)-S(1)	2.311(2)	C(11)-C(12)	1.358(11)
Au(1)-Au(2)	3.1590(5)	C(11)-C(16)	1.409(12)
Au(2)-P(2)	2.268(2)	C(12)-C(13)	1.387(13)
Au(2)-S(2)	2.311(2)	C(13)-C(14)	1.362(14)
Fe(1)-C(5)	2.030(8)	C(14)-C(15)	1.349(14)
Fe(1)-C(10)	2.035(8)	C(15)-C(16)	1.385(12)
Fe(1)-C(1)	2.036(8)	C(17)-C(18)	1.380(11)
Fe(1)-C(4)	2.039(9)	C(17)-C(22)	1.401(11)
Fe(1)-C(6)	2.042(7)	C(18)-C(19)	1.393(13)
Fe(1)-C(8)	2.042(9)	C(19)-C(20)	1.359(15)
Fe(1)-C(3)	2.043(9)	C(20)-C(21)	1.378(15)
Fe(1)-C(9)	2.045(8)	C(21)-C(22)	1.355(13)
Fe(1)-C(2)	2.054(8)	C(23)-C(28)	1.364(11)
Fe(1)-C(7)	2.054(8)	C(23)-C(24)	1.382(11)
S(1)-C(35)	1.760(9)	C(24)-C(25)	1.391(13)
S(2)-C(42)	1.774(9)	C(25)-C(26)	1.353(13)
P(1)-C(1)	1.790(8)	C(26)-C(27)	1.347(13)
P(1)-C(17)	1.802(9)	C(27)-C(28)	1.371(12)
P(1)-C(11)	1.820(8)	C(29)-C(30)	1.372(12)
P(2)-C(6)	1.797(8)	C(29)-C(34)	1.374(12)
P(2)-C(23)	1.824(9)	C(30)-C(31)	1.378(14)
P(2)-C(29)	1.824(9)	C(31)-C(32)	1.337(16)
C(1)-C(2)	1.437(11)	C(32)-C(33)	1.327(15)
C(1)-C(5)	1.439(11)	C(33)-C(34)	1.394(13)
C(2)-C(3)	1.414(12)	C(35)-C(36)	1.408(13)
C(3)-C(4)	1.396(13)	C(35)-C(40)	1.414(12)
C(4)-C(5)	1.410(12)	C(36)-C(37)	1.407(15)
C(6)-C(10)	1.439(10)	C(36)-C(41)	1.489(15)
C(6)-C(7)	1.447(10)	C(37)-C(38)	1.340(18)
C(7)-C(8)	1.421(12)	C(38)-C(39)	1.355(18)
C(8)-C(9)	1.380(12)	C(39)-C(40)	1.361(13)

C(41)-F(2)	1.319(11)	C(44)-C(45)	1.345(14)
C(41)-F(1)	1.340(12)	C(45)-C(46)	1.354(15)
C(41)-F(3)	1.359(11)	C(46)-C(47)	1.393(13)
C(42)-C(43)	1.376(11)	F(4)-C(48)	1.320(15)
C(42)-C(47)	1.384(12)	F(5)-C(48)	1.366(16)
C(43)-C(44)	1.387(13)	C(48)-F(6)	1.384(13)
C(43)-C(48)	1.510(16)	C(48)-F(6A)	1.387(13)
P(1)-Au(1)-S(1)	169.79(8)	C(1)-Fe(1)-C(9)	123.7(4)
P(1)-Au(1)-Au(2)	105.59(6)	C(4)-Fe(1)-C(9)	121.3(4)
S(1)-Au(1)-Au(2)	84.50(6)	C(6)-Fe(1)-C(9)	68.4(3)
P(2)-Au(2)-S(2)	173.72(10)	C(8)-Fe(1)-C(9)	39.4(3)
P(2)-Au(2)-Au(1)	101.52(6)	C(3)-Fe(1)-C(9)	156.3(4)
S(2)-Au(2)-Au(1)	80.64(6)	C(5)-Fe(1)-C(2)	68.9(3)
C(5)-Fe(1)-C(10)	123.5(3)	C(10)-Fe(1)-C(2)	126.3(4)
C(5)-Fe(1)-C(1)	41.4(3)	C(1)-Fe(1)-C(2)	41.1(3)
C(10)-Fe(1)-C(1)	109.7(3)	C(4)-Fe(1)-C(2)	67.6(4)
C(5)-Fe(1)-C(4)	40.5(3)	C(6)-Fe(1)-C(2)	110.0(3)
C(10)-Fe(1)-C(4)	158.2(4)	C(8)-Fe(1)-C(2)	158.6(4)
C(1)-Fe(1)-C(4)	68.5(3)	C(3)-Fe(1)-C(2)	40.4(3)
C(5)-Fe(1)-C(6)	161.7(3)	C(9)-Fe(1)-C(2)	161.5(4)
C(10)-Fe(1)-C(6)	41.3(3)	C(5)-Fe(1)-C(7)	154.8(3)
C(1)-Fe(1)-C(6)	125.6(3)	C(10)-Fe(1)-C(7)	69.1(3)
C(4)-Fe(1)-C(6)	157.3(4)	C(1)-Fe(1)-C(7)	161.7(3)
C(5)-Fe(1)-C(8)	119.6(4)	C(4)-Fe(1)-C(7)	119.7(4)
C(10)-Fe(1)-C(8)	67.6(4)	C(6)-Fe(1)-C(7)	41.4(3)
C(1)-Fe(1)-C(8)	157.1(4)	C(8)-Fe(1)-C(7)	40.6(3)
C(4)-Fe(1)-C(8)	105.2(4)	C(3)-Fe(1)-C(7)	106.2(4)
C(6)-Fe(1)-C(8)	68.4(3)	C(9)-Fe(1)-C(7)	68.0(3)
C(5)-Fe(1)-C(3)	68.5(4)	C(2)-Fe(1)-C(7)	123.9(3)
C(10)-Fe(1)-C(3)	161.4(4)	C(35)-S(1)-Au(1)	104.2(3)
C(1)-Fe(1)-C(3)	68.8(3)	C(42)-S(2)-Au(2)	106.3(3)
C(4)-Fe(1)-C(3)	40.0(4)	C(1)-P(1)-C(17)	107.5(4)
C(6)-Fe(1)-C(3)	123.4(4)	C(1)-P(1)-C(11)	104.9(4)
C(8)-Fe(1)-C(3)	121.3(4)	C(17)-P(1)-C(11)	105.3(4)
C(5)-Fe(1)-C(9)	106.5(4)	C(1)-P(1)-Au(1)	113.7(3)
C(10)-Fe(1)-C(9)	40.3(3)	C(17)-P(1)-Au(1)	118.0(3)

C(11)-P(1)-Au(1)	106.2(3)	C(7)-C(8)-Fe(1)	70.1(5)
C(6)-P(2)-C(23)	109.3(4)	C(8)-C(9)-C(10)	109.1(8)
C(6)-P(2)-C(29)	105.8(4)	C(8)-C(9)-Fe(1)	70.2(5)
C(23)-P(2)-C(29)	103.7(4)	C(10)-C(9)-Fe(1)	69.5(5)
C(6)-P(2)-Au(2)	108.6(3)	C(9)-C(10)-C(6)	107.8(8)
C(23)-P(2)-Au(2)	116.6(3)	C(9)-C(10)-Fe(1)	70.3(5)
C(29)-P(2)-Au(2)	112.4(3)	C(6)-C(10)-Fe(1)	69.6(4)
C(2)-C(1)-C(5)	106.9(7)	C(12)-C(11)-C(16)	119.6(8)
C(2)-C(1)-P(1)	123.8(7)	C(12)-C(11)-P(1)	122.4(7)
C(5)-C(1)-P(1)	129.1(7)	C(16)-C(11)-P(1)	117.8(7)
C(2)-C(1)-Fe(1)	70.1(5)	C(11)-C(12)-C(13)	120.7(10)
C(5)-C(1)-Fe(1)	69.1(4)	C(14)-C(13)-C(12)	118.8(11)
P(1)-C(1)-Fe(1)	128.1(4)	C(15)-C(14)-C(13)	122.1(11)
C(3)-C(2)-C(1)	107.9(8)	C(14)-C(15)-C(16)	119.8(11)
C(3)-C(2)-Fe(1)	69.4(5)	C(15)-C(16)-C(11)	119.0(10)
C(1)-C(2)-Fe(1)	68.8(5)	C(18)-C(17)-C(22)	118.8(9)
C(4)-C(3)-C(2)	108.3(9)	C(18)-C(17)-P(1)	120.0(7)
C(4)-C(3)-Fe(1)	69.9(5)	C(22)-C(17)-P(1)	121.2(7)
C(2)-C(3)-Fe(1)	70.2(5)	C(17)-C(18)-C(19)	119.8(10)
C(3)-C(4)-C(5)	109.5(8)	C(20)-C(19)-C(18)	119.7(11)
C(3)-C(4)-Fe(1)	70.2(5)	C(19)-C(20)-C(21)	121.2(11)
C(5)-C(4)-Fe(1)	69.4(5)	C(22)-C(21)-C(20)	119.4(11)
C(4)-C(5)-C(1)	107.3(8)	C(21)-C(22)-C(17)	121.0(10)
C(4)-C(5)-Fe(1)	70.1(5)	C(28)-C(23)-C(24)	118.4(8)
C(1)-C(5)-Fe(1)	69.5(4)	C(28)-C(23)-P(2)	123.8(7)
C(10)-C(6)-C(7)	107.0(7)	C(24)-C(23)-P(2)	117.7(7)
C(10)-C(6)-P(2)	122.3(6)	C(23)-C(24)-C(25)	120.5(9)
C(7)-C(6)-P(2)	130.6(6)	C(26)-C(25)-C(24)	119.7(10)
C(10)-C(6)-Fe(1)	69.1(4)	C(27)-C(26)-C(25)	119.7(9)
C(7)-C(6)-Fe(1)	69.7(4)	C(26)-C(27)-C(28)	121.7(10)
P(2)-C(6)-Fe(1)	127.5(4)	C(23)-C(28)-C(27)	120.0(9)
C(8)-C(7)-C(6)	106.4(8)	C(30)-C(29)-C(34)	117.8(9)
C(8)-C(7)-Fe(1)	69.3(5)	C(30)-C(29)-P(2)	119.2(7)
C(6)-C(7)-Fe(1)	68.9(4)	C(34)-C(29)-P(2)	122.8(8)
C(9)-C(8)-C(7)	109.7(8)	C(29)-C(30)-C(31)	121.1(11)
C(9)-C(8)-Fe(1)	70.4(5)	C(32)-C(31)-C(30)	119.9(12)

C(33)-C(32)-C(31)	120.7(12)	F(5)-C(48)-C(43)	109.9(13)
C(32)-C(33)-C(34)	120.9(12)	F(6)-C(48)-C(43)	112.8(13)
C(29)-C(34)-C(33)	119.6(11)	F(6A)-C(48)-C(43)	107.6(15)
C(36)-C(35)-C(40)	117.3(9)		
C(36)-C(35)-S(1)	121.0(8)		
C(40)-C(35)-S(1)	121.6(8)		
C(37)-C(36)-C(35)	119.8(11)		
C(37)-C(36)-C(41)	118.8(11)		
C(35)-C(36)-C(41)	121.3(10)		
C(38)-C(37)-C(36)	119.2(14)		
C(37)-C(38)-C(39)	122.8(13)		
C(38)-C(39)-C(40)	119.7(12)		
C(39)-C(40)-C(35)	121.0(11)		
F(2)-C(41)-F(1)	106.7(11)		
F(2)-C(41)-F(3)	105.4(9)		
F(1)-C(41)-F(3)	105.2(9)		
F(2)-C(41)-C(36)	114.3(9)		
F(1)-C(41)-C(36)	113.6(9)		
F(3)-C(41)-C(36)	110.9(11)		
C(43)-C(42)-C(47)	116.5(9)		
C(43)-C(42)-S(2)	121.3(7)		
C(47)-C(42)-S(2)	122.1(8)		
C(42)-C(43)-C(44)	119.8(10)		
C(42)-C(43)-C(48)	121.1(9)		
C(44)-C(43)-C(48)	119.0(10)		
C(45)-C(44)-C(43)	122.9(11)		
C(44)-C(45)-C(46)	118.7(11)		
C(45)-C(46)-C(47)	119.4(11)		
C(42)-C(47)-C(46)	122.6(11)		
F(4)-C(48)-F(5)	104.9(12)		
F(4)-C(48)-F(6)	120.4(16)		
F(5)-C(48)-F(6)	91.0(15)		
F(4)-C(48)-F(6A)	92.8(17)		
F(5)-C(48)-F(6A)	126.2(16)		
F(6)-C(48)-F(6A)	38.5(11)		
F(4)-C(48)-C(43)	114.4(12)		

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for **AVT-o-CF3**. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Au(1)	47(1)	49(1)	46(1)	1(1)	26(1)	1(1)
Au(2)	57(1)	52(1)	45(1)	6(1)	28(1)	-1(1)
Fe(1)	50(1)	47(1)	38(1)	-1(1)	26(1)	-4(1)
S(1)	53(1)	54(1)	50(1)	-2(1)	25(1)	7(1)
S(2)	63(2)	73(2)	44(1)	20(1)	13(1)	-12(1)
P(1)	46(1)	47(1)	41(1)	-3(1)	25(1)	-2(1)
P(2)	45(1)	51(1)	42(1)	-2(1)	25(1)	-3(1)
C(1)	47(5)	48(5)	41(5)	-3(4)	25(4)	-3(4)
C(2)	56(6)	63(6)	42(5)	-3(4)	30(5)	-2(5)
C(3)	80(7)	60(6)	60(6)	-5(5)	47(6)	-18(6)
C(4)	72(7)	54(6)	46(6)	5(5)	19(5)	-6(6)
C(5)	42(5)	59(6)	43(5)	-4(4)	17(4)	-1(5)
C(6)	44(5)	46(5)	34(4)	-7(4)	23(4)	-7(4)
C(7)	47(5)	52(5)	51(5)	-6(4)	29(4)	-6(5)
C(8)	62(6)	48(5)	62(6)	0(5)	34(5)	9(5)
C(9)	57(6)	60(6)	49(5)	-8(5)	31(5)	3(5)
C(10)	51(5)	69(6)	33(5)	-4(4)	27(4)	-16(5)
C(11)	37(5)	55(5)	40(5)	-8(4)	17(4)	2(4)
C(12)	72(7)	86(7)	38(5)	-10(5)	27(5)	-18(6)
C(13)	84(8)	118(10)	58(7)	-13(7)	37(7)	-9(8)
C(14)	71(8)	130(11)	57(7)	-36(8)	30(6)	-23(8)
C(15)	72(7)	95(8)	78(8)	-38(7)	43(7)	-39(6)
C(16)	57(6)	84(7)	54(6)	-8(6)	25(5)	-13(6)
C(17)	50(5)	46(5)	41(5)	-5(4)	24(4)	-12(4)
C(18)	69(6)	65(6)	56(6)	-3(5)	42(6)	-6(5)
C(19)	105(9)	92(8)	83(8)	-1(7)	69(8)	-15(7)
C(20)	134(12)	85(9)	127(11)	-31(8)	115(11)	-25(8)
C(21)	91(8)	69(7)	129(11)	-8(7)	88(9)	-9(6)
C(22)	61(6)	48(5)	76(7)	2(5)	45(6)	3(5)
C(23)	35(4)	54(5)	37(5)	-4(4)	16(4)	-6(4)
C(24)	87(7)	53(6)	64(6)	-8(5)	51(6)	-10(5)

C(25)	104(9)	73(7)	78(8)	-17(6)	60(7)	-3(7)
C(26)	73(7)	98(9)	46(6)	-4(6)	42(5)	4(6)
C(27)	90(8)	78(8)	85(8)	6(6)	64(7)	1(6)
C(28)	101(8)	63(6)	86(7)	-2(6)	75(7)	-4(6)
C(29)	54(5)	64(6)	43(5)	-11(5)	28(5)	-5(5)
C(30)	69(7)	107(9)	50(6)	19(6)	17(6)	-6(7)
C(31)	78(9)	162(13)	57(8)	41(9)	11(7)	-19(9)
C(32)	51(7)	163(14)	56(7)	-18(8)	27(6)	-13(9)
C(33)	63(8)	99(9)	120(11)	-54(9)	40(8)	-28(7)
C(34)	54(7)	70(7)	102(9)	-9(7)	20(6)	-15(6)
C(35)	67(6)	44(5)	52(6)	4(4)	34(5)	-2(5)
C(36)	96(9)	58(7)	78(8)	0(6)	62(7)	-6(6)
C(37)	160(14)	90(9)	94(10)	-11(9)	92(11)	-6(10)
C(38)	193(18)	95(11)	67(9)	-16(8)	76(12)	-18(12)
C(39)	99(9)	92(9)	41(7)	-2(6)	21(6)	-11(7)
C(40)	78(7)	65(6)	45(6)	3(5)	32(5)	-15(5)
C(41)	129(11)	44(6)	134(11)	9(7)	112(10)	11(7)
F(1)	113(5)	80(4)	130(6)	39(4)	85(5)	29(4)
F(2)	101(5)	74(4)	150(6)	14(4)	86(5)	2(4)
F(3)	171(7)	109(5)	187(8)	5(5)	150(7)	26(5)
C(42)	56(6)	59(6)	55(6)	5(5)	32(5)	3(5)
C(43)	73(7)	69(6)	46(6)	6(5)	38(5)	-4(5)
C(44)	125(11)	125(11)	61(8)	17(7)	61(8)	-9(9)
C(45)	92(9)	93(9)	56(7)	-8(7)	27(7)	5(8)
C(46)	72(8)	88(8)	70(8)	-21(7)	27(7)	-17(7)
C(47)	71(7)	98(9)	53(7)	-1(6)	17(6)	-11(7)
F(4)	136(6)	105(5)	104(6)	-4(4)	62(5)	-50(5)
F(5)	89(5)	235(10)	125(6)	-37(6)	76(5)	-26(6)
C(48)	125(10)	161(12)	94(9)	12(8)	80(8)	-31(10)
F(6)	131(9)	172(11)	116(6)	16(8)	96(6)	-35(8)
F(6A)	131(9)	172(11)	116(6)	16(8)	96(6)	-35(8)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for AVT-**o**-CF3.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	6514	1007	8408	65
H(3)	6515	-1204	8649	78
H(4)	7089	-2230	8701	83
H(5)	7435	-722	8440	65
H(7)	5837	-1922	7083	61
H(8)	6434	-2886	7147	72
H(9)	6751	-1363	6869	67
H(10)	6377	619	6638	60
H(12)	7594	1421	9574	84
H(13)	8175	2233	10578	109
H(14)	8511	3917	10575	111
H(15)	8322	4727	9614	101
H(16)	7756	3893	8601	86
H(18)	6804	2666	6873	74
H(19)	7006	2274	6212	103
H(20)	7614	1188	6633	111
H(21)	8034	467	7708	99
H(22)	7843	851	8366	72
H(24)	5648	2823	7414	78
H(25)	5605	3025	8270	99
H(26)	5560	1326	8739	82
H(27)	5531	-541	8337	93
H(28)	5559	-774	7478	86
H(30)	4891	2015	5514	107
H(31)	4209	1420	4630	145
H(32)	3977	-473	4610	114
H(33)	4433	-1864	5372	127
H(34)	5137	-1348	6240	114
H(37)	6253	7096	9410	127
H(38)	6972	6955	10169	146
H(39)	7369	5894	9967	110

H(40)	7056	5138	8928	80
H(44)	5454	5827	3992	122
H(45)	4803	4937	3434	112
H(46)	4658	3741	4006	106
H(47)	5173	3487	5139	107

COMPUESTO 9

Table 1. Crystal data and structure refinement for 224MMD08.

Identification code	224MMD08
Empirical formula	C ₄₈ H ₃₆ Au ₂ Fe N ₂ O ₂ P ₂ S ₂
Formula weight	1248.63
Temperature	298(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Monoclinic
Space group	C 2/c
Unit cell dimensions	a = 22.358(2) Å alpha = 90 deg. b = 12.0817(12) Å beta = 112.747(2) deg. c = 18.0348(18) Å gamma = 90 deg.
Volume	4492.6(8) Å ³
Z	4
Density (calculated)	1.846 Mg/m ³
Absorption coefficient	7.038 mm ⁻¹
F(000)	2400
Crystal size	0.214 x 0.136 x 0.124 mm
Theta range for data collection	1.98 to 25.35 deg.
Index ranges	-26<=h<=26, -14<=k<=14, -21<=l<=21
Reflections collected	17984
Independent reflections	4108 [R(int) = 0.0290]
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents
Max. and min. transmission	0.4186 and 0.2237
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	4108 / 759 / 448
Goodness-of-fit on F ²	1.023
Final R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0344, wR2 = 0.0829
R indices (all data)	R1 = 0.0483, wR2 = 0.0905
Largest diff. peak and hole	0.857 and -0.342 e.Å ⁻³

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 224MMD08. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Fe(1)	5000	227(1)	2500	70(1)
Au(1)	5575(1)	3478(1)	3327(1)	74(1)
P(1)	5375(1)	2103(1)	4042(1)	69(1)
S(1)	5901(1)	4897(1)	2682(1)	84(1)
C(1)	4910(3)	952(5)	3469(3)	67(1)
C(2)	4314(3)	1037(6)	2786(3)	75(2)
C(3)	4110(3)	-50(6)	2529(4)	89(2)
C(4)	4552(4)	-793(6)	3034(4)	92(2)
C(5)	5055(4)	-195(5)	3618(3)	85(2)
C(7)	6392(4)	4223(6)	2369(4)	98(2)
N(6)	6668(12)	3290(20)	2681(15)	107(3)
O(8)	6615(9)	4626(17)	1785(13)	106(2)
C(9)	7443(8)	3872(14)	1325(10)	116(3)
C(10)	7862(8)	2992(14)	1415(12)	121(3)
C(11)	7925(8)	2177(14)	1984(11)	120(3)
C(12)	7550(8)	2138(15)	2449(11)	117(3)
C(13)	7118(10)	3036(16)	2308(11)	108(2)
C(14)	7072(9)	3843(14)	1788(11)	110(2)
N(6B)	6525(13)	4750(20)	1800(20)	108(3)
O(8B)	6732(12)	3240(20)	2582(15)	108(3)
C(9B)	7498(9)	2364(17)	2054(12)	117(3)
C(10B)	7800(10)	2495(16)	1520(14)	121(3)
C(11B)	7668(10)	3426(16)	1021(13)	119(3)
C(12B)	7240(10)	4283(17)	1028(12)	114(3)
C(13B)	6975(11)	4080(18)	1612(14)	110(2)
C(14B)	7082(11)	3198(18)	2087(12)	110(2)
C(15)	6116(7)	1500(20)	4747(13)	84(2)
C(16)	6094(7)	986(17)	5429(11)	88(2)
C(17)	6640(6)	493(13)	5985(8)	90(2)
C(18)	7209(6)	509(13)	5860(8)	91(2)
C(19)	7250(6)	1050(14)	5205(8)	90(2)
C(20)	6705(7)	1547(17)	4665(8)	87(2)
C(15B)	6118(8)	1450(30)	4709(15)	85(2)
C(16B)	6207(8)	810(20)	5383(13)	88(2)
C(17B)	6794(8)	312(16)	5823(9)	90(2)
C(18B)	7301(7)	521(16)	5589(9)	90(2)
C(19B)	7226(8)	1087(17)	4890(10)	90(2)
C(20B)	6628(9)	1550(20)	4457(10)	87(2)
C(21)	4925(10)	2586(17)	4621(12)	79(2)
C(22)	5123(7)	3506(14)	5119(9)	94(2)
C(23)	4753(7)	3854(12)	5549(8)	99(3)
C(24)	4205(7)	3318(13)	5469(9)	97(2)
C(25)	3996(9)	2464(16)	4963(10)	88(2)
C(26)	4357(12)	2080(20)	4534(16)	83(2)
C(21B)	4962(11)	2510(20)	4689(14)	79(2)
C(22B)	5298(9)	3232(16)	5317(11)	91(3)
C(23B)	5006(9)	3595(14)	5830(10)	99(3)
C(24B)	4419(8)	3283(16)	5750(10)	96(3)

C (25B)	4092 (10)	2580 (20)	5173 (12)	89 (2)
C (26B)	4361 (14)	2180 (30)	4641 (19)	82 (2)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 224MMD08.

Fe (1) - C (1) #1	2.032 (5)
Fe (1) - C (1)	2.032 (5)
Fe (1) - C (5) #1	2.036 (6)
Fe (1) - C (5)	2.036 (6)
Fe (1) - C (3) #1	2.039 (7)
Fe (1) - C (3)	2.039 (7)
Fe (1) - C (4) #1	2.047 (6)
Fe (1) - C (4)	2.047 (6)
Fe (1) - C (2) #1	2.047 (6)
Fe (1) - C (2)	2.047 (6)
Au (1) - P (1)	2.2507 (15)
Au (1) - S (1)	2.3411 (16)
Au (1) - Au (1) #1	3.0929 (5)
P (1) - C (1)	1.803 (6)
P (1) - C (21)	1.805 (10)
P (1) - C (15)	1.807 (10)
P (1) - C (15B)	1.812 (11)
P (1) - C (21B)	1.814 (11)
S (1) - C (7)	1.632 (9)
C (1) - C (5)	1.425 (8)
C (1) - C (2)	1.427 (8)
C (2) - C (3)	1.409 (9)
C (3) - C (4)	1.384 (10)
C (4) - C (5)	1.408 (9)
C (7) - N (6)	1.31 (3)
C (7) - N (6B)	1.34 (4)
C (7) - O (8B)	1.38 (3)
C (7) - O (8)	1.42 (2)
N (6) - C (13)	1.44 (2)
O (8) - C (14)	1.39 (2)
C (9) - C (10)	1.386 (18)
C (9) - C (14)	1.39 (2)
C (10) - C (11)	1.39 (2)
C (11) - C (12)	1.397 (19)
C (12) - C (13)	1.41 (2)
C (13) - C (14)	1.329 (15)
N (6B) - C (13B)	1.43 (3)
O (8B) - C (14B)	1.40 (2)
C (9B) - C (10B)	1.382 (19)
C (9B) - C (14B)	1.39 (2)
C (10B) - C (11B)	1.40 (2)
C (11B) - C (12B)	1.41 (2)
C (12B) - C (13B)	1.41 (2)
C (13B) - C (14B)	1.329 (16)
C (15) - C (20)	1.381 (11)
C (15) - C (16)	1.395 (11)
C (16) - C (17)	1.379 (12)
C (17) - C (18)	1.374 (12)

C (18) -C (19)	1.385 (12)
C (19) -C (20)	1.369 (12)
C (15B) -C (20B)	1.385 (13)
C (15B) -C (16B)	1.392 (12)
C (16B) -C (17B)	1.379 (13)
C (17B) -C (18B)	1.378 (13)
C (18B) -C (19B)	1.386 (13)
C (19B) -C (20B)	1.382 (13)
C (21) -C (26)	1.363 (11)
C (21) -C (22)	1.389 (11)
C (22) -C (23)	1.400 (12)
C (23) -C (24)	1.343 (13)
C (24) -C (25)	1.336 (12)
C (25) -C (26)	1.394 (12)
C (21B) -C (26B)	1.374 (12)
C (21B) -C (22B)	1.397 (13)
C (22B) -C (23B)	1.394 (13)
C (23B) -C (24B)	1.317 (13)
C (24B) -C (25B)	1.321 (13)
C (25B) -C (26B)	1.402 (12)

C (1) #1-Fe (1) -C (1)	128.9 (3)
C (1) #1-Fe (1) -C (5) #1	41.0 (2)
C (1) -Fe (1) -C (5) #1	166.0 (3)
C (1) #1-Fe (1) -C (5)	166.0 (3)
C (1) -Fe (1) -C (5)	41.0 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (5)	151.0 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (3) #1	68.1 (2)
C (1) -Fe (1) -C (3) #1	121.0 (3)
C (5) #1-Fe (1) -C (3) #1	67.6 (3)
C (5) -Fe (1) -C (3) #1	107.4 (3)
C (1) #1-Fe (1) -C (3)	121.0 (3)
C (1) -Fe (1) -C (3)	68.1 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (3)	107.4 (3)
C (5) -Fe (1) -C (3)	67.6 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (3)	161.1 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (4) #1	68.1 (2)
C (1) -Fe (1) -C (4) #1	153.2 (3)
C (5) #1-Fe (1) -C (4) #1	40.3 (3)
C (5) -Fe (1) -C (4) #1	117.5 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (4) #1	39.6 (3)
C (3) -Fe (1) -C (4) #1	125.0 (3)
C (1) #1-Fe (1) -C (4)	153.2 (3)
C (1) -Fe (1) -C (4)	68.1 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (4)	117.5 (3)
C (5) -Fe (1) -C (4)	40.3 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (4)	125.0 (3)
C (3) -Fe (1) -C (4)	39.6 (3)
C (4) #1-Fe (1) -C (4)	106.0 (4)
C (1) #1-Fe (1) -C (2) #1	40.9 (2)
C (1) -Fe (1) -C (2) #1	110.1 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (2) #1	68.6 (3)
C (5) -Fe (1) -C (2) #1	127.2 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (2) #1	40.3 (3)
C (3) -Fe (1) -C (2) #1	156.8 (3)
C (4) #1-Fe (1) -C (2) #1	67.6 (3)
C (4) -Fe (1) -C (2) #1	163.1 (3)
C (1) #1-Fe (1) -C (2)	110.1 (2)

C (1) -Fe (1) -C (2)	40.9 (2)
C (5) #1-Fe (1) -C (2)	127.2 (3)
C (5) -Fe (1) -C (2)	68.6 (3)
C (3) #1-Fe (1) -C (2)	156.8 (3)
C (3) -Fe (1) -C (2)	40.3 (3)
C (4) #1-Fe (1) -C (2)	163.1 (3)
C (4) -Fe (1) -C (2)	67.6 (3)
C (2) #1-Fe (1) -C (2)	122.8 (4)
P (1) -Au (1) -S (1)	173.70 (6)
P (1) -Au (1) -Au (1) #1	106.11 (4)
S (1) -Au (1) -Au (1) #1	79.83 (5)
C (1) -P (1) -C (21)	104.7 (7)
C (1) -P (1) -C (15)	105.1 (10)
C (21) -P (1) -C (15)	106.7 (11)
C (1) -P (1) -C (15B)	102.9 (12)
C (21) -P (1) -C (15B)	109.2 (12)
C (1) -P (1) -C (21B)	104.7 (8)
C (15) -P (1) -C (21B)	102.3 (12)
C (15B) -P (1) -C (21B)	104.8 (13)
C (1) -P (1) -Au (1)	116.04 (17)
C (21) -P (1) -Au (1)	111.8 (7)
C (15) -P (1) -Au (1)	111.7 (7)
C (15B) -P (1) -Au (1)	111.6 (8)
C (21B) -P (1) -Au (1)	115.5 (9)
C (7) -S (1) -Au (1)	100.8 (3)
C (5) -C (1) -C (2)	107.6 (5)
C (5) -C (1) -P (1)	127.1 (5)
C (2) -C (1) -P (1)	125.3 (5)
C (5) -C (1) -Fe (1)	69.7 (3)
C (2) -C (1) -Fe (1)	70.1 (3)
P (1) -C (1) -Fe (1)	126.7 (3)
C (3) -C (2) -C (1)	106.9 (6)
C (3) -C (2) -Fe (1)	69.5 (4)
C (1) -C (2) -Fe (1)	69.0 (3)
C (4) -C (3) -C (2)	109.3 (6)
C (4) -C (3) -Fe (1)	70.5 (4)
C (2) -C (3) -Fe (1)	70.1 (4)
C (3) -C (4) -C (5)	108.7 (6)
C (3) -C (4) -Fe (1)	69.9 (4)
C (5) -C (4) -Fe (1)	69.4 (3)
C (4) -C (5) -C (1)	107.4 (6)
C (4) -C (5) -Fe (1)	70.2 (3)
C (1) -C (5) -Fe (1)	69.4 (3)
N (6B) -C (7) -O (8B)	111.4 (12)
N (6) -C (7) -O (8)	111.9 (11)
O (8B) -C (7) -O (8)	100.8 (14)
N (6) -C (7) -S (1)	123.5 (10)
N (6B) -C (7) -S (1)	113.9 (12)
O (8B) -C (7) -S (1)	134.7 (10)
O (8) -C (7) -S (1)	124.4 (8)
C (7) -N (6) -C (13)	106.2 (17)
C (14) -O (8) -C (7)	103.5 (14)
C (10) -C (9) -C (14)	116.5 (15)
C (9) -C (10) -C (11)	120.0 (16)
C (10) -C (11) -C (12)	123.7 (16)
C (11) -C (12) -C (13)	113.2 (15)
C (14) -C (13) -C (12)	123.6 (19)
C (14) -C (13) -N (6)	107 (2)

C (12) -C (13) -N (6)	129.1 (16)
C (13) -C (14) -C (9)	122.8 (19)
C (13) -C (14) -O (8)	111 (2)
C (9) -C (14) -O (8)	126.1 (15)
C (7) -N (6B) -C (13B)	107 (2)
C (7) -O (8B) -C (14B)	103.7 (17)
C (10B) -C (9B) -C (14B)	117.5 (17)
C (9B) -C (10B) -C (11B)	120.1 (18)
C (10B) -C (11B) -C (12B)	124.0 (18)
C (11B) -C (12B) -C (13B)	111.1 (16)
C (14B) -C (13B) -C (12B)	127 (2)
C (14B) -C (13B) -N (6B)	106 (2)
C (12B) -C (13B) -N (6B)	127.7 (19)
C (13B) -C (14B) -C (9B)	121 (2)
C (13B) -C (14B) -O (8B)	112 (2)
C (9B) -C (14B) -O (8B)	127.1 (17)
C (20) -C (15) -C (16)	118.2 (9)
C (20) -C (15) -P (1)	124.1 (12)
C (16) -C (15) -P (1)	117.7 (11)
C (17) -C (16) -C (15)	120.6 (11)
C (18) -C (17) -C (16)	119.3 (11)
C (17) -C (18) -C (19)	121.2 (11)
C (20) -C (19) -C (18)	118.5 (11)
C (19) -C (20) -C (15)	122.0 (11)
C (20B) -C (15B) -C (16B)	118.7 (11)
C (20B) -C (15B) -P (1)	113.7 (14)
C (16B) -C (15B) -P (1)	127.4 (14)
C (17B) -C (16B) -C (15B)	121.8 (12)
C (18B) -C (17B) -C (16B)	117.1 (13)
C (17B) -C (18B) -C (19B)	123.1 (12)
C (20B) -C (19B) -C (18B)	117.7 (12)
C (19B) -C (20B) -C (15B)	121.1 (12)
C (26) -C (21) -C (22)	118.8 (10)
C (26) -C (21) -P (1)	119.5 (12)
C (22) -C (21) -P (1)	121.6 (12)
C (21) -C (22) -C (23)	119.3 (11)
C (24) -C (23) -C (22)	120.4 (11)
C (25) -C (24) -C (23)	120.6 (12)
C (24) -C (25) -C (26)	120.7 (12)
C (21) -C (26) -C (25)	120.1 (12)
C (26B) -C (21B) -C (22B)	116.1 (11)
C (26B) -C (21B) -P (1)	127.6 (14)
C (22B) -C (21B) -P (1)	116.3 (14)
C (23B) -C (22B) -C (21B)	119.4 (12)
C (24B) -C (23B) -C (22B)	122.7 (13)
C (23B) -C (24B) -C (25B)	119.6 (13)
C (24B) -C (25B) -C (26B)	120.6 (14)
C (21B) -C (26B) -C (25B)	121.6 (13)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:
#1 -x+1, y, -z+1/2

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 224MMD08. The anisotropic displacement factor exponent takes the form:
 $-2 \pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Fe (1)	89 (1)	69 (1)	50 (1)	0	26 (1)	0
Au (1)	82 (1)	77 (1)	66 (1)	0 (1)	33 (1)	-7 (1)
P (1)	76 (1)	79 (1)	54 (1)	-4 (1)	28 (1)	-7 (1)
S (1)	87 (1)	80 (1)	95 (1)	21 (1)	48 (1)	9 (1)
C (1)	86 (4)	71 (4)	54 (3)	0 (3)	37 (3)	0 (3)
C (2)	69 (4)	91 (4)	65 (3)	-1 (3)	26 (3)	-9 (3)
C (3)	92 (5)	109 (5)	66 (4)	-12 (4)	31 (3)	-24 (4)
C (4)	140 (6)	73 (4)	79 (4)	-6 (3)	60 (4)	-27 (4)
C (5)	122 (5)	77 (4)	56 (3)	4 (3)	36 (3)	-8 (4)
C (7)	97 (5)	91 (5)	93 (5)	13 (4)	23 (4)	-22 (4)
N (6)	102 (5)	101 (5)	131 (6)	-1 (5)	61 (4)	-1 (4)
O (8)	105 (5)	105 (5)	133 (5)	13 (4)	73 (4)	-4 (4)
C (9)	111 (5)	113 (6)	147 (6)	-7 (5)	74 (4)	-4 (4)
C (10)	111 (6)	113 (7)	155 (7)	-11 (5)	70 (5)	-3 (5)
C (11)	110 (5)	109 (6)	154 (7)	-12 (5)	66 (5)	0 (5)
C (12)	111 (5)	106 (5)	148 (7)	-10 (5)	63 (5)	2 (4)
C (13)	102 (4)	99 (4)	137 (6)	-7 (4)	62 (4)	-5 (3)
C (14)	106 (4)	105 (5)	137 (5)	-5 (4)	67 (4)	-6 (4)
N (6B)	107 (6)	105 (6)	134 (5)	4 (5)	72 (5)	-2 (4)
O (8B)	102 (5)	98 (5)	135 (6)	1 (5)	58 (4)	-3 (4)
C (9B)	112 (5)	106 (5)	146 (7)	-10 (5)	64 (5)	0 (4)
C (10B)	113 (6)	112 (6)	153 (7)	-14 (5)	68 (5)	-2 (5)
C (11B)	110 (6)	117 (7)	151 (7)	-13 (5)	73 (5)	-1 (5)
C (12B)	108 (6)	113 (6)	143 (6)	-7 (5)	73 (5)	-3 (5)
C (13B)	106 (5)	105 (5)	138 (5)	-6 (4)	69 (4)	-5 (4)
C (14B)	105 (4)	101 (4)	138 (6)	-7 (4)	61 (4)	-5 (4)
C (15)	82 (3)	104 (4)	62 (3)	-2 (3)	24 (3)	2 (3)
C (16)	85 (3)	111 (4)	64 (3)	3 (3)	24 (3)	6 (3)
C (17)	86 (4)	114 (4)	66 (4)	2 (3)	24 (3)	9 (3)
C (18)	84 (3)	113 (4)	68 (4)	3 (4)	21 (3)	5 (3)
C (19)	83 (3)	111 (4)	68 (4)	2 (4)	22 (3)	3 (3)
C (20)	82 (3)	107 (4)	66 (4)	1 (3)	24 (3)	3 (3)
C (15B)	83 (3)	105 (4)	63 (3)	-1 (3)	23 (3)	3 (3)
C (16B)	85 (3)	111 (4)	65 (3)	2 (3)	24 (3)	6 (3)
C (17B)	86 (4)	114 (4)	66 (4)	3 (3)	23 (3)	8 (3)
C (18B)	84 (3)	113 (4)	67 (4)	1 (4)	21 (3)	5 (3)
C (19B)	83 (3)	112 (4)	67 (4)	1 (4)	21 (3)	4 (3)
C (20B)	83 (3)	107 (4)	65 (4)	0 (3)	23 (3)	3 (3)
C (21)	95 (4)	84 (4)	61 (5)	-2 (3)	35 (4)	7 (4)
C (22)	101 (5)	97 (5)	79 (5)	-14 (4)	30 (4)	9 (4)
C (23)	109 (6)	103 (5)	77 (6)	-24 (4)	27 (5)	14 (4)
C (24)	107 (5)	110 (5)	73 (6)	-18 (4)	34 (5)	15 (4)
C (25)	97 (5)	103 (4)	71 (6)	-11 (4)	38 (4)	10 (4)
C (26)	94 (4)	93 (4)	68 (5)	-7 (4)	38 (4)	8 (3)
C (21B)	94 (4)	85 (5)	63 (5)	-4 (4)	35 (4)	6 (4)
C (22B)	100 (5)	96 (5)	73 (5)	-11 (4)	29 (4)	8 (4)
C (23B)	107 (5)	105 (5)	77 (6)	-25 (4)	27 (5)	14 (5)

C (24B)	110 (5)	108 (5)	70 (6)	-16 (4)	36 (5)	15 (5)
C (25B)	101 (5)	102 (5)	70 (6)	-10 (4)	41 (4)	11 (4)
C (26B)	94 (4)	91 (5)	68 (5)	-8 (4)	37 (4)	9 (4)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{Å}^2 \times 10^3$) for 224MMD08.

	x	y	z	U (eq)
H (2)	4089	1722	2542	90
H (3)	3718	-250	2065	107
H (4)	4525	-1601	2985	110
H (5)	5434	-510	4052	101
H (9)	7412	4452	972	140
H (10)	8102	2946	1094	145
H (11)	8234	1627	2060	143
H (12)	7582	1576	2815	141
H (9B)	7570	1740	2379	141
H (10B)	8092	1964	1493	145
H (11B)	7874	3485	663	143
H (12B)	7144	4900	694	137
H (16)	5708	975	5509	106
H (17)	6624	154	6439	109
H (18)	7572	150	6222	109
H (19)	7640	1076	5133	108
H (20)	6732	1927	4231	104
H (16B)	5860	705	5540	106
H (17B)	6845	-143	6260	109
H (18B)	7712	271	5915	108
H (19B)	7566	1150	4718	108
H (20B)	6566	1946	3989	104
H (22)	5498	3886	5167	113
H (23)	4887	4460	5891	119
H (24)	3969	3543	5769	116
H (25)	3606	2122	4896	106
H (26)	4209	1480	4189	99
H (22B)	5713	3470	5392	109
H (23B)	5234	4076	6246	118
H (24B)	4237	3554	6098	115
H (25B)	3679	2357	5119	106
H (26B)	4127	1671	4248	99

COMPUESTO 10

Table 1. Crystal data and structure refinement for **Au-Benzotiazol**.

Sample code	024MMD08	
Project Title	Au-Benzotiazol	
Empirical formula	C ₄₈ H ₃₆ Au ₂ Fe N ₂ P ₂ S ₄	
Formula weight	1280.75	
Temperature	298(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	C2/c	
Unit cell dimensions	a = 22.0779(16) Å	α = 90°.
	b = 12.5005(9) Å	β = 112.6260(10)°.
	c = 17.8884(13) Å	γ = 90°.
Volume	4557.0(6) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.867 Mg/m ³	
Absorption coefficient	7.027 mm ⁻¹	
F(000)	2464	
Crystal size / shape / color	0.20 x 0.17 x 0.13 mm / Prism/ Yellow	
Theta range for data collection	1.91 to 25.33°.	
Diffractionmeter used /Scan Mode	Bruker Smart APEX AXS CCD area detector/ omega scans	
Index ranges	-26 ≤ h ≤ 26, -15 ≤ k ≤ 15, -21 ≤ l ≤ 21	
Reflections collected	18523	
Independent reflections	4159 [R(int) = 0.0857]	
Completeness to theta = 25.33°	100.0 %	
Absorption correction	Analytical	
Max. and min. transmission	0.4753 and 0.3036	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4159 / 133 / 295	
Goodness-of-fit on F ²	0.824	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0374, wR2 = 0.0594	
R indices (all data)	R1 = 0.0670, wR2 = 0.0641	
Largest diff. peak and hole	1.182 and -0.637 e.Å ⁻³	
Solved by	Simon Hernandez-Ortega	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for **Au-Benzotiazol**. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Fe(1)	5000	4752(1)	7500	70(1)
Au(1)	4418(1)	1590(1)	6686(1)	70(1)
P(1)	4593(1)	2938(2)	5954(1)	66(1)
N(3)	3243(3)	1823(5)	7377(3)	80(2)
S(1)	3417(1)	258(2)	8466(2)	118(1)
S(2)	4149(1)	217(2)	7373(1)	85(1)
C(1)	5067(3)	4032(6)	6514(4)	63(2)
C(2)	4927(3)	5139(6)	6368(4)	78(2)
C(3)	5428(4)	5718(6)	6933(5)	93(2)
C(4)	5893(4)	4995(7)	7444(4)	88(2)
C(5)	5684(3)	3974(6)	7190(4)	73(2)
C(6)	5000(4)	2480(5)	5309(4)	74(2)
C(7)	5601(4)	2891(6)	5364(4)	84(2)
C(8)	5912(4)	2496(6)	4888(5)	101(2)
C(9)	5664(7)	1621(14)	4416(12)	105(3)
C(10)	5118(8)	1116(15)	4417(13)	105(3)
C(11)	4808(7)	1545(12)	4877(12)	101(4)
C(9A)	5589(9)	1780(30)	4294(18)	105(4)
C(10A)	4956(10)	1500(30)	4135(16)	103(4)
C(11A)	4673(10)	1870(30)	4640(14)	100(4)
C(12)	3832(3)	3529(5)	5285(4)	72(2)
C(13)	3287(4)	3455(5)	5463(4)	86(2)
C(14)	2705(4)	3931(7)	5006(6)	111(3)
C(15)	2664(4)	4498(8)	4329(6)	129(4)
C(16)	3213(5)	4571(7)	4126(4)	129(4)
C(17)	3790(4)	4087(6)	4605(4)	102(3)
C(18)	3584(3)	867(6)	7694(4)	73(2)
C(19)	2455(5)	2804(7)	7627(5)	140(4)
C(20)	2058(5)	2931(7)	8043(7)	157(5)
C(21)	2066(4)	2269(9)	8652(7)	137(4)

C(22)	2474(5)	1387(7)	8825(5)	136(4)
C(23)	2877(3)	1228(5)	8395(5)	76(2)
C(24)	2858(4)	1926(6)	7795(5)	92(3)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for **Au-Benzotiazol**.

Fe(1)-C(2)#1	2.027(6)	C(2)-C(3)	1.382(8)
Fe(1)-C(2)	2.027(6)	C(3)-C(4)	1.408(9)
Fe(1)-C(3)#1	2.030(7)	C(4)-C(5)	1.374(8)
Fe(1)-C(3)	2.030(7)	C(6)-C(11A)	1.366(7)
Fe(1)-C(1)#1	2.036(6)	C(6)-C(11)	1.375(6)
Fe(1)-C(1)	2.036(6)	C(6)-C(7)	1.390(8)
Fe(1)-C(4)#1	2.036(7)	C(7)-C(8)	1.376(9)
Fe(1)-C(4)	2.036(7)	C(8)-C(9)	1.361(5)
Fe(1)-C(5)	2.044(7)	C(8)-C(9A)	1.362(6)
Fe(1)-C(5)#1	2.044(7)	C(9)-C(10)	1.362(5)
Au(1)-P(1)	2.2571(18)	C(10)-C(11)	1.364(5)
Au(1)-S(2)	2.3163(18)	C(9A)-C(10A)	1.361(6)
Au(1)-Au(1)#1	3.0539(5)	C(10A)-C(11A)	1.363(6)
P(1)-C(1)	1.778(7)	C(12)-C(13)	1.362(7)
P(1)-C(12)	1.805(6)	C(12)-C(17)	1.374(7)
P(1)-C(6)	1.807(6)	C(13)-C(14)	1.365(8)
N(3)-C(24)	1.337(8)	C(14)-C(15)	1.377(8)
N(3)-C(18)	1.410(8)	C(15)-C(16)	1.394(8)
S(1)-C(23)	1.671(6)	C(16)-C(17)	1.372(7)
S(1)-C(18)	1.736(7)	C(19)-C(20)	1.359(7)
S(2)-C(18)	1.760(7)	C(19)-C(24)	1.372(7)
C(1)-C(2)	1.419(8)	C(20)-C(21)	1.364(8)
C(1)-C(5)	1.435(8)	C(21)-C(22)	1.382(8)

C(22)-C(23)	1.396(8)	C(23)-C(24)	1.372(7)
C(2)#1-Fe(1)-C(2)	152.4(4)	C(4)-Fe(1)-C(5)	39.4(2)
C(2)#1-Fe(1)-C(3)#1	39.8(2)	C(2)#1-Fe(1)-C(5)#1	68.0(3)
C(2)-Fe(1)-C(3)#1	118.9(3)	C(2)-Fe(1)-C(5)#1	127.0(3)
C(2)#1-Fe(1)-C(3)	118.9(3)	C(3)#1-Fe(1)-C(5)#1	67.2(3)
C(2)-Fe(1)-C(3)	39.8(2)	C(3)-Fe(1)-C(5)#1	162.5(4)
C(3)#1-Fe(1)-C(3)	107.0(5)	C(1)#1-Fe(1)-C(5)#1	41.2(2)
C(2)#1-Fe(1)-C(1)#1	40.9(2)	C(1)-Fe(1)-C(5)#1	109.4(3)
C(2)-Fe(1)-C(1)#1	165.2(3)	C(4)#1-Fe(1)-C(5)#1	39.4(2)
C(3)#1-Fe(1)-C(1)#1	68.1(3)	C(4)-Fe(1)-C(5)#1	156.3(4)
C(3)-Fe(1)-C(1)#1	154.0(3)	C(5)-Fe(1)-C(5)#1	123.2(4)
C(2)#1-Fe(1)-C(1)	165.2(3)	P(1)-Au(1)-S(2)	175.42(6)
C(2)-Fe(1)-C(1)	40.9(2)	P(1)-Au(1)-Au(1)#1	106.47(4)
C(3)#1-Fe(1)-C(1)	154.0(3)	S(2)-Au(1)-Au(1)#1	77.75(5)
C(3)-Fe(1)-C(1)	68.1(3)	C(1)-P(1)-C(12)	104.7(3)
C(1)#1-Fe(1)-C(1)	127.6(4)	C(1)-P(1)-C(6)	105.9(3)
C(2)#1-Fe(1)-C(4)#1	67.7(3)	C(12)-P(1)-C(6)	105.7(3)
C(2)-Fe(1)-C(4)#1	107.9(3)	C(1)-P(1)-Au(1)	116.3(2)
C(3)#1-Fe(1)-C(4)#1	40.5(3)	C(12)-P(1)-Au(1)	111.5(2)
C(3)-Fe(1)-C(4)#1	125.6(4)	C(6)-P(1)-Au(1)	111.9(2)
C(1)#1-Fe(1)-C(4)#1	68.2(3)	C(24)-N(3)-C(18)	102.2(6)
C(1)-Fe(1)-C(4)#1	120.2(3)	C(23)-S(1)-C(18)	89.2(4)
C(2)#1-Fe(1)-C(4)	107.9(3)	C(18)-S(2)-Au(1)	100.9(2)
C(2)-Fe(1)-C(4)	67.7(3)	C(2)-C(1)-C(5)	105.8(6)
C(3)#1-Fe(1)-C(4)	125.6(4)	C(2)-C(1)-P(1)	127.4(5)
C(3)-Fe(1)-C(4)	40.5(3)	C(5)-C(1)-P(1)	126.7(6)
C(1)#1-Fe(1)-C(4)	120.2(3)	C(2)-C(1)-Fe(1)	69.2(4)
C(1)-Fe(1)-C(4)	68.2(3)	C(5)-C(1)-Fe(1)	69.7(4)
C(4)#1-Fe(1)-C(4)	162.8(5)	P(1)-C(1)-Fe(1)	127.2(3)
C(2)#1-Fe(1)-C(5)	127.0(3)	C(3)-C(2)-C(1)	108.7(6)
C(2)-Fe(1)-C(5)	68.0(3)	C(3)-C(2)-Fe(1)	70.2(4)
C(3)#1-Fe(1)-C(5)	162.5(4)	C(1)-C(2)-Fe(1)	69.9(4)
C(3)-Fe(1)-C(5)	67.2(3)	C(2)-C(3)-C(4)	108.5(7)
C(1)#1-Fe(1)-C(5)	109.4(3)	C(2)-C(3)-Fe(1)	70.0(4)
C(1)-Fe(1)-C(5)	41.2(2)	C(4)-C(3)-Fe(1)	70.0(4)
C(4)#1-Fe(1)-C(5)	156.3(4)	C(5)-C(4)-C(3)	108.3(7)

C(5)-C(4)-Fe(1)	70.6(4)	C(22)-C(23)-S(1)	130.5(7)
C(3)-C(4)-Fe(1)	69.5(4)	N(3)-C(24)-C(19)	116.9(8)
C(4)-C(5)-C(1)	108.7(7)	N(3)-C(24)-C(23)	122.9(7)
C(4)-C(5)-Fe(1)	70.0(4)	C(19)-C(24)-C(23)	120.1(6)
C(1)-C(5)-Fe(1)	69.1(4)		
C(11A)-C(6)-C(7)	115.9(8)		
C(11)-C(6)-C(7)	115.7(7)		
C(11A)-C(6)-P(1)	120.7(8)		
C(11)-C(6)-P(1)	120.5(7)		
C(7)-C(6)-P(1)	122.2(5)		
C(8)-C(7)-C(6)	120.9(7)		
C(9)-C(8)-C(7)	119.6(8)		
C(9A)-C(8)-C(7)	118.8(9)		
C(8)-C(9)-C(10)	121.1(8)		
C(9)-C(10)-C(11)	117.9(8)		
C(10)-C(11)-C(6)	123.8(8)		
C(10A)-C(9A)-C(8)	121.3(9)		
C(9A)-C(10A)-C(11A)	118.0(9)		
C(10A)-C(11A)-C(6)	123.1(11)		
C(13)-C(12)-C(17)	118.5(6)		
C(13)-C(12)-P(1)	119.9(6)		
C(17)-C(12)-P(1)	121.6(6)		
C(12)-C(13)-C(14)	122.9(7)		
C(15)-C(14)-C(13)	118.6(7)		
C(14)-C(15)-C(16)	119.6(7)		
C(17)-C(16)-C(15)	120.0(6)		
C(16)-C(17)-C(12)	120.5(6)		
N(3)-C(18)-S(1)	116.6(5)		
N(3)-C(18)-S(2)	126.5(5)		
S(1)-C(18)-S(2)	116.8(4)		
C(20)-C(19)-C(24)	118.3(6)		
C(19)-C(20)-C(21)	123.7(7)		
C(20)-C(21)-C(22)	118.0(7)		
C(21)-C(22)-C(23)	119.3(7)		
C(24)-C(23)-C(22)	120.5(6)		
C(24)-C(23)-S(1)	109.0(6)		

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x+1,y,-z+3/2

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for **Au-Benzotiazol**. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Fe(1)	82(1)	78(1)	47(1)	0	21(1)	0
Au(1)	71(1)	84(1)	61(1)	-1(1)	32(1)	-9(1)
P(1)	68(1)	84(1)	47(1)	0(1)	24(1)	-7(1)
N(3)	86(4)	103(5)	72(4)	-15(4)	52(4)	-48(4)
S(1)	139(2)	116(2)	129(2)	19(2)	86(2)	15(2)
S(2)	87(1)	89(1)	95(2)	14(1)	55(1)	5(1)
C(1)	71(5)	71(5)	51(4)	-2(4)	29(4)	-3(4)
C(2)	93(6)	85(6)	47(5)	5(4)	18(4)	-6(5)
C(3)	132(7)	71(6)	83(6)	-10(5)	49(5)	-30(6)
C(4)	96(6)	107(7)	59(5)	-11(5)	27(4)	-27(6)
C(5)	63(5)	95(6)	61(5)	-10(4)	25(4)	-11(4)
C(6)	95(6)	78(5)	60(5)	-7(4)	43(4)	-9(4)
C(7)	102(6)	88(5)	75(5)	-4(4)	49(5)	-2(5)
C(8)	123(5)	107(6)	96(5)	-8(4)	69(5)	-7(4)
C(9)	138(6)	111(6)	88(6)	-14(5)	67(5)	-1(5)
C(10)	138(6)	106(7)	85(7)	-27(6)	56(5)	-13(5)
C(11)	130(6)	105(7)	82(7)	-24(6)	57(5)	-22(6)
C(9A)	137(6)	110(7)	90(7)	-13(5)	67(6)	-4(6)
C(10A)	137(6)	105(7)	84(7)	-21(6)	61(6)	-12(6)
C(11A)	130(7)	107(8)	81(8)	-26(7)	59(6)	-23(7)
C(12)	67(5)	88(5)	53(5)	-5(4)	13(4)	-2(4)
C(13)	79(5)	85(5)	82(5)	-12(5)	16(5)	-5(5)
C(14)	74(7)	113(8)	125(9)	-16(6)	13(6)	-16(5)
C(15)	81(7)	129(9)	118(9)	-26(7)	-27(6)	11(6)
C(16)	114(8)	159(9)	73(6)	16(6)	-7(6)	2(8)

C(17)	85(6)	140(7)	61(6)	12(5)	6(5)	-7(5)
C(18)	79(5)	76(5)	70(5)	0(4)	36(4)	-20(4)
C(19)	143(9)	115(8)	178(11)	12(7)	81(8)	20(7)
C(20)	146(9)	124(9)	259(16)	-25(9)	143(11)	9(7)
C(21)	120(9)	134(10)	203(13)	-45(9)	114(9)	-22(7)
C(22)	131(9)	132(9)	170(10)	-42(7)	87(8)	-38(7)
C(23)	64(5)	79(6)	96(6)	-12(4)	42(4)	1(4)
C(24)	80(6)	56(6)	117(8)	5(5)	12(5)	5(4)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for **Au-Benzotiazol**.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	4560	5426	5960	93
H(3)	5454	6460	6970	112
H(4)	6276	5178	7878	106
H(5)	5906	3348	7419	87
H(7)	5795	3441	5728	101
H(8)	6290	2825	4888	121
H(9)	5870	1364	4087	127
H(10)	4961	499	4115	127
H(11)	4447	1185	4898	121
H(9A)	5805	1479	3990	126
H(10A)	4724	1067	3695	123
H(11A)	4235	1703	4524	121
H(13)	3312	3062	5915	104
H(14)	2343	3873	5150	134
H(15)	2273	4830	4008	155
H(16)	3188	4948	3667	154
H(17)	4155	4138	4468	123
H(19)	2453	3300	7238	168
H(20)	1765	3502	7904	188
H(21)	1804	2407	8943	164
H(22)	2480	904	9223	163