



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**SÍNTESIS DE COMPLEJOS MONONUCLEARES DE Sn(IV) DERIVADOS DE
LIGANTES TETRADENTADOS**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

QUÍMICO

PRESENTA:

ADRIÁN RAÚL TÉLLEZ BARRAGÁN

MÉXICO, D.F.

AÑO 2014





Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Dra. Rocío Pozas Horcasitas

VOCAL: Dra. Martha Eva de los Ángeles Rodríguez Pérez

SECRETARIO: Dra. Elizabeth Gómez Pérez

1er. SUPLENTE: M. en C. Leticia Valle Arizmendi

2° SUPLENTE: M. en C. Armando Cortés Lozada

La presente tesis se desarrolló en el laboratorio 5 del Departamento de Química Inorgánica del Instituto de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México, con el apoyo del proyecto IN 200-911 PAPIIT.

Dra. Elizabeth Gómez Pérez

Asesor

M. en C. Armando Cortes Lozada

Supervisor técnico

Adrián Raúl Téllez Barragán

SUSTENTANTE

DEDICATORIAS

A DIOS por haberme dado la vida, por haberme dado todo lo que soy y lo que seré. Por haberme dado la oportunidad de estudiar esta maravillosa carrera.

A mi madre María de Guadalupe, por cubrirme con su manto siempre en todo momento y por haberme dado a la mejor madre y las mejores hermanas y amigas.

A mis padres Raúl y Cecilia por todo el apoyo que me dieron y por ser siempre mi ejemplo a seguir. Gracias papá por enseñarme el hermoso hábito de la lectura, gracias mamá, por alentarme siempre a seguir a delante y no rendirme. Gracias por todos los sueños que me permitieron cumplir y por ayudarme a alcanzar cada una de mis metas.

A mis hermanas Aura y Yolanda por esos momentos de compañía y de travesuras. Gracias por esas noches de pláticas, sustos y películas.

A mi sobrino Alan Raúl por esos momentos de alegría y por los ratos de película.

A mis profesores porque de todos ellos tuve la oportunidad de aprender algo.

A mis amigos y conocidos porque de ellos también aprendí.

A las familias Álvarez Garibay, García Tirado y García Espinoza

A la M. en C. Imelda Velásquez Montes por la oportunidad de dar mis primeras clases a nivel licenciatura como ayudante en el laboratorio de Química Inorgánica en la facultad de Química. Gracias porque usted fue la primera persona con la que trabaje haciendo lo que me gusta, la docencia y la química, gracias por la enseñanza de vida que en mí dejó. Gracias también por creer en mí y por dejarme hacerla de profesor, aun cuando apenas era un estudiante. Gracias por enseñarme a hacer una mejor persona y un mejor químico.

A la Dra. Lena Ruiz Azuara por brindarme la oportunidad de trabajar con usted en tan maravilloso proyecto. Gracias por abrirme las puertas de su laboratorio y por todo lo que en él aprendí. Gracias por permitirme ser parte de su equipo y gracias también por la confianza que depositó en mí.

A mi maestra Silvia Guadalupe Domínguez, por hacerme creer que podía siempre ser alguien mejor y que indirectamente me hizo escoger esta hermosa carrera

Al maestro Antolín Cruz por ser el primero en enseñarme esta maravillosa ciencia y que gracias a él decidí seguir este camino.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por haberme abierto las puertas a el mundo maravilloso del saber. Gracias por haberme permitido estudiar para ser una mejor persona y por todo el conocimiento que adquirí a través de cada uno de los eventos, conferencia y talleres organizados.

A la Facultad de Química por haberme dado los conocimientos necesarios para poder cumplir mi sueño de convertirme en un gran químico y poder ayudar a tener un mejor país. Muchas gracias también a la señora Martha, bibliotecaria y gran amiga adscrita a la biblioteca de licenciatura de la facultad por esas charlas tan amenas y los libros prestados.

Al Instituto de Química por haberme dado la oportunidad de aplicar todos los conocimientos adquiridos a través de la carrera, por permitirme realizar mi tesis de Licenciatura y conocer a personas extraordinarias que contribuyeron en mi formación profesional.

A la Dra. Elizabeth Gómez Pérez, directora de este trabajo de tesis, por recibirme en su laboratorio y por la oportunidad y la confianza que me brindo para poder realizar este trabajo. Muchas gracias por la confianza depositada en mi persona y por todo el conocimiento que me compartió en este tiempo de trabajo.

Al Dr. Francisco Javier Pérez y al IQ, Luis Velasco Ibarra por las determinaciones de Espectrometría de Masas.

Al Dr. Rolando García Luna por haber creído en mí y por el conocimiento que me compartió.

A mi asesor técnico, M. en C. Armando Cortes Lozada por la revisión y las correcciones realizadas para esta tesis. También por sus consejos pero sobre todo por querer asesorarme y dirigirme en este proyecto que tanto me dejó; así como por la amistad que me brindó durante toda mi estancia en el laboratorio.

Gracias también a todos mis amigos y compañeros del Laboratorio de Química Inorgánica 5 del Instituto de Química, M. en C. Armando Cortes, M. en C. Arturo González, M. en C. José Galván, Dr. Guillermo Chans, Joaquín, Alejandro, Iván, Marco y Hugo por esas charlas tan amenas y esos seminarios y tardes de debates.

Agradezco también a mis amigas con los cuales comencé esta aventura y que me acompañaron durante toda mi carrera en la Facultad: Q.F.B Carmen Martínez y Q.A. Barbará Moreno.

Gracias a los amigos que hice durante mi pasar en la Facultad y en el Instituto: Q. Lidia Márquez, Q. Leticia Juárez, Luis, Víctor, Anabel, Mirza, Jacqueline. Hermanito Armando Zúñiga, gracias por esas tardes de conversación.

Te agradezco también a ti mi querida amiga Lizbeth Jiménez Abasolo, porque gracias a ti tuve mi primer trabajo, que me dejó grandes satisfacciones. Gracias también amiga por esas tardes de concierto.

Al Dr. Antonio Buitrón Peralta por esas excelentes clases de química en las aulas de la preparatoria 3.

A la maestra Aurelia Mota Hernández por enseñarme a hablar en público y por las bases que me dio para ser siempre un alumno de excelencia.

A ti mi estimado amigo Leobardo Álvarez por tan interesantes charlas y visitas guiadas, por permitirnos conocer más acerca de la historia de México y la iconografía religiosa.

A mis amigos Juan y Mario, gracias por esos desayunos tan deliciosos que compartimos, acompañados de agradables pláticas.

A todos mis amigos y compañeros de la Prepa 3: Alejandra, Yara, Nancy, Roberto, Dr. Daniel Velázquez, Gerard, Ing. Manuel Otero.

A mis amigos: Padre Enrique García Mejía, excelente sacerdote y guía espiritual, Lic. Mónica Cerón por esas salidas nocturnas y noches de juego.

A ti, mi querido amigo Q. Jesús Rivera López por esas pláticas tan amenas y esas asesorías que me brindaste en momentos difíciles. Gracias por estar allí y compartir tu conocimiento y amistad.

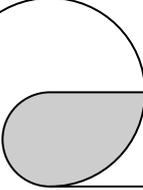
Al honorable jurado por las observaciones realizadas para que este trabajo fuera excelente.

A todas las personas que han pasado por mi vida y que no menciono, no por falta de interés o porque sean menos importantes y que han dejado un mensaje en mi vida...

GRACIAS

“Me formare buenos hábitos, y seré el esclavo de esos hábitos”

Og Mandino



“Hoy comienzo una nueva vida. Hoy mudare mi viejo pellejo que ha sufrido, durante tanto tiempo, las contusiones del fracaso y las heridas de la mediocridad.

Hoy nazco de nuevo y mi lugar de nacimiento es una viña donde hay fruto para todos.

Hoy cosecharé uvas de sabiduría de las vides más altas y cargadas de fruta de la viña, porque estas fueron plantadas por los más sabios de mi profesión que han venido antes que yo, de generación en generación.

Hoy saborearé el gusto de las uvas frescas de las vides, y ciertamente me tragaré la semilla del éxito encerrada en cada una y una nueva vida retoñara dentro de mí.

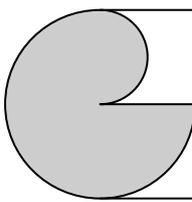
La carrera que he escogido está repleta de oportunidades, y al mismo tiempo está llena de angustia y desesperación, y los cadáveres de aquellos que han fracasado, si se los pusiera uno encima de otro, proyectarían su sombra por encima del otro.

Y sin embargo no fracasaré como los otros, puesto que en mis manos sostengo las cartas que me guiarán a través de las corrientes peligrosas hasta las playas que sólo ayer me parecían un sueño.

El fracaso no será mi recompensa por la lucha. Así como la naturaleza no ha hecho provisión alguna para que mi cuerpo tolere el dolor, tampoco ha hecho provisión para que mi vida sufra el fracaso. El fracaso, como el dolor, es ajeno en mi vida. En el pasado lo acepté como acepté el dolor.

Ahora lo rechazo y estoy preparado para abrazar la sabiduría y los principios que me sacaran de las sombras para internarme en la luz resplandeciente de la riqueza, la posición y la felicidad.

El tiempo le enseña todas las cosas a aquel que vive para siempre, pero no puedo darme el lujo de la eternidad. Y sin embargo dentro del tiempo que se me ha asignado debo practicar el arte de la paciencia, porque la naturaleza no procede jamás con apresuramiento



El tiempo le enseña todas las cosas a aquel que vive para siempre, pero no puedo darme el lujo de la eternidad. Y sin embargo dentro del tiempo que se me ha asignado debo practicar el arte de la paciencia, porque la naturaleza no procede jamás con apresuramiento

Ahora quisiera ser el más grande. . . .

¿Y como lo lograre? Porque no tengo ni los conocimientos ni la experiencia para alcanzar la grandeza, y ya he tropezado en ignorancia y caído en el charco de la compasión por mi mismo.

La respuesta es sencilla. Comenzare mi viaje sin el estorbo de los conocimientos innecesarios o la desventaja de una experiencia carente de significado. . . .“

El vendedor más grande del mundo

Og Mandino

Enséñame a hacer tu voluntad, porque tu eres mi Dios, tu espíritu bueno me Guie a tierra de rectitud.

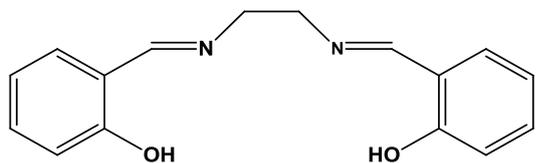
Salmo 143:10

ÍNDICE

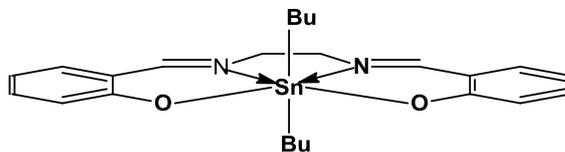
1. Introducción	1
1.1 Estaño: generalidades	1
2. Antecedentes	2
2.1 Geometrías de los compuestos de estaño	2
2.2 Hipervalencia	3
2.3 Hipervalencia en los compuestos de estaño (IV)	4
2.4 Bases de Schiff	5
2.5 Ligantes salenH ₂	7
2.6 Métodos generales de síntesis de complejos derivados de bases de Schiff utilizando óxidos de diorganoestaño(IV)	8
2.7 Complejos de diorganoestaño(IV) con átomos donadores N ₂ O ₂	11
3. Objetivos	16
3.1 Objetivo General	16
3.2 Objetivos Particulares	16
4. Discusión de Resultados	17
4.1 Síntesis y caracterización de bases de Schiff tipo salenH ₂	17
4.1.1 Caracterización por Espectroscopia de IR	17
4.1.2 Caracterización por Espectrometría de Masas	18
4.1.3 Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear de ¹ H	21
4.1.4 Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear de ¹³ C	23
4.2. Síntesis y caracterización de complejos de di-nbutilestaño(IV) derivados de ligantes tipo salenH ₂	25

4.2.1	Caracterización por Espectroscopia de IR	26
4.2.2	Caracterización por Espectrometría de Masas	27
4.2.3	Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear de ^1H	29
4.2.4	Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear de ^{13}C	32
4.2.5	Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear de ^{119}Sn	33
5.	Conclusiones	36
6.	Parte Experimental	37
6.1	Reactivos	37
6.2	Instrumentación	37
6.3	Procedimiento de síntesis de ligantes y complejos	38
7.	Bibliografía	44

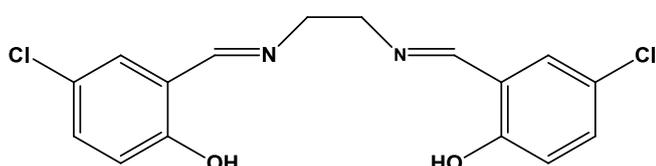
INDICE DE COMPUESTOS



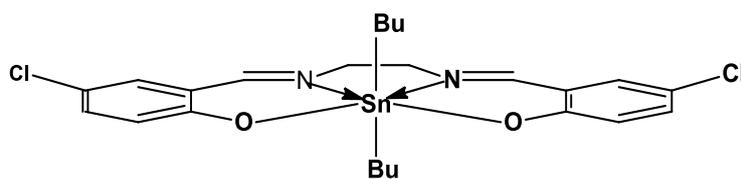
1a



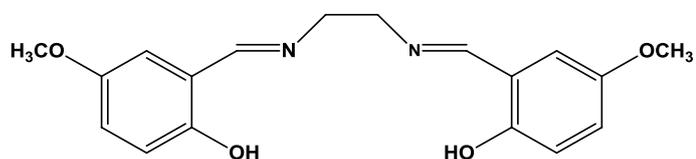
2a



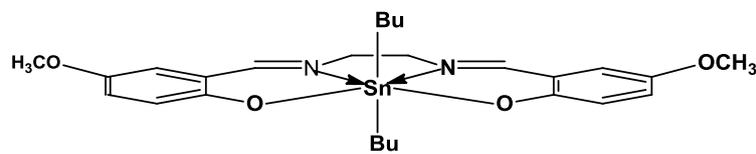
1b



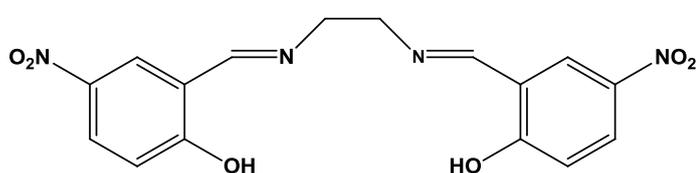
2b



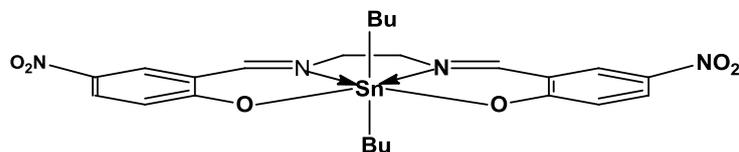
1c



2c



1d



2d

1. INTRODUCCIÓN

1.1. ESTAÑO: GENERALIDADES.

El estaño es un metal que se encuentra localizado en el grupo 14 de la tabla periódica. Esta familia de elementos se caracteriza porque, de manera general, a medida que se desciende en el grupo, existe una tendencia de carácter no metálico a metálico.¹

Todos los elementos de esta familia pueden formar compuestos con un número de oxidación de +4. Este estado de oxidación implica enlaces covalentes, incluso en el caso de los dos metales del grupo. El Sn y el Pb también presentan un estado de oxidación de +2, el único estado de oxidación en el que forman compuestos iónicos.² Por otro lado, a excepción del carbono, los elementos del grupo 14 tienen la capacidad de formar complejos con diversos números de oxidación y números de coordinación; la variación en la estabilidad de los estados de oxidación, los tipos de ligantes con los que pueden coordinarse y la diversidad de geometrías que pueden adoptar son algunas características importantes de este grupo.³

En el caso del Sn(IV), este puede combinarse con moléculas orgánicas para formar enlaces Sn-C, obteniéndose compuestos organometálicos de Sn(IV). En función del número de sustituyentes orgánicos los compuestos son llamados monoorgano-, diorgano-, triorgano- y tetraorganoestanos, de fórmula general R_nSnX_{n-1} , donde R representa al sustituyente orgánico y X a algún otro sustituyente como halógenos, oxígeno, nitrógeno, entre otros. En la actualidad, la química de los compuestos de organoestaño ha sido una de las áreas más estudiadas debido a sus diversas aplicaciones. Se ha descubierto que algunos de estos complejos tienen actividad citotóxica haciéndolos muy interesantes desde el punto de vista biológico.⁴

2. ANTECEDENTES

2.1 GEOMETRÍAS DE LOS COMPUESTOS DE ESTAÑO.

El estaño tiene dos estados de oxidación, +2 y +4, aunque el más común es el segundo. Ambos estados son estables, aunque el Sn(II) normalmente se encuentra en compuestos de fórmula general SnX_2 , nombrados comúnmente como estanilenos con ángulos de enlace entre 90° y 100° ; estos son más estables cuando están unidos a un átomo fuertemente electronegativo, por ejemplo SnF_2 ó SnCl_2 , o cuando poseen ligantes X que son extremadamente voluminosos, de otra manera pueden oxidarse a Sn(IV), también llamados estananos.

Ambos compuestos, tanto los estanilenos como los estananos tienen orbitales vacantes 5d, de manera que pueden presentar números de coordinación intermedios o altos. El Sn^{2+} adopta generalmente geometrías angular, piramidal y de tetraedro distorsionado (Figura 2.1, a) mientras que el Sn^{4+} adopta geometrías tetraédrica, bipirámide trigonal y octaédrica (Figura 2.1, b). En ambos casos los grupos X son ligantes que pueden formar una coordinación de distinta naturaleza: intramolecular, asociación intermolecular, formación de fases condensadas, oligómeros o polímeros. Las estructuras básicas de estos compuestos pueden llegar a distorsionarse e incluso formar compuestos con un número más alto del número de coordinación original.⁵ En la figura 2.1 se muestran las diferentes geometrías para los compuestos de Sn^{2+} y Sn^{4+} , así como la hibridación del átomo metálico en las diferentes geometrías.

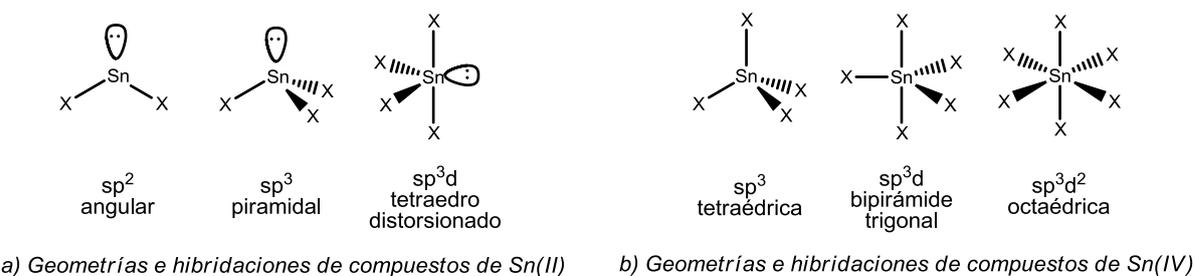


Figura 2.1. Geometrías e hibridaciones de compuestos de Sn(II) y Sn(IV)

2.2 HIPERVALENCIA

La hipervalencia es un concepto que denota a moléculas que tienen formalmente más de ocho electrones en su capa de valencia. Las moléculas hipervalentes fueron nombradas de esta manera por primera vez por Jeremy I. Musher en 1969 para describir iones complejos y compuestos del tercer periodo y superiores en los cuales se utilizarían enlaces covalentes tradicionales de Lewis (2c-2e) para expandir el octeto en el átomo central (p.ej., PCl_5 , SiF_6^{2-}).⁶

En 1920, G.N Lewis e Irving Langmuir debatieron sobre como racionalizar el enlace en estas especies, en donde el primero optaba por una expansión del octeto y el dominio del enlace de 2c-2e, mientras que el segundo se inclinaba hacia el dominio de la regla del octeto, lo que requería la suposición de que, en un enlace hipervalente, las especies eran iónicas en lugar de covalentes.

Un ejemplo de molécula hipervalente es el pentacloruro de fósforo. En este compuesto, el átomo de P ha expandido su nivel de valencia a diez electrones utilizando un orbital 3d (Figura 2.2).⁷

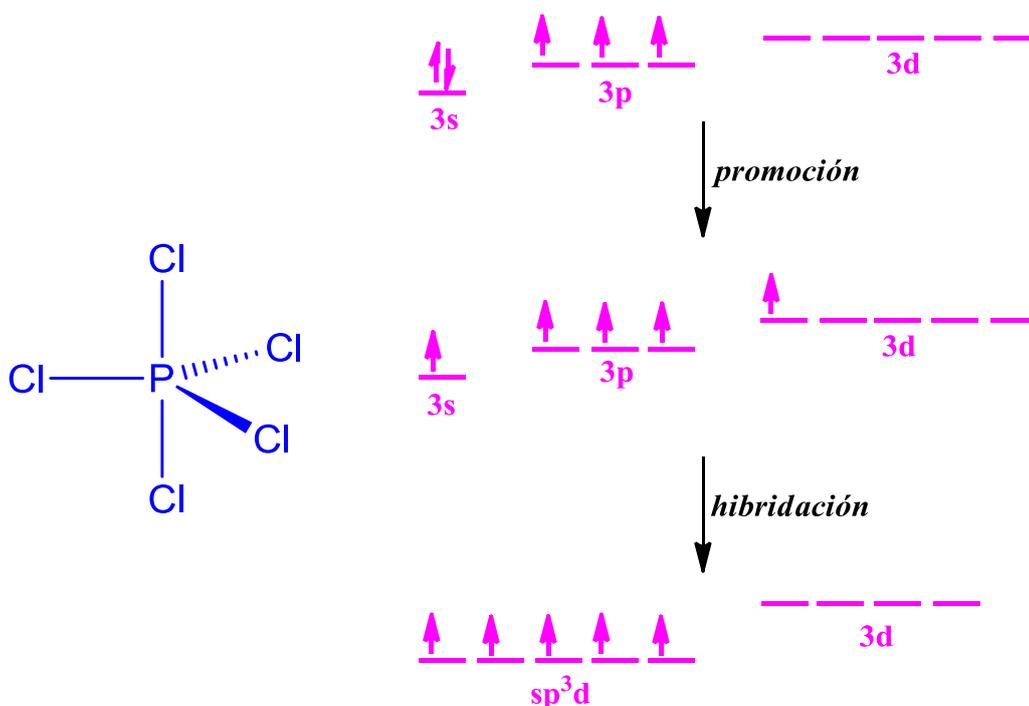


Figura 2.2. Hibridación y geometría de fósforo en el PF_5

El término hipervalencia es ampliamente utilizado debido principalmente a que la expansión del octeto y el enlace 2c-2e son un componente “necesario” del modelo de repulsión de pares electrónicos de la capa de valencia (RPECV) para la predicción de geometrías moleculares.

2.3 HIPERVALENCIA EN LOS COMPUESTOS DE ESTAÑO(IV)

El Sn(IV) es uno de los elementos que presenta el fenómeno de hipervalencia. Una vez que el Sn(IV) ha excedido los cuatro enlaces covalentes que puede formar, las interacciones con átomos donadores de pares de electrones y la expansión de la capa de valencia del estaño utilizando sus orbitales-*d*, permite la formación de enlaces coordinados generando especies penta-, hexa-, y heptacoordinadas (Figura 2.3). Durante mucho tiempo los complejos de diorganoestaño(IV) han recibido una gran atención respecto a sus características estructurales, ya que el número y la geometría de coordinación del átomo de estaño pueden ser muy variables.

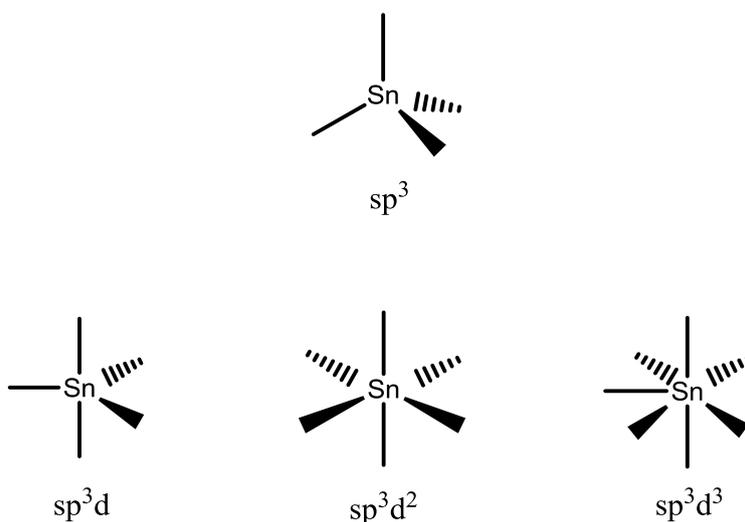
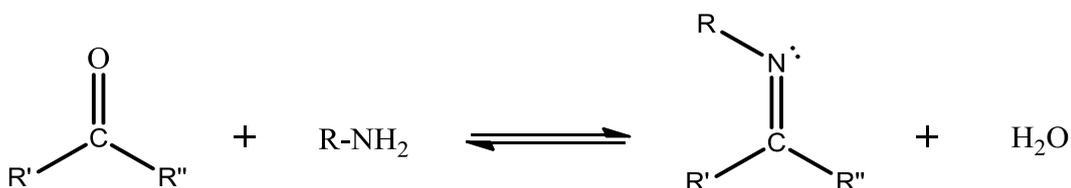


Figura 2.3. Geometrías de coordinación e hibridación esperadas para compuestos tetra-, penta-, hexa- y heptacoordinados de estaño(IV).

2.4 BASES DE SCHIFF

Las bases de Schiff o iminas son compuestos que contienen un enlace doble carbono nitrógeno y son uno de los ligandos más utilizados en Química de Coordinación. Se llaman así por ser Hugo Schiff el primero que describió su preparación en el año de 1864. La formación de una imina es un ejemplo de un tipo muy amplio de reacciones conocidas como condensaciones, en las que dos o más compuestos orgánicos se combinan, con pérdida de agua o de otra molécula pequeña; en este caso la imina se forman por la condensación de aminas primarias con aldehídos y/o cetonas. La reacción general de formación de una imina se representa en el esquema 2.1.

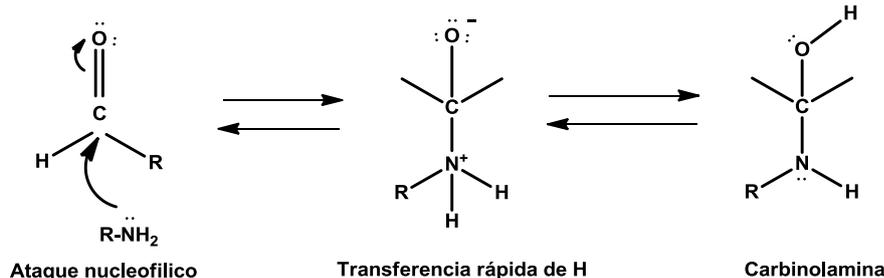


Esquema 2.1 Reacción general de formación de una imina

El mecanismo de formación de una imina comienza con la adición nucleofílica de la amina al grupo carbonilo. El ataque de la amina, seguido de la protonación del átomo de oxígeno (y de la desprotonación del átomo de nitrógeno), da un intermediario inestable denominado carbinolamina. La carbinolamina reacciona para formar una imina por pérdida de agua y formación de un enlace doble, es decir una reacción de deshidratación. La protonación del grupo hidroxilo lo transforma en un buen grupo saliente y se elimina como agua. El catión resultante se estabiliza por una estructura de resonancia con todos los octetos completos y con la carga positiva localizada en el nitrógeno. La pérdida de un protón da lugar a la imina.⁸ El mecanismo de reacción de la formación de una imina en medio neutro se muestra en el esquema 2.2.

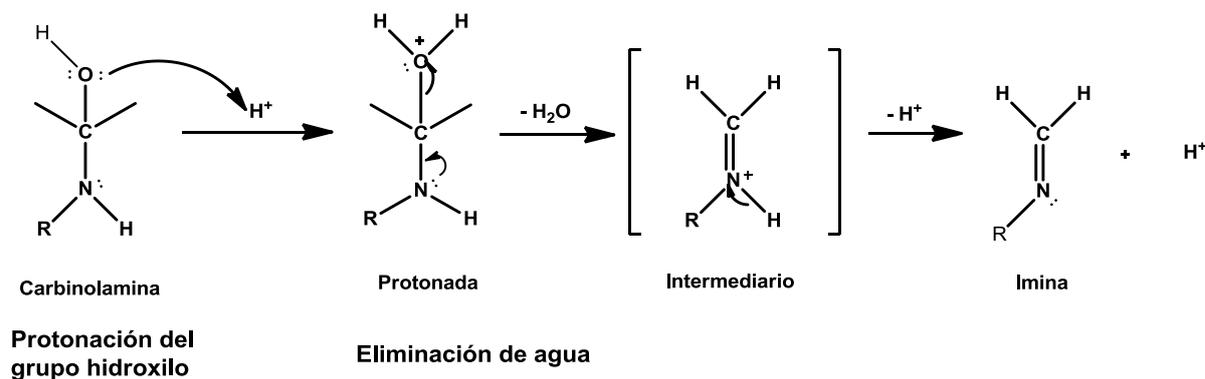
Paso 1: la amina se adiciona al carbonilo

Paso 2: protonación y desprotonación



Paso 3: eliminación de H₂O

Paso 4: formación de imina



Esquema 2.2. Mecanismo de reacción general para la formación de iminas en medio neutro.

La formación de bases de Schiff de aldehídos y cetonas es una reacción reversible y generalmente se lleva a cabo empleando catálisis ácida o básica, o simplemente, por calentamientos a reflujo utilizando una trampa Dean-Stark ó un equipo de destilación para remover el agua utilizando algún disolvente que forme un azeótropo con ésta.

Las Bases de Schiff son también utilizadas en gran medida en las determinaciones analíticas: utilizando reacciones de condensación de aminas primarias y compuestos carbonilo en los que se forma el enlace del azometino, utilizando reacciones de formación de complejos (determinación de aminas, compuestos carbonílicos e iones metálicos), o utilizando la variación en sus características espectroscópicas siguiendo cambios en el pH y el disolvente (pH o indicadores de polaridad de disolventes). Muchas de estas bases son

químicamente inestables y muestran una tendencia a estar implicadas en diversos equilibrios, como interconversiones tautoméricas, hidrólisis o formación de especies iónicas; por lo tanto, su aplicación exitosa requiere un cuidadoso estudio de sus características químicas y estructurales.

Como ya lo hemos mencionado, los ligantes tipo base de Schiff son de los más utilizados en Química Inorgánica debido a que son capaces de coordinarse a muchos elementos. En la actualidad, esta clase de compuestos se han empleado como modelos para los sistemas biológicos y en el control de la estereoquímica de los complejos con metales de transición con número de coordinación seis, entre otras aplicaciones, como por ejemplo complejos que contienen Ti(IV) y Zr(IV), que son utilizados como catalizadores para la polimerización de alquenos.⁹

2.5 LIGANTES *salenH₂*.

El ligante N,N-bis(salicilaldehído)etilendiamina (*salenH₂*) es un ligante quelatante usado en química de coordinación y catálisis homogénea (Figura 2.4). El nombre es una contracción que proviene de las palabras salicilaldehído y etilendiamina. Este ligante es un sólido amarillo brillante que es soluble en disolventes orgánicos polares. Un ligante "salen" que reacciona con algún compuesto metálico, forma tres anillos con éste, por lo que genera compuestos más estables.

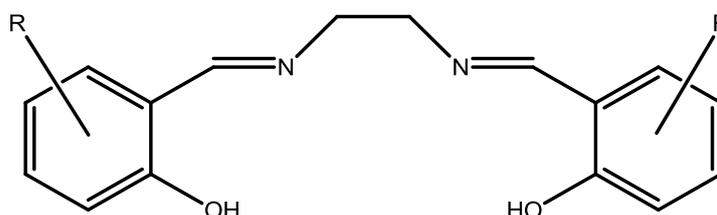


Figura 2.4 Ligantes tipo *SalenH₂*

Los compuestos derivados de *salenH₂* también son estudiados por su capacidad catalítica y por la capacidad de actuar como transportadores de oxígeno tal como lo hacen las proteínas en los sistemas biológicos. Dicha

propiedad depende del metal que se une al ligante salenH₂ así como de la estructura del ligante. Los compuestos salenH₂ mas estudiados son los de Fe(II), que han sido utilizados como modelos para la fijación de oxígeno molecular, pero inicialmente el interés se centró en la síntesis de quelatos tetradentados y hexadentados a partir de aldehídos *o*-hidroxiaromáticos y diaminas con diferentes metales con un mismo estado de oxidación para apreciar su estabilidad térmica.¹⁰

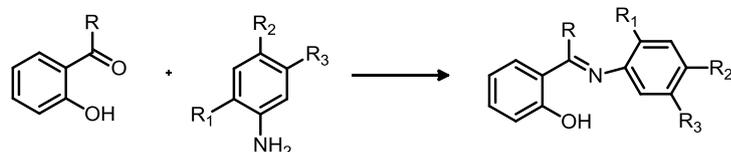
Los primeros estudios sobre las propiedades de los complejos con salenH₂ o derivados de este, se remontan a 1889, cuando al estudiar las diaminas y las dicetonas, Combes preparó el primer ligante tipo salenH₂ y su respectivo complejo de Cu(II); desde entonces se ha reconocido el potencial de la actividad catalítica de estos derivados. Recientemente se han desarrollado estudios en diferentes campos de la química con complejos de algunos metales de transición y ligantes salenH₂, lo cual demuestra la versatilidad de este tipo de sistemas que incluyen el estudio de las propiedades de transporte de oxígeno, propiedades magnéticas, formación de polímeros de cadena lineal, entre otras. De igual manera, estos ligantes constituyen uno de los sistemas sintéticos más relevantes con importancia en catálisis asimétrica. El valor de estos ligantes tetradentados (N₂O₂) y sus complejos de metales de transición, como catalizadores, ha atraído una considerable atención, siendo relevante para distintas aplicaciones, en particular en el desarrollo de productos agroquímicos y en la industria farmacéutica.

2.6 MÉTODOS GENERALES DE SÍNTESIS DE COMPLEJOS DERIVADOS DE BASES DE SCHIFF UTILIZANDO ÓXIDOS DE DIORGANOESTAÑO(IV).

La síntesis de complejos de diorganoestaño(IV) derivados de bases de Schiff se puede llevar acabo de dos maneras distintas. La primera es preparando y aislando la base libre seguido de la complejación con el átomo metálico. Un ejemplo de esta técnica de síntesis es la que llevó a cabo Patricia Santana,¹¹ en la cual preparó ligantes tipo bases de Schiff mediante la reacción de salicilaldehído ó 2-hidroxiacetofenona con aminofenoles. Posteriormente, sintetizó los complejos

haciendo reaccionar en cantidades estequiométricas, el ligante y óxido de dibutilestano(IV) (esquema 2.3).

a) Reacción de formación de los ligantes



R= H ó CH₃

R₁= CH₃ ó H
R₂= OH ó H
R₃= OH ó H

1.1: R = R₁ = R₂ = H; R₃ = OH

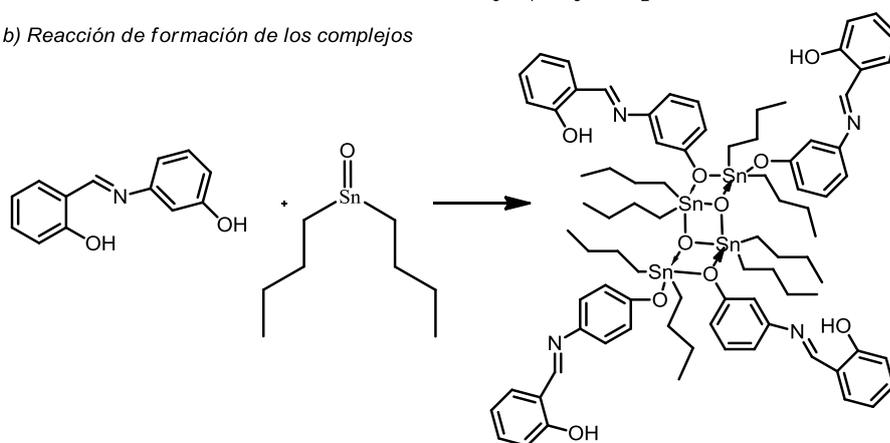
1.2: R = R₁ = R₃ = H; R₂ = OH

1.3: R = R₃ = H; R₁ = CH₃; R₂ = OH

1.4: R = CH₃; R₁ = R₂ = H; R₃ = OH

1.5: R = CH₃; R₁ = R₃ = H; R₂ = OH

b) Reacción de formación de los complejos

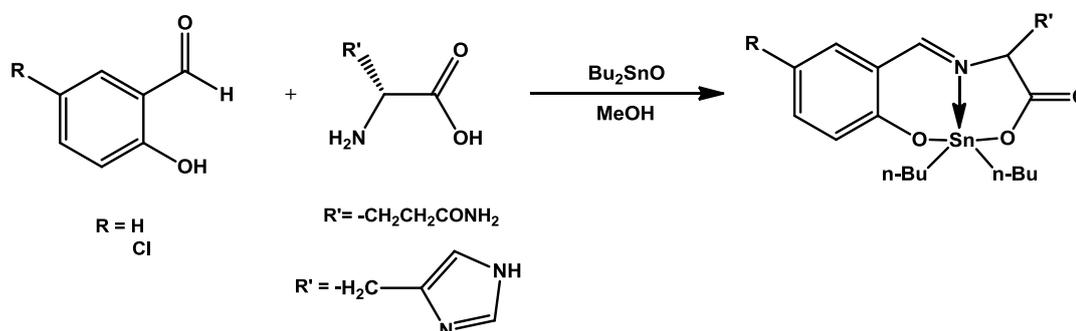


Esquema 2.3 Reacciones de formación de complejos de diorganoestaño(IV) sintetizados en dos pasos.

Los datos de la espectroscopia de RMN de ¹¹⁹Sn sugieren que la geometría de los compuestos sintetizados por Patricia Santana son de un ambiente pentacoordinado alrededor del átomo de Sn. Además por medio de estudios de difracción de rayos-x se logró determinar que el compuesto obtenido es un complejo tetrametálico, con dos diferentes átomos de estaño.

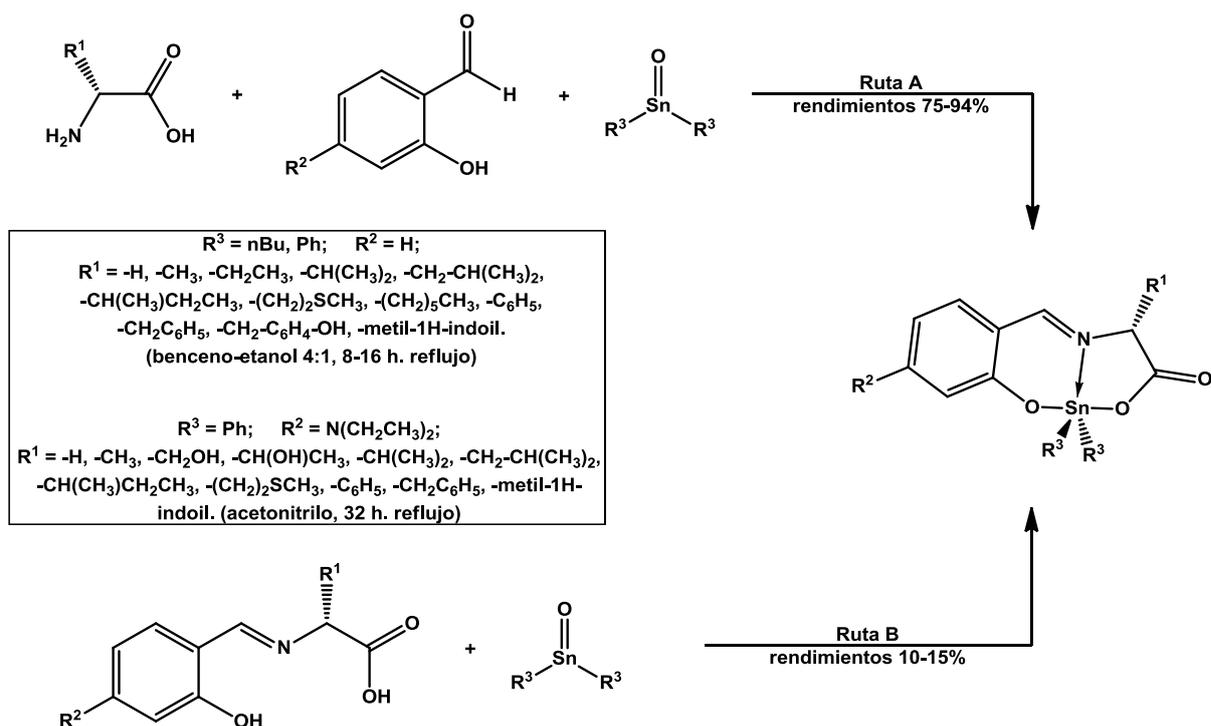
La segunda manera es la denominada forma “in situ” o en un solo paso, en la cual la formación de la base se da en presencia del centro metálico formando el correspondiente complejo. Un ejemplo de este tipo de reacciones se encuentra en la investigación llevada a cabo por José Galván,¹² quien sintetizó complejos

pentacoordinados de di-*n*-butilestano(IV) derivados de L-glutamina y L-Histidina (esquema 2.4).



Esquema 2.4. Síntesis de los compuestos de coordinación de organoestaño(IV) derivados de α - aminoácidos.

En la investigación hecha por José María Rivera y colaboradores,^{13,14} prepararon complejos de diorganoestaño(IV) derivados de bases de Schiff de aminoácidos y salicilaldehídos empleando las dos rutas de síntesis antes mencionadas. La reacción directa de bases de Schiff con óxidos de diorganoestaño produjo complejos en bajos rendimientos (10-15%), sin embargo, la adición secuencial de cantidades equimolares de aminoácidos, salicilaldehídos y óxidos de diorganoestaño(IV), en donde el disolvente fue una mezcla benceno-etanol en relación estequiométrica (4:1) o acetonitrilo seguido de reflujo durante 8-16h, dio los mismos productos con rendimientos de entre 75 a 94% (Esquema 2.5).



Esquema 2.5. Síntesis de complejos de diorganoestaño(IV) derivados de α -aminoácidos y salicialdehidos-5-sustituidos.

2.7 COMPLEJOS DE DIORGANOESTAÑO(IV) CON ÁTOMOS DONADORES N_2O_2

En la preparación de complejos de diorganoestaño(IV), los ligantes quelatantes más comunes, también llamados ligantes polidentados, contienen como átomos donadores nitrógeno y oxígeno. La unidad N,O de estos compuestos puede repetirse en una molécula originando ligantes con una mayor capacidad quelatante. Entre los ligantes más estudiados que cuentan con esta unidad donadora, son el ácido picolínico y la 8-hidroxiquinoleína. Dentro de los ligantes tetradentados (O,N,N,O) se encuentran muy distintas y variadas bases de Schiff y los de tipo salen H_2 , (N,N -bis(salicilaldehído) etilendiamina)¹⁷.

Un ejemplo de complejos con ligantes donadores O,N,O , tipo base de Schiff son los sintetizados por Víctor Barba¹⁵ y colaboradores. Ellos prepararon ligantes hexadentados los cuales contienen un sistema donador doble O,N,O , dando lugar a la formación de complejos de estaño dinucleares, en los que ambos

quelatos de diorganoestaño están conectados por un grupo metileno. Los análisis espectroscópicos de los complejos formados con estos ligantes, mostraron que en disolución los átomos de estaño se encuentra en un ambiente pentacoordinado adoptando una geometría bipirámide trigonal distorsionada. Cada átomo de estaño está enlazado al átomo de nitrógeno por un enlace de coordinación y de forma covalente con los dos átomos de oxígeno y los dos átomos de carbono. Debido a la presencia de un grupo metileno como puente entre los dos quelatos O,N,O las estructuras moleculares globales pueden tener conformación *cis* o *trans*. La estructura de los complejos formados se muestra en la figura 2.5¹⁵.

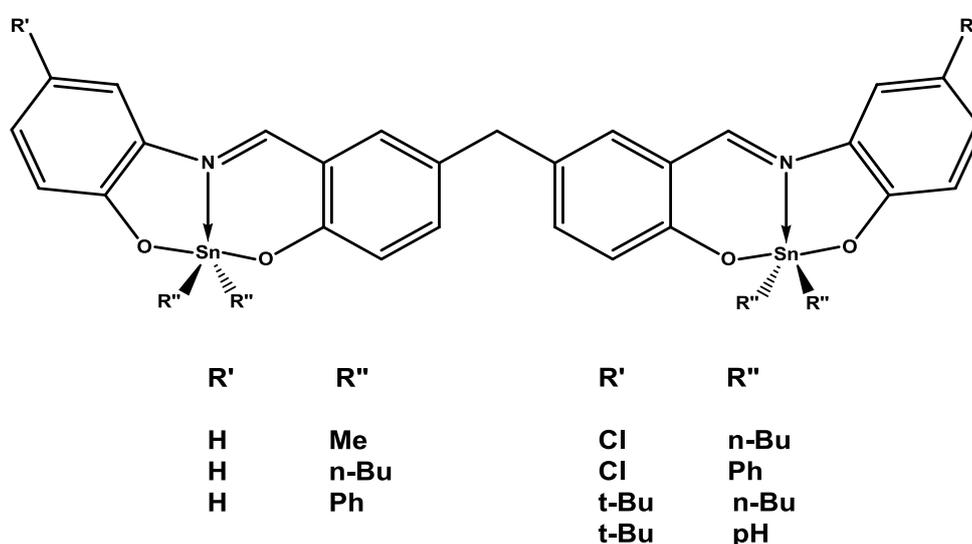


Figura 2.5 Complejo dinucleares de diorganoestaño(IV) con bases de Schiff hexadentadas.

El número de coordinación más común en los complejos de diorganoestaño(IV) con un sistema donador de N,O u O,N,N,O es de 6, correspondiente a una geometría octaédrica distorsionada o una geometría de bipirámide trapezoidal torcida. En todos los casos mencionados, los enlaces Sn-C y Sn-O son enlaces covalentes, mientras que los dos enlaces Sn-N son enlaces de coordinación.

Un aspecto importante en la química estructural de complejos con un núcleo SnC₂N₂O₂, utilizando ligantes flexibles, es que la distribución espacial de

los átomos de coordinación puede ser variable, es decir, los grupos orgánicos pueden estar orientados en posición *cis* ó posición *trans*. En el caso de complejos con ligantes tetradentados O,N,N,O , donde la geometría alrededor del átomo de estaño es octaédrica, son posibles tres maneras distintas de coordinación, los cuales pueden ser: *mer-mer*, *fac-mer* y *fac-fac*, como se muestra en la figura 2.6.

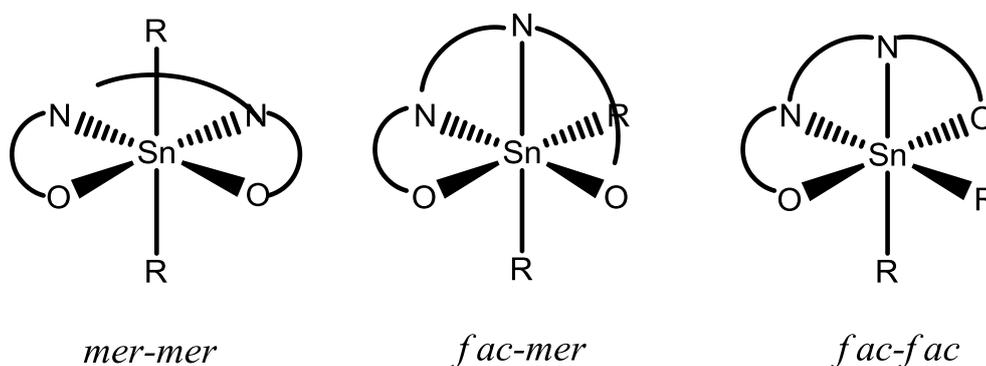


Figura 2.6 Posibles modos de coordinación de ligantes tetradentados flexibles en complejos de diorganoestaño(IV)

Considerando que la mayoría de los ligantes con átomos donadores N,O y O,N,N,O utilizados para la formación de los complejos de diorganoestaño(IV) son muy rígidos, Reyes García-Zarracino y colaboradores¹⁶ decidieron estudiar y preparar complejos con una mayor flexibilidad en el sistema de ligante con el fin de investigar cuál distribución espacial prefieren estos sistemas. Los ligantes que ellos trabajaron son todos análogos del $salenH_2$ y se muestran en la figura 2.7. Los ligantes $salenH_2$ y $salcenH_2$ se prepararon por la reacción de dos equivalentes de salicilaldehído con 1,2-etilendiamina ó *trans*-1,2-ciclohexanodiamina respectivamente; los ligantes $saleanH_4$ y $salceanH_4$ se obtuvieron por la reducción de sus precursores $salenH_2$ y $salcenH_2$ con $NaBH_4$ ¹⁶.

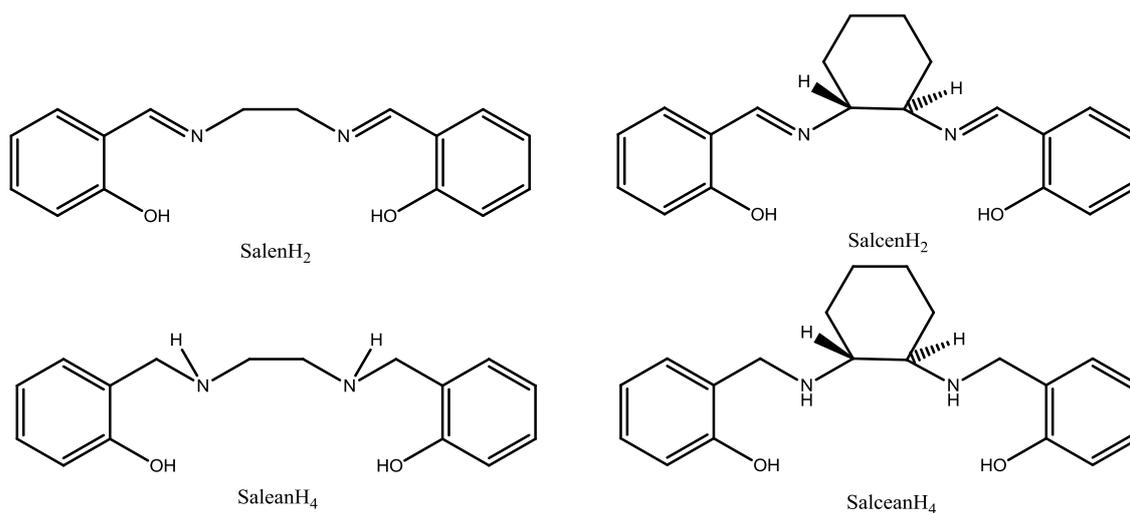


Figura 2.7 Ligantes salenH₂, salcenH₂ y sus análogos reducidos.

García-Zarracino¹⁶ comenta que al hacer una revisión en la *Cambridge Structural Database* sobre complejos con ligantes tipo salenH₂, estos propician a que los primeros adopten un modo de coordinación *trans* cuando el centro metálico se encuentra en un ambiente hexacoordinado, incluyendo a derivados de diorganoestaño(IV). Como consecuencia de la hidrogenación del enlace C=N del análogo del ligante salenH₂ para obtener al ligante saleanH₄, se espera que en estos haya un aumento en la basicidad de los átomos de N y presenten una mayor flexibilidad, originando así un modo de coordinación plegado, lo que permitiría que pudiera darse uno de los tres tipos de coordinación mostrados en la figura 2.6. En el caso del ligantes salceanH₄ la flexibilidad del ligante se reduce un poco.

En su estudio, García-Zarracino¹⁶ demostró que el ligante salenH₂ forma complejos de diorganoestaño(IV) con un ambiente hexacoordinado alrededor del átomo metálico, tanto en disolución como en estado sólido; determinó además que estos complejos tienen preferencia por una configuración *fac-fac*, en el que los átomos de nitrógeno se encuentran *trans* a los grupos orgánicos (Figura 2.8b).

En la literatura¹⁷ se han descrito la síntesis y caracterización del complejo (*n*-Bu)₂Sn(salen) (Figura 2.8a); la caracterización de este complejo solo se ha hecho por espectroscopia de infrarrojo y espectrometría de masas, indicando que se obtuvo el compuesto. Por otro lado se ha realizado para este complejo estudios de espectroscopia Mössbauer que indican que el ambiente alrededor del átomo de Sn es hexacoordinado.¹⁸

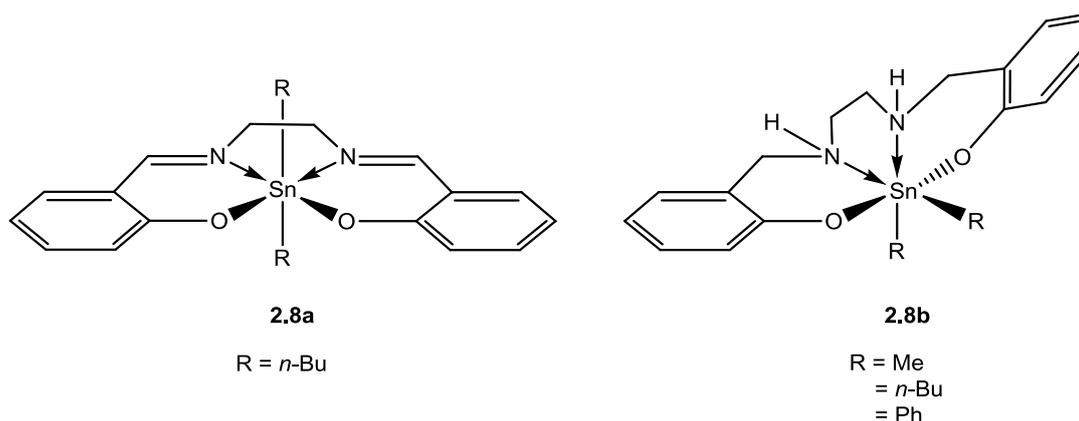


Figura 2.8. Geometría y disposición espacial de complejos de diorganoestaño(IV) derivados de ligantes salenH₂ y saleanH₄.

Otro ejemplo de estos compuestos son los obtenidos por Qibao-Wang¹⁹ y colaboradores; sintetizaron cuatro complejos derivados del ligante salophenH₂ mediante reacciones de metátesis de las correspondientes sales de sodio con dicloruros de dibutilestaño(IV) y dibencilestaño(IV) en relación estequiométrica 1:1 (Figura 2.9). En el estudio que llevaron a cabo de la estructura en estado sólido de uno de los compuestos el ligante actúa como ligante tetradentado a través de los dos oxígenos fenólicos y los dos átomos imínicos de nitrógeno.

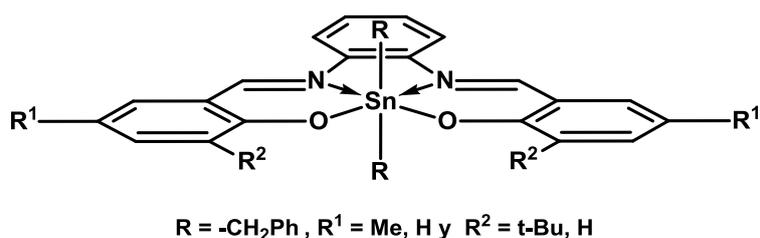


Figura 2.9. Complejos sintetizados por Qibao y colaboradores.

3. OBJETIVOS

Los compuestos de organoestaño(IV) son importantes debido a la diversidad estructural que presentan y también porque muestran una actividad biológica muy amplia. Es por ello que en este trabajo se pretende contribuir con la síntesis de complejos hipercoordinados de organoestaño (IV), evaluando los diversos efectos electrónicos al variar los sustituyentes y comparándolos con los respectivos ligantes. En el presente trabajo se describe la síntesis y caracterización de nuevos complejos mononucleares de diorganoestaño(IV) derivados de ligantes tetradentados tipo base de Schiff.

3.1. OBJETIVO GENERAL

Sintetizar y caracterizar nuevos complejos de di-*n*-butilestaño(IV) derivados de ligantes tipo base de Schiff tetradentados, y evaluar si hay un efecto electrónico de los sustituyentes y si tiene influencia en la hipercoordinación.

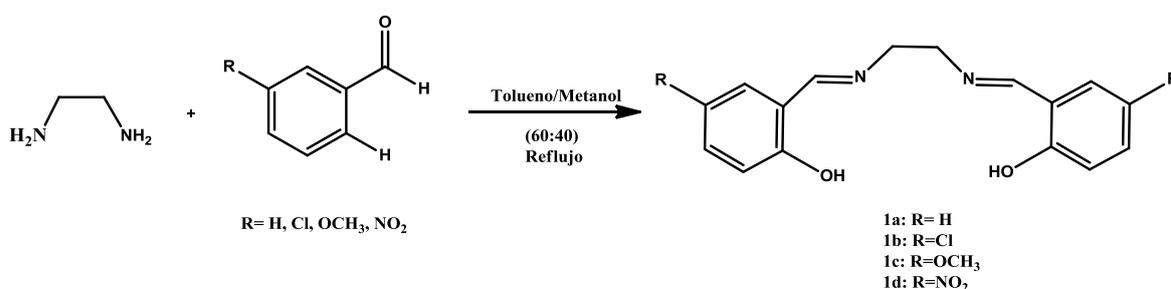
3.2. OBJETIVOS PARTICULARES

- Obtener ligantes con átomos donadores O,N,N,O tipo base de Schiff derivados de etilendiamina y 5-R-salicilaldehído donde R= H, Cl, OCH₃, NO₂.
- Sintetizar nuevos complejos de di-*n*-butilestaño(IV) con las bases de Schiff mencionadas anteriormente.
- Caracterizar los ligantes y complejos obtenidos por medio de diferentes técnicas espectroscópicas y espectrométricas como son: infrarrojo (I.R.), masas (E.M.) y resonancia magnética nuclear (RMN) de ¹H, ¹³C y ¹¹⁹Sn.
- Evaluar si existe un efecto electrónico presente en los complejos obtenidos en función de los sustituyente en el ligante que tenga consecuencias en la geometría de los complejos.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1. SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE BASES DE SCHIFF TIPO *salenH₂*

Los compuestos **1a-1d** se obtuvieron por reacción de etilendiamina y 5-R-salicilaldehído (donde R= H, Cl, OCH₃ y NO₂) en relación estequiométrica 1:2 utilizando una mezcla tolueno-metanol como disolvente en proporción 60:40; una vez concluida la reacción se eliminó el disolvente a presión reducida; obteniéndose compuestos sólidos de color amarillo. (Esquema 4.1).



Esquema 4.1. Reacción para la síntesis de las bases de Schiff.

4.1.1. Caracterización por Espectroscopia de IR

La espectroscopia de infrarrojo para los compuestos **1a-1d** se llevó a cabo utilizando la técnica de pastilla (KBr). En todos los casos se observó una banda de intensidad media entre 1632-1645 cm⁻¹ que corresponde a la vibración $\nu(\text{C}=\text{N})$, y que nos confirma la formación de la imina correspondiente. Las bandas observadas para cada uno de los compuestos se muestran en la Tabla 4.1.

Como ejemplo, en la figura 4.1 se muestra el espectro de IR de **1d**; en él se observa una banda de vibración en 1645 cm⁻¹, confirmando la formación del enlace

Tabla 4.1. Datos de los espectros de IR para los ligantes 1a–1d en (cm⁻¹).

Base de Schiff	ν (C=N) cm ⁻¹
1a	1634
1b	1632
1c	1633
1d	1645

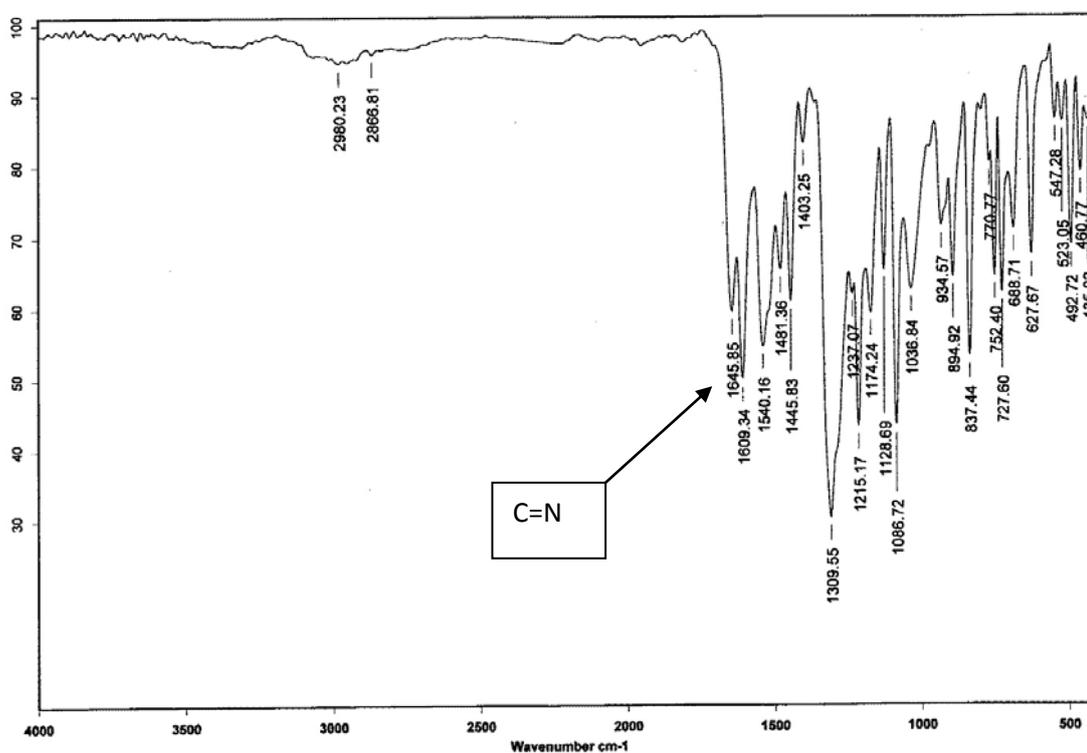
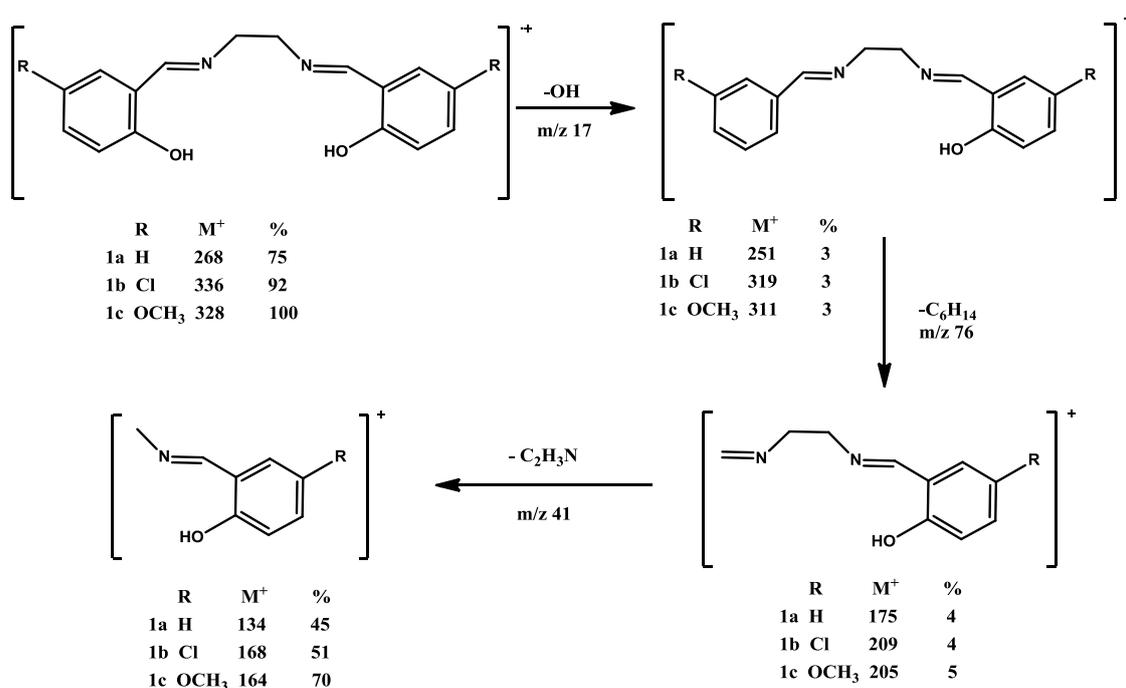


Figura 4.1 Espectro de IR para el compuesto 1d

4.1.2. Caracterización por Espectrometría de Masas (EM)

La espectrometría de masas se realizó utilizando la técnica de impacto electrónico (IE) para los cuatro ligantes. Para los cuatro ligantes se pudo observar el ion molecular M⁺.

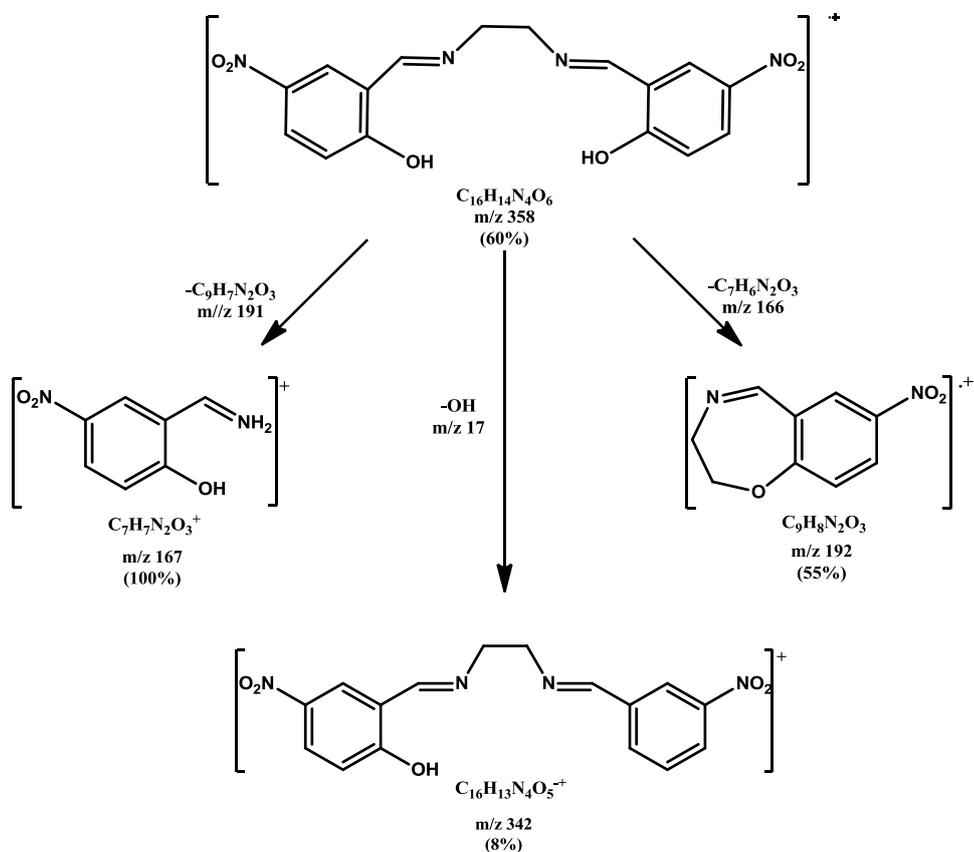
En los espectros obtenidos para los compuestos **1a-1c** se observa un patrón de fragmentación similar. Para los compuestos **1a-1c** se observa el ion fragmento $[M-17]^+$ que corresponde a la pérdida de un grupo hidroxilo; al perder este grupo para el compuesto **1a** se origina un fragmento de m/z 251; para el compuesto **1b** el fragmento de m/z 319; finalmente para el compuesto **1c** el respectivo fragmento de m/z 311. Posteriormente, también para los tres compuestos, se pierde el fragmento C_6H_{14} , originándose un ion fragmento de m/z 175 para el compuesto **1a**, para el compuesto **1b** el ion fragmento de m/z 209 y para el compuesto **1c** se origina el fragmento de m/z 205. Finalmente se pierde la unidad C_2H_3N para generar los fragmentos de m/z 134,168 y 164 para los compuestos **1a**, **1b** y **1c** respectivamente. En el Esquema 4.2 se muestra el patrón de fragmentación propuesto para los ligantes **1a-1c**.



Esquema 4.2. Patrón de fragmentación propuesto para los ligantes 1a-1c.

Para el compuesto **1d**, la fragmentación inicia con la pérdida de un grupo $-OH$, al igual que en los compuestos **1a-1c** para generar el ion $[M-17]^+$. También se observan otras rupturas a partir del ion molecular: la pérdida $[M-166]$ para

generar el ion fragmento de m/z 192 y la pérdida [M-191] para generar el ion fragmento de m/z 167. Estas tres rupturas se muestran en el esquema 4.3.



Esquema 4.3. Fragmentaciones propuestas en EM para el ligante 1d.

En la Figura 4.2 se muestra el espectro de masas del compuesto **1d** donde se pueden apreciar claramente el fragmento correspondiente al ion molecular; de igual manera se observa el pico base que muy probablemente es el fragmento formado por la pérdida de un anillo aromático el grupo imina y el puente etileno.

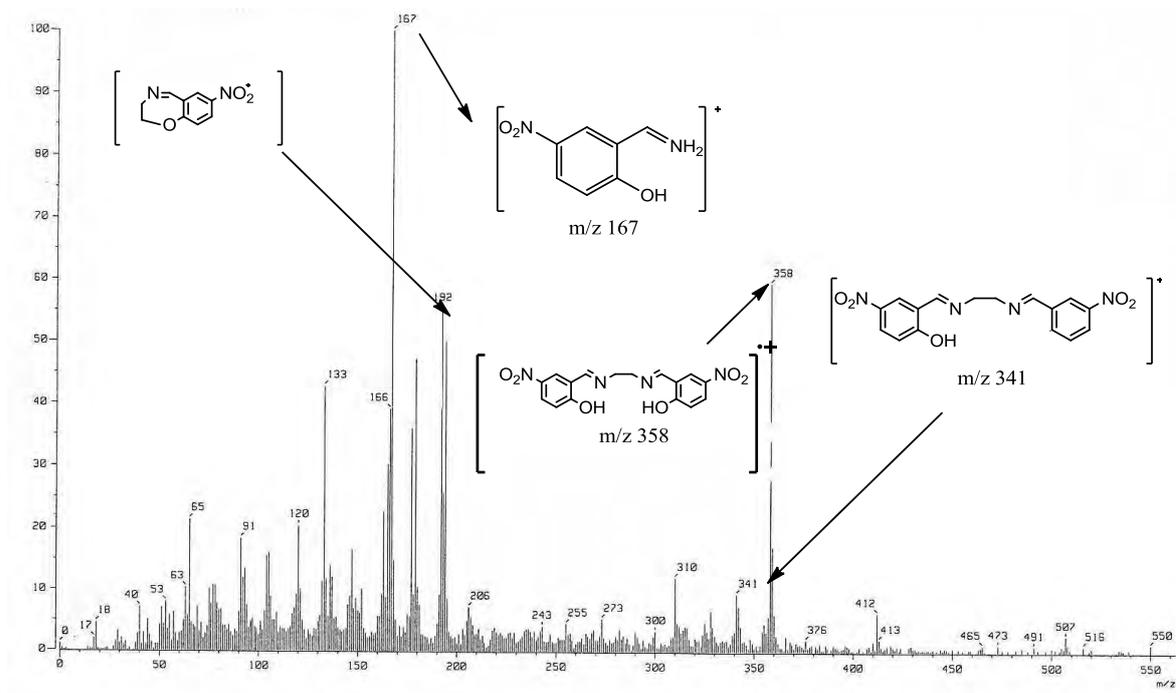


Figura 4.2. Espectro de masas del compuesto 1d

4.1.3. Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ^1H

Los espectros de resonancia magnética nuclear de ^1H contribuyeron junto con la espectrometría de masas y la espectroscopia IR a establecer la estructura de los compuestos **1a-1d**. Los datos correspondientes a la caracterización de estos compuestos se muestran en la tabla 4.2. A continuación se discutirán las características más importantes de los espectros de RMN de ^1H .

En los espectros de RMN de ^1H para los compuestos **1a-1d**, la señal para H-2 aparece en un intervalo de frecuencias que va de 6.77-6.93 ppm; H-3, aparece de 6.85 a 6.93 ppm; H-5 entre 6.73 y 8.40 ppm; H-7 se encuentra en el intervalo descrito para protones iminicos y aparece en un intervalo entre 8.29-8.80 ppm, mientras que H-8 correspondiente al metileno del puente de la etilendiamina aparece entre 3.93-4.03 ppm. Para el compuesto **1a**, H-4 aparece en 6.85 ppm; para el compuesto **1c**, los H del grupo metoxilo aparecen en 3.75 ppm. La tabla 4.2 muestra los datos de RMN de ^1H de los compuestos **1a-1d**.

Tabla 4.2. Datos de RMN de ^1H (300 MHz; CDCl_3) de los compuestos 1a-1d (δ : ppm y J en Hz).

Ligante	H-2	H-3	H-5	H-7	H-8
1a	6.93 (2H, dd, J=0.6, 0.9, 8.4)	7.29 (2H, ddd, J=1.5, 7.5, 7.85)	7.22 (2H, dd, J=1.5, 7.65)	8.35 (2H, s)	3.93 (4H,s)
1b	6.89 (2H,d, J= 8.7)	7.21 (2H, dd, J=2.7,8.25)	7.25 (2H, d, J=2.7)	8.29 (2H, s)	3.95 (4H, s)
1c	6.85-6.93 (4H, m)	6.85-6.93 (4H, m)	6.73 (2H, d, J=1.8)	8.30 (2H,s)	3.94 (4H, s)
1d	6.77 (2H, d, J=9.3)	8.10 (2H, dd, J=3, 9.45)	8.40 (2H, d, J=2.7)	8.80 (2H, s)	4.03 (4H, s)
1a: 6.85 (H-4, 2H, ddd, J=1.2, 7.35, 7.5);			1c: 3.75 (OCH_3 , 6H, s)		

A continuación se analiza detalladamente el espectro de RMN de ^1H del ligante **1d** (Figura 4.3). En este espectro se puede apreciar una señal doble en 6.77 ppm que corresponde a **H-2** y es debido al acoplamiento que tiene con **H-3**; también se observa una señal doble de dobles en 8.10 ppm con $J_{meta}=3$ Hz y $J_{orto}=9.45$ Hz, esta señal corresponde a **H-3** debido a los acoplamientos que tiene con **H-2** y **H-5**; para **H-5** aparece una señal doble en 8.40 ppm con $J_{meta}=2.7$ Hz debida al acoplamiento que presenta con **H-3**. En el espectro también se observan dos señales simples, una para **H-7** en 8.80 ppm que corresponde al hidrógeno del grupo imino y otra para **H-8** en 4.03 ppm que corresponde a los metilenos del puente de la etilendiamina.

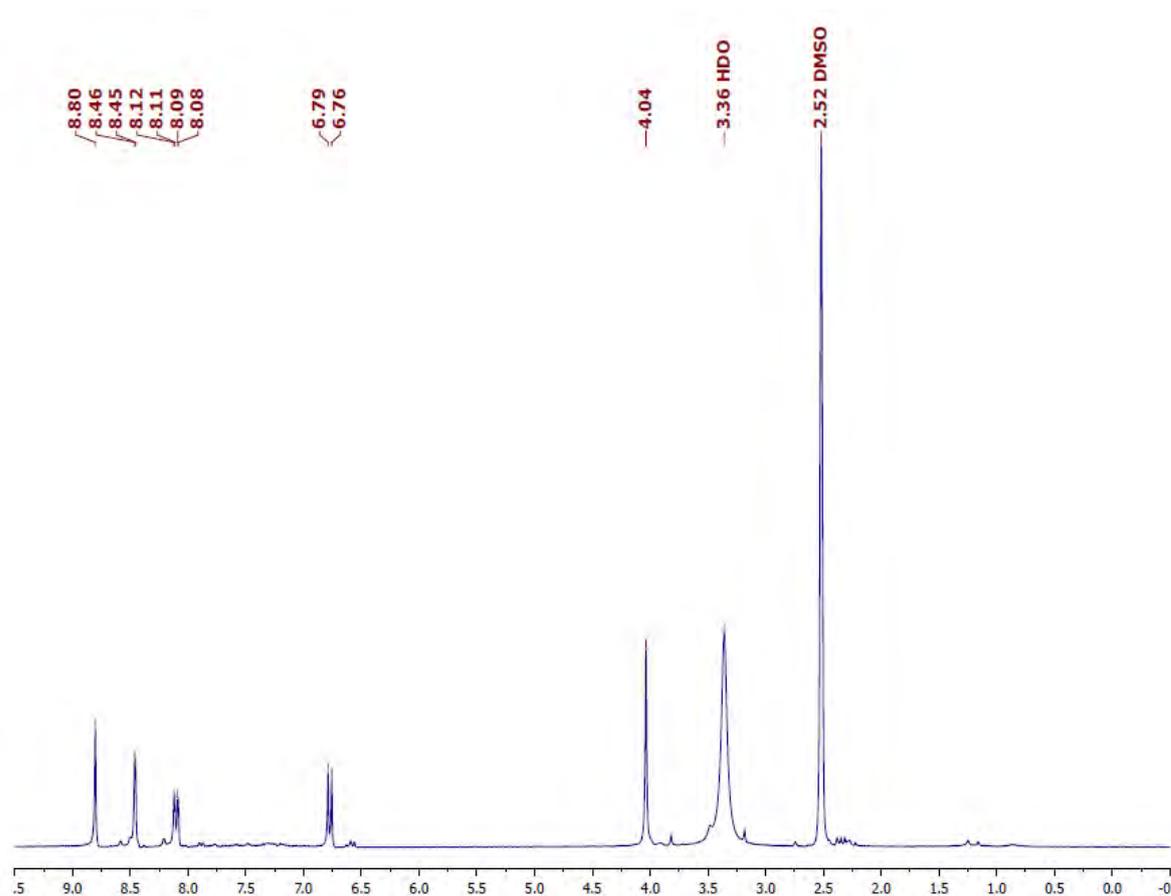


Figura 4.3 Espectro de RMN ^1H del compuesto 1d

4.1.4. Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ^{13}C

Los datos de RMN de ^{13}C para los compuestos **1a-1c** se muestran en la Tabla 4.3. En los espectros de RMN de ^{13}C se observan las diferentes señales para el anillo aromático: entre 155.1 y 161.0 ppm para **C-1**; para **C-2**, el desplazamiento químico se observa en un intervalo de 116.9 a 132.3 ppm; para **C-3** entre 119.5 y 132.4 ppm; para **C-4** se encuentra en un intervalo entre 118.6 y 152 ppm; **C-5** aparece entre 114.9 y 131.5 ppm; **C-6** entre 118.2 y 123.3 ppm, el **C-7** no sufre un desplazamiento significativo, localizándose entre 165.4 y 166.5 ppm; finalmente, encontramos que **C-8** se observa en un intervalo de 59.6 a 59.8 ppm. El espectro del complejo **1d** no se pudo obtener debido a su muy baja solubilidad en prácticamente todos los disolventes. En la tabla 4.3 se muestran los datos de RMN de ^{13}C para los complejos **1a-1c**.

Tabla 4.3 Datos de RMN de ^{13}C (300 MHz; CDCl_3) de los compuestos 1a-1d (δ en ppm).

Ligante	C-1	C-2	C-3	C-4	C-5	C-6	C-7	C-8
1a	161.0	116.9	132.4	118.6	131.5	118.7	166.5	59.7
1b	159.5	132.3	130.5	123.3	119.3	123.3	165.4	59.6
1c	155.1	117.7	119.5	152.0	114.9	118.2	166.2	59.8
1d*	---	---	---	---	---	---	---	---

*Para este ligante no se logró obtener el espectro debido a que es sumamente insoluble.

A continuación se analiza detalladamente el espectro de RMN de ^{13}C del ligante **1c** (Figura 4.4). En el espectro se observan las 9 señales esperadas, de las cuales seis corresponden al anillo aromático, una al carbono imínico, otra señal corresponde al carbono del metileno del puente de la etilendiamina, una más para el grupo metoxi. La señal que aparece en 55.93 ppm corresponde al carbono del grupo metoxilo y en 59.8 ppm se asignó el carbono del puente de la etilendiamina. Los carbonos aromáticos se asignaron en 155.1 (C-1), 117.7 (C-2), 119.5 (C-3), 152.0 (C-4), 114.9 (C-5) y 118.2 (C-6) ppm. El C-7 que es el carbono imínico se asignó a la señal de 166.2 ppm.

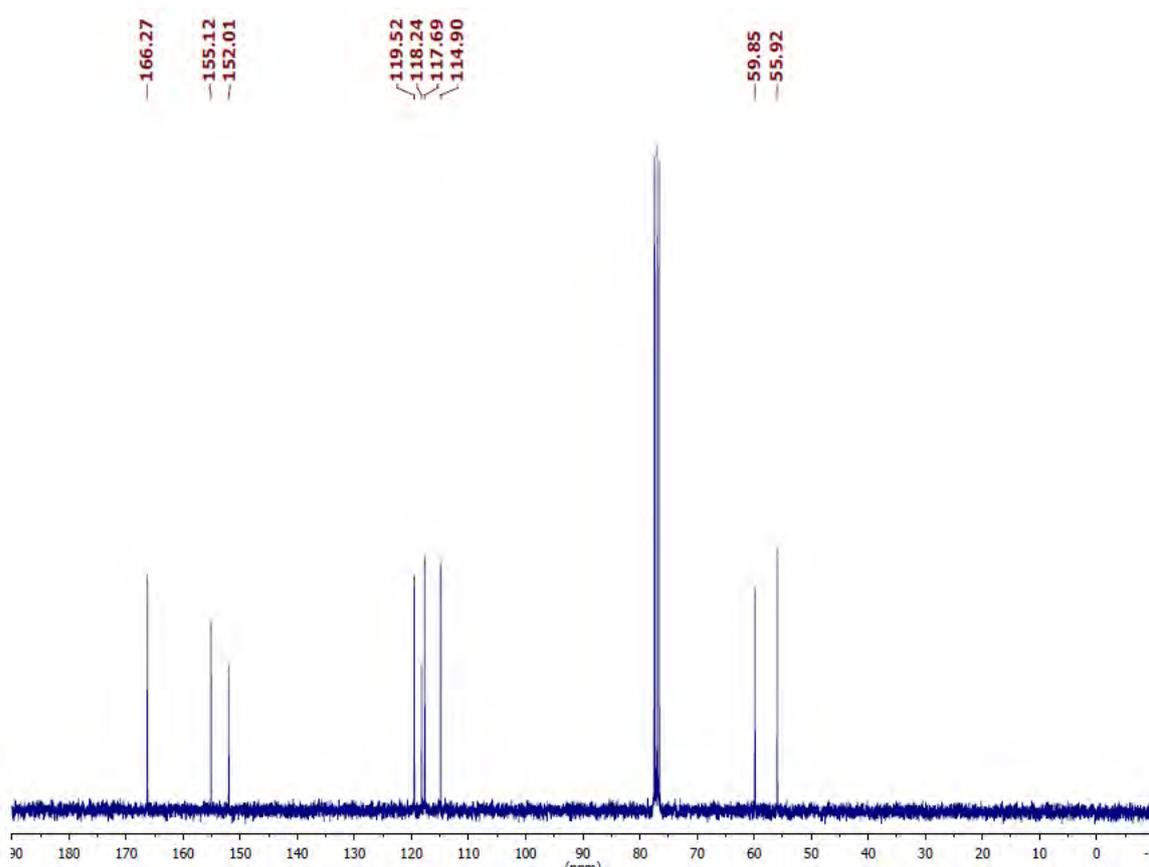
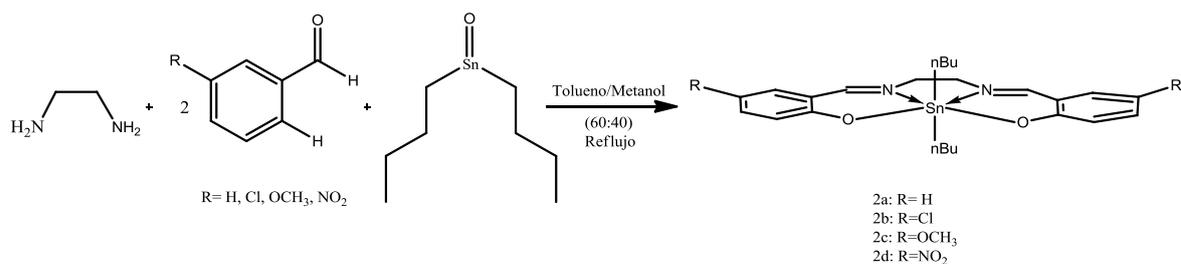


Figura 4.4 Espectro de RMN ^{13}C para el ligante 1c

4.2. SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COMPLEJOS DE DI-*n*-BUTILESTAÑO(IV) DERIVADOS DE LIGANTES TIPO *salenH*₂.

La síntesis de los complejos de di-*n*-butilestaño(IV) se llevó a cabo haciendo reaccionar etilendiamina, el 5-R-salicilaldehído correspondiente (R = H, Cl, OCH₃, NO₂) y óxido de di-*n*-butilestaño(IV) en relación estequiométrica 1:2:1 usando una mezcla tolueno-metanol en proporción 60:40 como disolvente (Esquema 4.4). La mezcla de reacción se puso a refluir de entre 5 y 8 horas; hasta observar la desaparición del óxido de di-*n*-butilestaño (IV); el sistema de reflujo incluyó una trampa Dean Stark para eliminar el agua que se libera en la reacción. Una vez concluida la reacción se eliminó el disolvente a presión reducida; obteniéndose compuestos sólidos de color amarillo, en todos los casos.



Esquema 4.4 Reacción general para la síntesis de los complejos de Sn(IV)

4.2.1. Caracterización por Espectroscopia de Infrarrojo (IR)

La espectroscopia de infrarrojo para los compuestos **2a-2d** se llevó a cabo utilizando la técnica de pastilla (KBr). En todos los casos se observó una banda de intensidad media entre 1627 y 1663 cm^{-1} que corresponde a la vibración $\nu(\text{C}=\text{N})$, y que nos confirma la formación de la imina correspondiente.

Por otro lado, se observó que la vibración $\nu(\text{C}=\text{N})$ de los complejos con respecto a sus ligantes sufren desplazamientos a longitudes de onda mayor o menor, dependiendo el sustituyente. Un ejemplo es lo que sucede con el ligante **1d** y su respectivo complejo. La banda de vibración $\nu(\text{C}=\text{N})$ para el complejo **2d** aparece en 1627 cm^{-1} y la del ligante en 1645 cm^{-1} . Sin embargo para el ligante **1b**, la misma banda de vibración aparece en 1632 cm^{-1} y para su respectivo complejo aparece en 1663 cm^{-1} .

Para los complejos **2b** y **2d** se pudieron observar bandas de vibración $\nu(\text{Sn}-\text{N})$, ambas a 458 cm^{-1} , demostrando con ello la formación de un enlace de coordinación. Por otro lado, para el complejo **2d** también se pudo observar una banda de absorción del enlace Sn-O la cual aparece en 554 cm^{-1} . Algunas bandas de IR para cada uno de los complejos se muestran en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4 Datos de espectroscopia de IR de los complejos 2a-2d (en cm^{-1}).

Complejo	$\nu(\text{C}=\text{N})$	$\Delta\nu(\text{C}=\text{N})^*$	$\nu(\text{Sn}-\text{O})$	$\nu(\text{Sn}-\text{N})$
2a	1635	1	**	**
2b	1663	31	**	458
2c	1637	4	**	**
2d	1627	-18	554	458

*Diferencia en desplazamiento con respecto al ligante respectivo.

**Bandas no asignadas

En la figura 4.4 se muestra el espectro de IR para el complejo **2d**, en donde se pueden apreciar las bandas características para las vibraciones $\nu(\text{C}=\text{N})$, $\nu(\text{Sn}-\text{O})$ y $\nu(\text{Sn}-\text{N})$ en 1627 , 554 y 458 cm^{-1} , respectivamente.

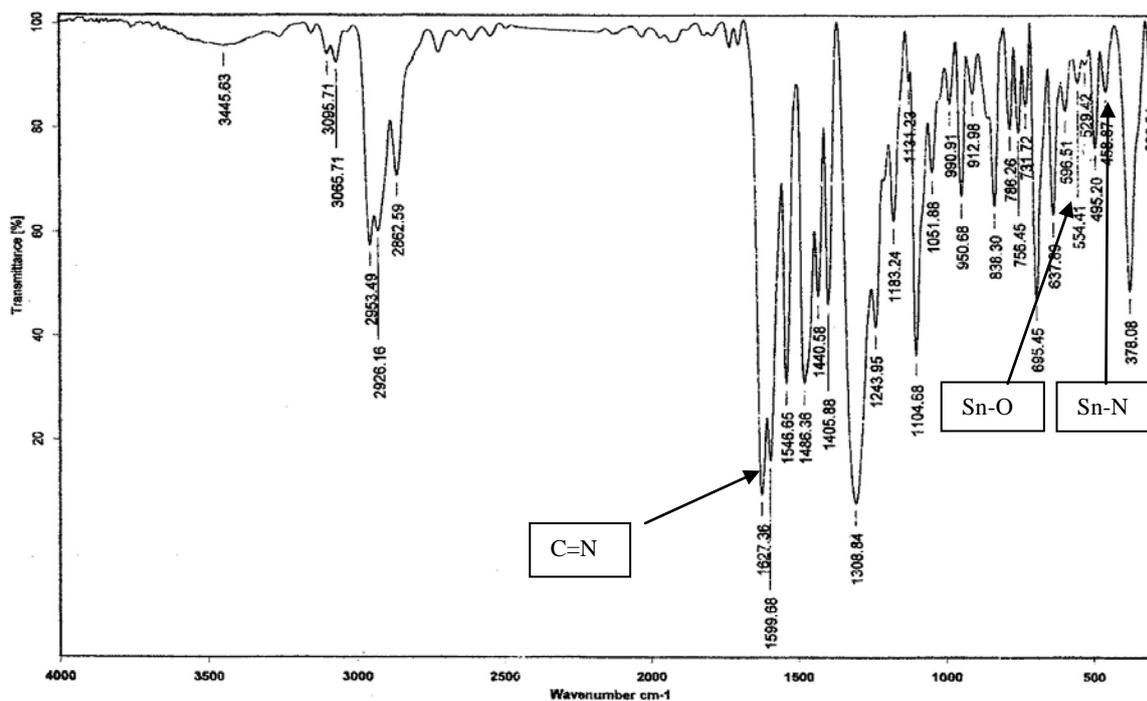


Figura 4.5 Espectro de IR del complejo 2d

4.2.2. Caracterización por Espectrometría de Masas (EM)

Para la determinación de los espectros de masas de los complejos se utilizo la técnica de “bombardeo de átomos rápidos” (FAB^+). Para los complejos **2a-2c** se pudo observar el ion molecular correspondiente; en todos los casos se

aprecia la pérdida de un grupo *n*-butilo para generar iones fragmento $[M-57]^+$. Después de la pérdida del grupo *n*-butilo, los 4 complejos presentan una ruta de fragmentación distinta.

Por ejemplo, el complejo **2d** tiene dos posibles rutas de fragmentación; en la primera se observa la pérdida de un grupo *n*-butilo, originando el fragmento $C_{20}H_{21}N_4O_6Sn$ cuyo *m/z* es de 533, posteriormente sufre la pérdida del otro grupo *n*-butilo y de los dos grupos nitro originando el fragmento $C_{16}H_{14}N_2O_2Sn$ con *m/z* 386. En la segunda posible ruta de fragmentación, primero se pierden los dos grupos nitro dando el fragmento de $C_{24}H_{32}N_2O_2Sn$ cuyo *m/z* es 500 y posteriormente los grupos butilo para dar el fragmento final de $C_{16}H_{14}N_2O_2Sn$ con *m/z* 386. En la figura 4.5 se presenta el patrón de fragmentación propuesto para el complejo **2d**.

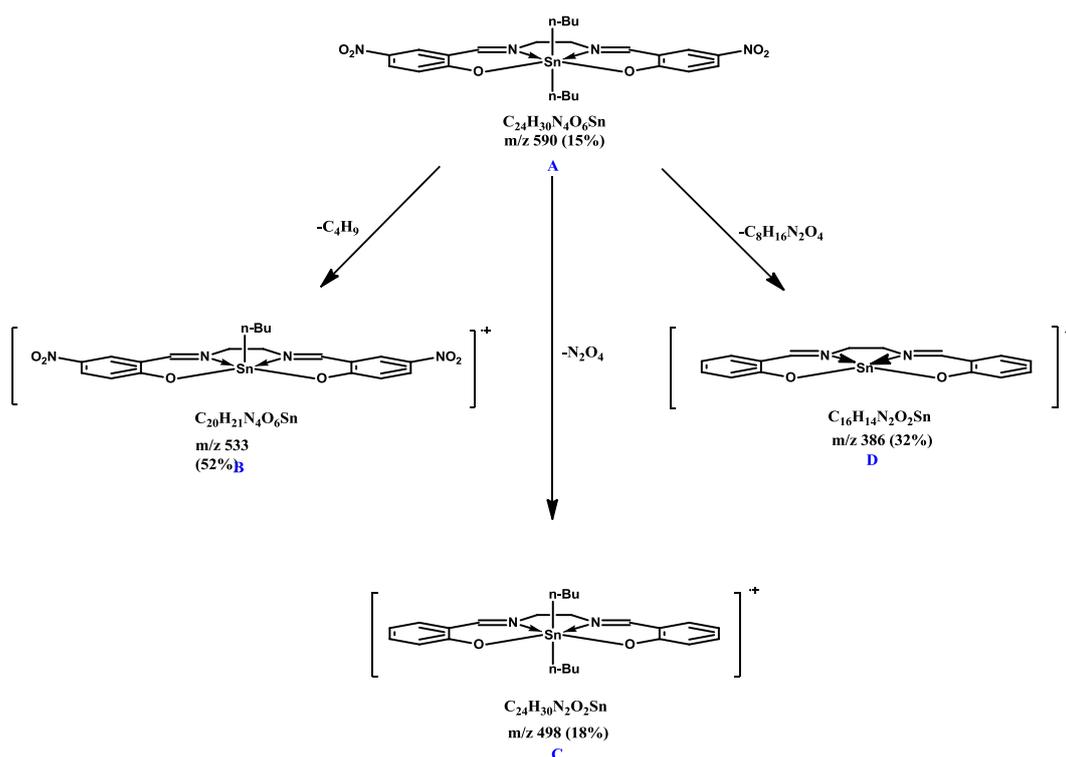


Figura 4.6 Rupturas posibles en EM para el complejo 2d.

En la figura 4.6 se muestra el espectro de masas para el complejo **2d**, en donde A,B,C y D representan los distintos fragmentos obtenidos, los cuales se muestran en la figura 4.6.

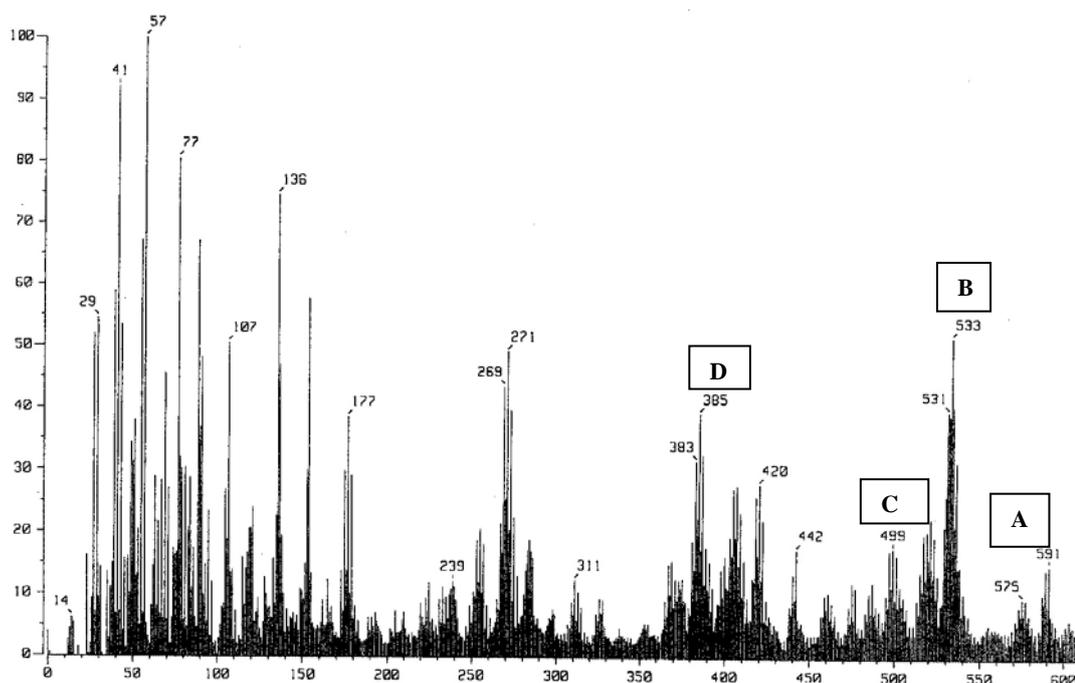


Figura 4.7 Espectro de masa para el compuesto 2d

4.2.3. Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ^1H

Los espectros de RMN de ^1H , contribuyeron a establecer la estructura de los compuestos **2a-2d**. Los datos de la caracterización se muestran en la tabla 4.5.

En los espectros de RMN de ^1H para los compuestos **2a-2d**, la señal para H-2 aparece en un intervalo de frecuencias que va de 6.62-6.97 ppm; H-3, aparece en un intervalo de frecuencias que va de 6.48-8.11 ppm; H-4 para el compuesto 2a aparece en 6.47 ppm; H-5 aparece entre 6.97 y 8.17 ppm; H-7 que es el protón imínico aparece en un intervalo entre 7.95-8.20 ppm, mientras que H-8 correspondiente al metileno del puente de la etilendiamina y aparece entre 3.86-4.01 ppm.

Tomaremos como ejemplo al complejo **2d** para mostrar cómo fue la asignación y llegar así a establecer las estructuras de los complejos. El espectro de RMN ^1H se muestra en la figura 4.9. En el espectro del complejo **2d**, se puede

apreciar una señal doble en 6.62 ppm que corresponde a H-2 con una $J = 9.3$ Hz, este doble se debe al acoplamiento con H-3, debido a que está en posición *orto* con respecto a H-2; también se observa una señal doble de dobles en 8.11 ppm asignada H-3 debido a los acoplamientos que tiene con H-2 y H-5, con $J_{orto} = 9.3$ Hz, $J_{meta} = 3.0$ Hz; para H-5 se observa una señal doble en 8.17 ppm con $J_{meta} = 3.0$ Hz. En el espectro también se observan dos señales simples, una para H-7 en 8.20 ppm que corresponde al hidrógeno del carbono imínico y una más para H-8 en 4.01 ppm que corresponde a los hidrógenos del puente etileno.

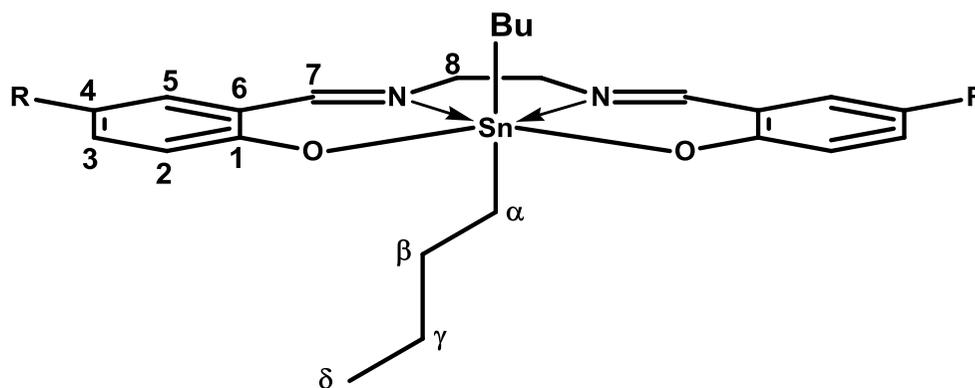
Para el complejo **2d** se puede apreciar también que H-2, H-5 y H-7 se desplazan hacia valores de alta frecuencia. La presencia de grupos electroattractores o electrodonadores en la molécula, provocan esta modificación en los desplazamientos químicos. La magnitud del efecto depende de la intensidad del efecto electrónico. Analizando estos tres protones y comparándolos con los mismos protones del ligante se observa una desprotección. Esta desprotección se debe a la presencia del grupo nitro debido a que, al ser un grupo electroattractor, retira densidad electrónica del sistema aromático, viéndose afectados tanto el oxígeno como el átomo de estaño, haciendo a este último más ácido, por lo que el enlace de coordinación que se forma entre el átomo de nitrógeno del puente de la etilendiamina y el estaño se ve fortalecido.

Tabla 4.5 Datos de RMN de 1H (75 MHz; CDCl3) de los complejos 2a-2d (δ en ppm y J en Hz).

Complejo	H-2	H-3	H-5	H-7	H-8	H- α	H- β	H- γ	H- δ
2a	6.66 (2H,d, J= 8.4)	7.29 (2H, ddd, J=1.8, 7.2, 8.7)	7.01 (2H, dd, J=1.8, 7.8)	8.02 (2H, s)	3.87 (4H, s)	1.47- 1.33 (12H, m)			0.74 (6H, t, J= 7.2)
2b	6.60 (2H, d, J=9.3)	7.17 (2H, dd, J=2.7, 8.85)	6.97 (2H, d, J=3)	7.95 (2H, s)	3.87 (4H,s)	1.42-1.32 (12H, m)			0.71 (6H, t, J= 9.0)
2c	6.63 (2H,d,J=9.3)	6.97 (2H,dd, J=3.0, 9.0)	6.48 (2H, d, J=3.3)	7.97 (2H, s)	3.86 (4H,s)	1.49-1.36 (12H, m)			0.74 (6H, t, J= 7.2)
2d	6.62 (2H, d, J=9.3)	8.11 (2H, dd, J=3.0, 9.3)	8.17 (2H, d, J=3.0)	8.20 (2H, s)	4.01 (4H, s)	1.51-1.36 (12H, m)			0.77 (6H, J= 7.2)
2a: 6.47 (2H, ddd, J=1.2, 6.0, 7.2, H-4); 2c: 3.72 (6H, s, OCH ₃)									

Tabla 4.6 Desplazamientos de RMN ¹³C (75 MHz; CDCl3) para los complejos 2a-2d.

Complejo	C-1	C-2	C-3	C-4	C-5	C-6	C-7	C-8	C- α	C- β	C- γ	C- δ
2a	169.7	123.4	136.1	118.7	135.6	118.6	170.5	59.3	26.9	26.9	26.5	13.7
2b	165.4	117.6	133.6	123.3	130.6	125.0	169.0	59.6	27.8	27.2	26.4	13.7
2c	166.2	116.9	118.1	154.4	114.6	119.0	151.4	59.1	27.2	27.2	27.2	13.5
2d	174.8	123.7	130.9	135.4	134.0	116.3	169.7	59.4	29.3	27.6	26.3	13.6



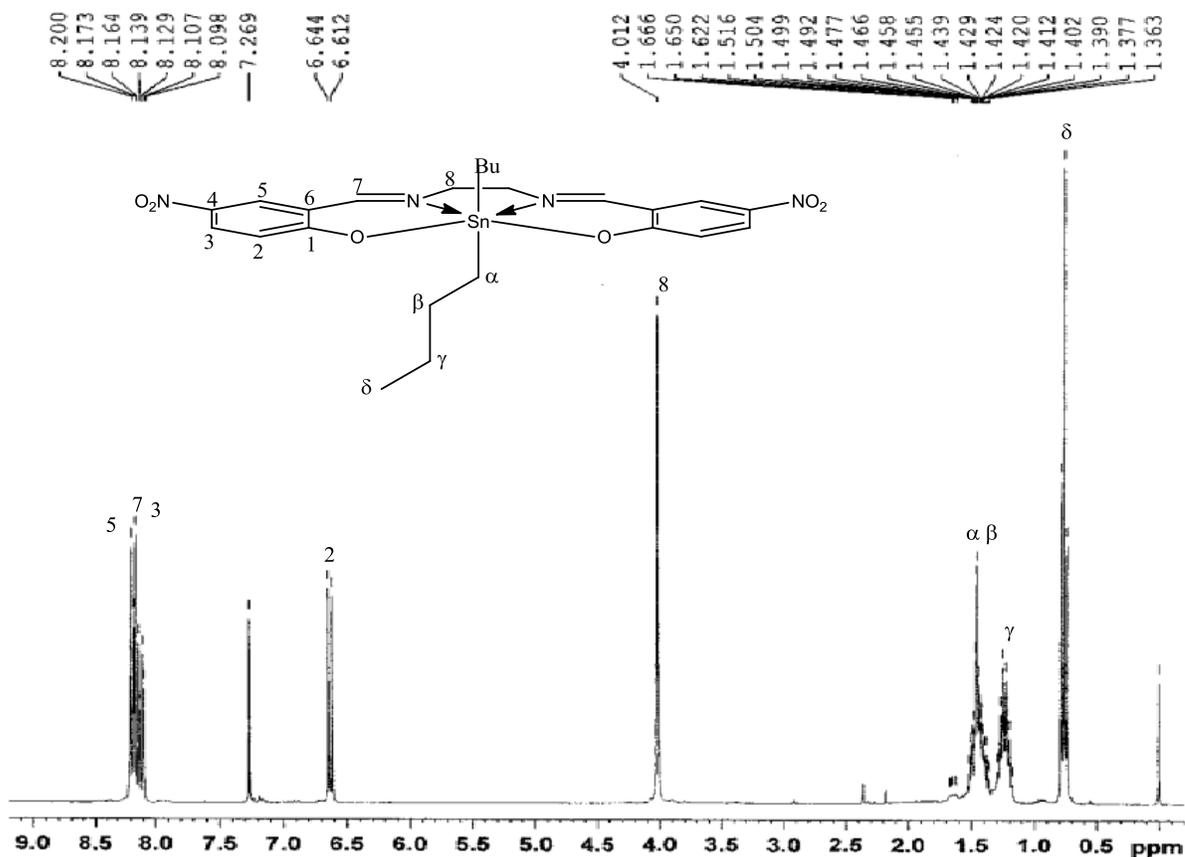


Figura 4.9 Espectro de RMN ^1H del complejo **2d**

4.2.4. Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ^{13}C

Los datos de la caracterización de RMN de ^{13}C para los complejos **2a-2d** se muestran en la Tabla 4.6.

En el espectro de RMN de ^{13}C (figura 4.10) se observan las 8 señales esperadas para el complejo **2d**, de las cuales seis corresponden al anillo aromático, una al carbono imínico y la otra señal corresponde al carbono del metileno del puente de la etilendiamina. Los C-1 a C-6 se asignaron en 174.8, 123.7, 130.9, 135.4, 134.0 y 116.3 ppm respectivamente. El C-7 que es el carbono imínico se asignó en 169.7 ppm y en 59.4 ppm se asignó el carbono del puente de la etilendiamina.

Además en la región de carbonos alifáticos se aprecian también 4 señales que corresponden a los carbonos de los metilos y metilenos de los grupos butilo: C- α , C- β , C- γ , C- δ , cuyos desplazamientos químicos son 29.3, 27.6, 26.3 y 13.6 ppm respectivamente. Puesto que en el espectro se observan solo cuatro señales para ambos grupos butilo, podemos afirmar que ambos sustituyentes son química y magnéticamente equivalentes.

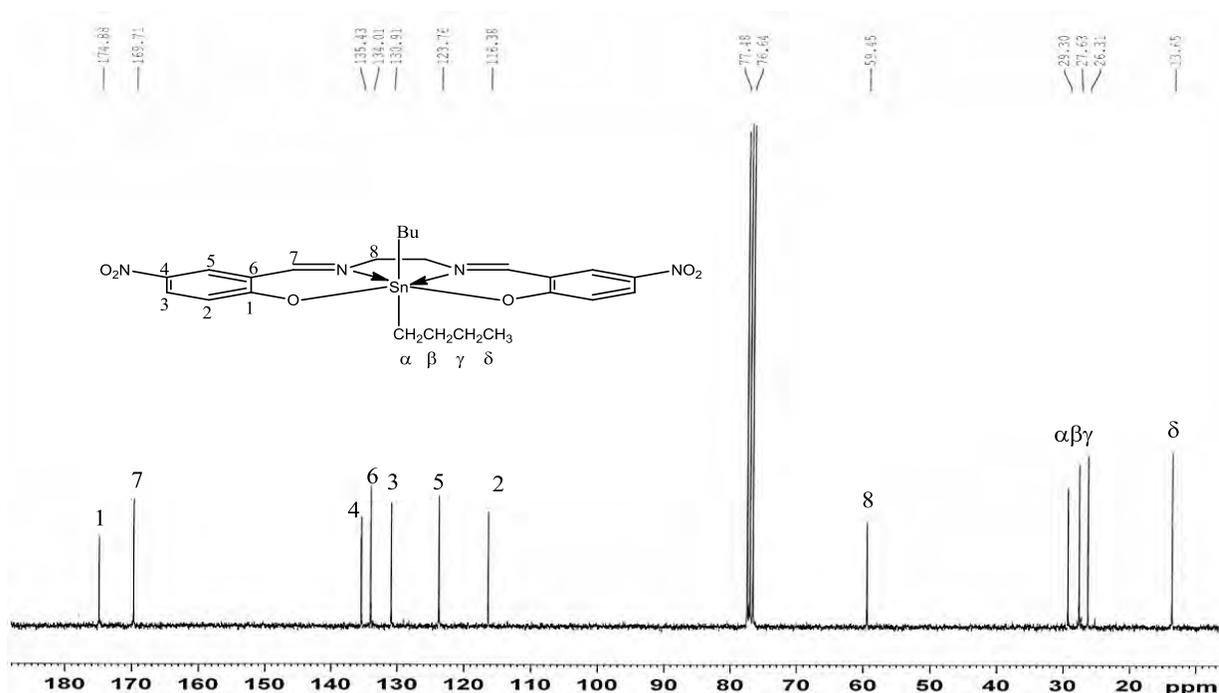


Figura 4.10 Espectro de RMN ^{13}C para el complejo 2d

4.2.5. Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ^{119}Sn

Dentro de la caracterización que se hace para compuestos de diorganoestaño(IV), la RMN de ^{119}Sn es muy importante ya que el desplazamiento químico proporciona información estructural y geométrica de los compuestos de organoestaño en disolución. Los valores de desplazamiento químico de los compuestos con número de coordinación cuatro se encuentran entre -40 y -120 ppm, mientras que para compuestos con número de coordinación cinco se encuentran de -90 a -330 ppm, y de -125 a -515 ppm para derivados con números

de coordinación seis, para los compuestos de diorganoestaño(IV) con número de coordinación siete los valores de desplazamiento químico se encuentran a partir de -400 ppm.²⁰ Estos desplazamientos pueden encontrarse a frecuencias más bajas o más altas dependiendo de la naturaleza de los átomos donadores y de los sustituyentes unidos al átomo de estaño.

Los datos de la caracterización de RMN de ^{119}Sn para los complejos **2a-2d** se muestran en la Tabla 4.7.

Tabla 4.7 Desplazamientos de RMN ^{119}Sn para los complejos 2a-2d.

COMPLEJO	RMN ^{119}Sn (ppm)
2a	-427.9
2b	-425.6
2c	-425.8
2d	-418.6

Por medio de la caracterización de RMN de ^{119}Sn para los complejos **2a-2d**, podemos decir que los cuatro complejos sintetizados son hexacoordinados en disolución y probablemente el Sn(IV) se encuentre en un ambiente octaédrico.

El espectro de RMN de ^{119}Sn (figura 4.11) para el complejo **2d** muestra un desplazamiento químico en -418.6 ppm.

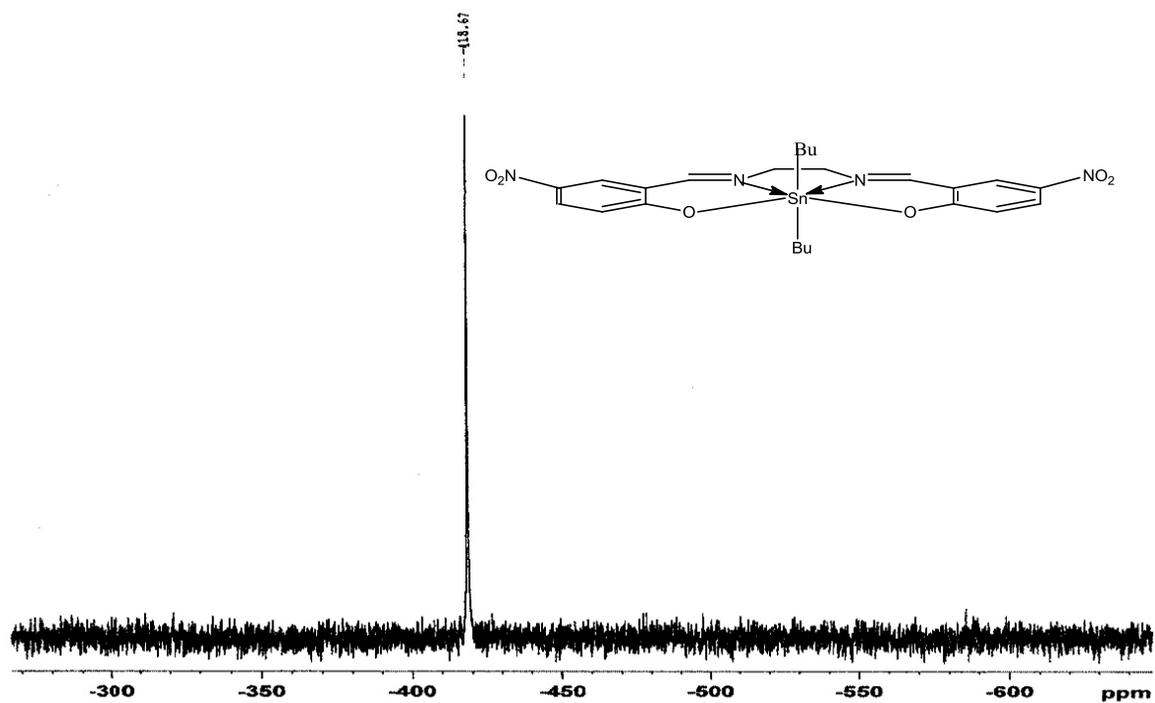


Figura 4.11. Espectro de RMN de ^{119}Sn (112 MHz, CDCl_3) para el complejo 2d.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo de investigación realizado, se obtuvieron un total de ocho compuestos, del cual se desprenden las siguientes conclusiones:

1. Se llevo a cabo la síntesis de cuatro nuevos ligantes tipo bases de Schiff a partir de la reacción entre etilendiamina y 5-R-salicilaldehído (R= H, Cl, OCH₃, NO₂) en relación estequiométrica 1:2 (ligantes 1a-1d).
2. Los ligantes fueron caracterizados por medio de espectroscopia de IR, espectrometría de masas y RMN de ¹H y ¹³C, comprobando así que estos compuestos fueron obtenidos.
3. La reacción entre 5-R-salicilaldehído (R= H, Cl, OCH₃, NO₂) con óxido de dibutil estaño y etilendiamina en relación estequiometrica 2:1:1 se llevo a cabo en un solo paso originando la formación de especies hexacoordinadas de estaño que poseen dos enlaces de coordinación N→Sn. Estos complejos se caracterizaron mediante las técnicas espectroscópicas de RMN de ¹H, ¹³C, ¹¹⁹Sn, IR y espectrometría de masas.
4. Todos los complejos obtenidos presentaron número de coordinación seis en disolución.
5. De acuerdo a los datos espectroscópicos obtenidos con las diferentes técnicas instrumentales (RMN, IR), se observó que sí existe un efecto electrónico presente en los complejos obtenidos en función de los sustituyentes en el ligante, manifestándose en el desplazamiento de la banda $\nu(\text{C}=\text{N})$.
6. El efecto inductivo de los sustituyentes también es causa de los distintos desplazamientos químicos, debido a la presencia de grupos electrodonadores o electroattractores.

6. PARTE EXPERIMENTAL

6.1. REACTIVOS

Los reactivos que se utilizaron para la presente investigación fueron etilendiamina, salicilaldehído, 5-clorosalicilaldehído, 5-metoxisalicilaldehído, 5-nitrosalicilaldehído y óxido de dibutilestaño. Todos ellos son productos comerciales adquiridos en Aldrich Chemical Company®.

Los disolventes utilizados fueron tolueno, metanol, cloroformo, DMSO. Todos ellos fueron utilizados sin previa purificación.

6.2. INSTRUMENTACIÓN.

Los puntos de fusión fueron medidos en un aparato Fisher Johns y no están corregidos.

Los espectros de IR se obtuvieron en un equipo Bruker Tensor 27 empleando la técnica de pastilla (KBr), las absorciones se dan en cm^{-1} .

Los espectros de masas por la técnica de impacto electrónico (IE) se obtuvieron con un equipo JEOL AX505HA mass spectrometer; la ionización se llevó a cabo con un haz de electrones a 70 eV con una corriente de ionización de 100 μA , siendo la temperatura máxima de 300°C. Los espectros de masas por la técnica de bombardeo rápido de átomos (FAB^+) se obtuvieron con un equipo JEOL JMS-SX 102 A mass spectrometer utilizando como matriz alcohol 3-nitrobencílico, con una corriente de ionización de 100 μA , las muestras fueron bombardeadas con átomos rápidos de Xe. Los datos descritos están expresados en unidades de

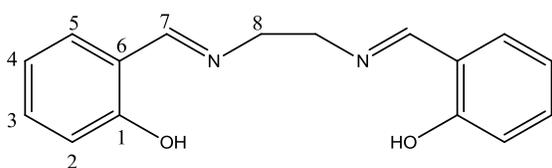
masa/carga (m/z) y los valores entre paréntesis indican la intensidad relativa al 100%.

Los experimentos de RMN de ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn , COSY y HETCOR obtenidos para los ligantes, así como sus correspondientes complejos se realizaron en un espectrómetro Bruker Advance(III), a una frecuencia de 300 MHz para ^1H , 75 MHz para ^{13}C y 112 MHz para ^{119}Sn , utilizando CDCl_3 y DMSO-d_6 como disolvente. Los desplazamientos químicos (δ) están dados en partes por millón (ppm), relativos a tetrametilsilano para ^1H y ^{13}C y a tetrametilestaño para ^{119}Sn . Las constantes de acoplamiento (J) están dadas en Hertz (Hz); la multiplicidad de las señales en RMN de ^1H se muestran como simple (s), doble (d) triple (t), doble de dobles (dd), doble de doble de dobles (ddd), y múltiple (m).

6.3. PROCEDIMIENTOS DE SÍNTESIS DE LIGANTES Y COMPLEJOS.

A continuación se presenta el procedimiento de síntesis de cada uno de los ligantes y complejos descritos en esta tesis, así como los datos espectroscópicos de cada uno de ellos.

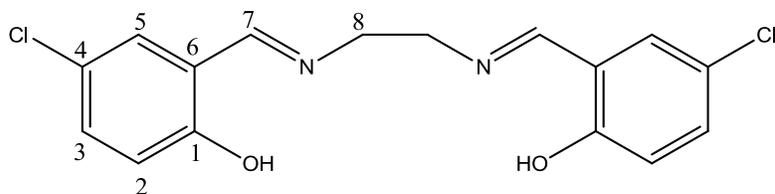
Ligante 1a.



En un matraz redondo de 100 ml equipado con un refrigerante y una trampa de Dean Stark se adicionaron 0.1 mL (1.492 mmol) de etilendiamina y 0.36 g (2.984 mmol) de salicilaldehído en 50 mL de mezcla tolueno–metanol en proporción 60:40, la solución se tornó de color amarillo, se calentó a reflujo durante 6 horas. El disolvente se eliminó a presión reducida obteniéndose 0.27 g de un sólido amarillo, p.f.118-120°C, con un rendimiento de 34.59 %; IR (KBr): $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1634 cm^{-1} . EM (IE), m/z (%): 268 (75), 251 (3), 175 (4), 134 (45); RMN ^1H (300MHz, CDCl_3), δ : 6.93 (2H,ddd,J=0.6,0.9,8.4 Hz, H-2), 7.29 (2H, ddd, J=1.5,7.5,7.85 Hz, H-3), 6.85 (2H,ddd, J=1.2,7.3, 7.5 Hz, H-4), 7.22 (2H, dd, J=1.5, 7.65 Hz, H-5), 8.35 (2H, s, H-7), 3.93 (4H, s, H-8);RMN de ^{13}C (75 MHz

CDCl₃), δ : 161.01 (C-1), 116.97 (C-2), 132.42 (C-3), 118.65 (C-4), 131.50 (C-5), 118.7 (C-6), 166.53 (C-7), 59.78 (C-8).

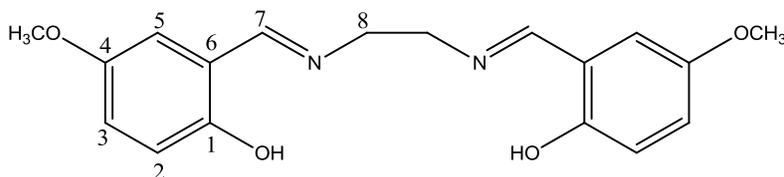
Ligante 1b.



Para la obtención de 1b se siguió la metodología anterior utilizando las siguientes cantidades. En un matraz redondo de

100 mL se adicionaron 0.1 mL (1.492 mmol) de etilendiamina y 0.46 g (2.9850 mmol) de 5-clorosalicilaldehído con 60 mL de mezcla tolueno-metanol en proporción 60:40, la solución se tornó de color amarillo, posteriormente se calentó a reflujo durante 6 horas con una trampa Dean Stark para la eliminación de agua. Un vez que terminó el reflujo, se eliminó el disolvente con una trampa de vacío y hielo seco obteniéndose 1.70 g de un sólido de color amarillo cuyo rendimiento fue de 44.34% y el intervalo del punto de fusión fue de 170-175°C; IR (KBr): $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1632.05 cm^{-1} ; EM (IE) m/z (%): 336 (92), 319 (3), 209 (4), 168 (51); RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃), δ : 6.89 (2H, d, J=8.7 Hz, H-2), 7.21 (2H, dd, J=2.7, 8.25 Hz, H-3), 7.25 (2H, d, J=2.7 Hz, H-5), 8.29 (2H, s, H-7), 3.95 (4H, s, H-8); RMN de ¹³C (75 MHz CDCl₃), δ : 159.58 (C-1), 132.38 (C-2), 130.59 (C-3), 123.35 (C-4), 119.30 (C-5), 118.6 (C-6), 165.44 (C-7), 59.62 (C-8).

Ligante 1c.

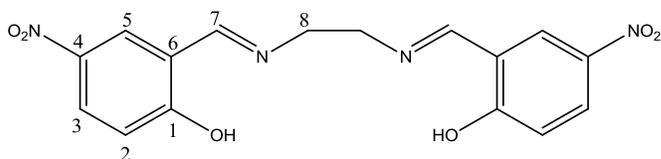


Se mezclaron 0.372 mL (2.983 mmol) de 2-hidroxi-5-metoxibenzaldehído y 0.1 mL de etilendiamina

en 50 mL de mezcla tolueno-metanol en proporción 60:40, la solución se tornó de color durazno y posteriormente tomó una coloración amarilla. El disolvente se eliminó con una trampa de vacío y hielo seco dando como resultado de la reacción

0.44 g de un sólido color amarillo cuyo intervalo de punto de fusión fue de 164-165°C y cuyo rendimiento fue de 45.72 %; IR (KBr): $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1633.65 cm^{-1} ; EM (IE) m/z (%): 328 (100), 311 (3), 205 (5), 164 (70); RMN ^1H (300MHz, CDCl_3), δ : 6.85-6.93 (4H,m, H-2, H-3), 6.73 (2H, d, J= 1.8 Hz, H-5), 8.30 (2H, s, H-7), 3.94 (4H, s, H-8); RMN de ^{13}C (75 MHz CDCl_3), δ : 155.1 (C-1), 117.7 (C-2), 119.5 (C-3), 152.0 (C-4), 114.9 (C-5), 118.2 (C-6), 166.2 (C-7), 59.8 (C-8).

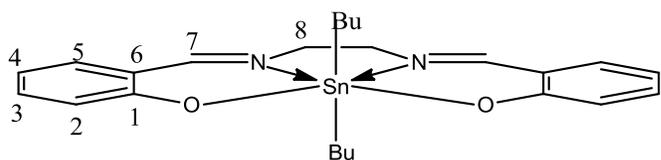
Ligante 1d.



Se mezclaron 0.1 mL (1.492 mmol) de etilendiamina y 0.49 g de 2-hidroxi-5-nitrobenzaldehído en 50 mL de mezcla tolueno-metanol en proporción 60:40, la

solución se tornó de color amarillo. Se eliminó el disolvente con un trampa de vacío y hielo seco dando como resultado de la reacción 0.37 g de un sólido de color amarillo cuyo rendimiento fue de 35.12 %, el punto de fusión no se registró. IR (KBr): $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1645 cm^{-1} ; EM (IE) m/z (%): 358 (60), 342 (8), 167 (100), 192 (55); RMN ^1H (300MHz, CDCl_3), δ : 6.77 (2H, d, J=9.3, H-2), 8.10 (2H,dd, J=3, 9.45, H-3), 8.40 (2H,d,J=2.7, H-5), 8.80 (2H,s, H-7), 4.03 (4H,s, H-8).

Complejo 2a

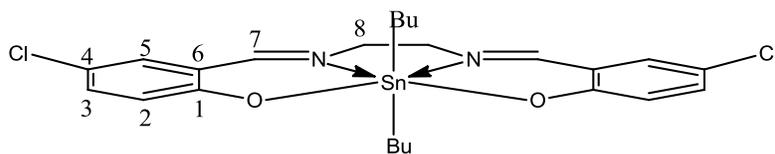


En un matraz bola de 100 mL se agregó la mezcla tolueno-metanol en proporción 60:40, posteriormente se agregó 0.1 mL

de etilendiamina, 0.3 mL de salicilaldehído y 0.37 g de óxido de dibutilestaño, la mezcla de reacción se obtuvo 0.67 g de un sólido de color amarillo, p.f. 149-154°C y un rendimiento de 45.38%; IR (KBr): $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1635.35 cm^{-1} , $\nu(\text{C}-\text{O})$ 1260 cm^{-1} ;

EM (IE), m/z (%): 500.15 (43), 443 (100); RMN ^1H (300MHz, CDCl_3), δ : 6.66 (2H,dd,J= 8.4 Hz, H-2), 7.29 (2H, ddd, J= 1.8, 7.2, 8.7 Hz, H-3), 6.47 (2H, ddd, J= 1.2, 6, 7.2 Hz, H-4), 7.0 (2H, dd, J= 1.8, 7.8 Hz, H-5), 8.02 (2H, s, H-7), 3.87 (4H, s, H-8), 1.47-1.33 (12H, m, H- α , H- β , H- γ), 0.74 (6H, t, J=7.2, H- δ); RMN de ^{13}C (75 MHz CDCl_3), δ : 169.7 (C-1), 123.48 (C-2), 136.14 (C-3), 118.17 (C-4), 135.64 (C-5), 118.64 (C-6), 170.55(C-7), 59.35(C-8), 26.9 (C- α , C- β), 26.5 (C- γ), 13.7 (C- δ); RMN de ^{119}Sn -427.92 ppm;

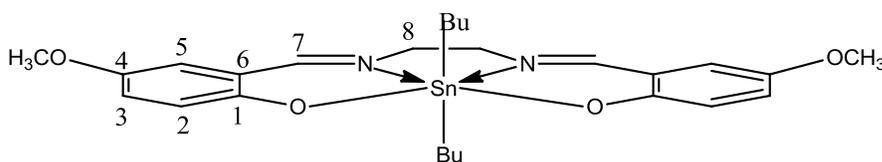
Complejo 2b



Siguiendo la metodología anterior, en un matraz bola de 100 mL se agregó la mezcla tolueno-

metanol en proporción 60:40, posteriormente se agregó 0.1 mL de etilendiamina y 0.46 g de 5-clorosalicilaldehído, se dejó que reaccionara durante 40 min y después se agregaron 0.37 g de óxido de dibutilestaño, obteniéndose una mezcla de color amarillo. Posteriormente la mezcla se puso a reflujo durante 8 horas. Una vez que se terminó el reflujo, se eliminó de la trampa Dean Stark el agua, y el disolvente que quedo se eliminó con trampa de vacío y hielo seco, obteniendo 0.4862 g de un producto de color amarillo cuyo intervalo de punto de fusión fue de 165-167°C y su rendimiento fue de 42.96 %; IR (KBr): ν (C=N) 1663.65 cm^{-1} , ν (Sn-N) 458.40, ν (C-O) 1237.44 cm^{-1} ; EM (IE), m/z (%): 568.07 (20) RMN ^1H (300MHz, CDCl_3), δ : 6.60 (2H,dd,J= 9.3 Hz, H-2) 7.17 (2H, d, J= 2.7,8.85 Hz, H-3), 6.97 (2H, d, J=3 Hz H-5), 7.95 (2H, s, H-7), 3.87 (4H, s, H-8), 1.42-1.32 (12H, m, H- α , H- β , H- γ), 0.71 (6H, t, J= 9.0, H- δ); RMN de ^{13}C (75 MHz CDCl_3), δ : 165.4 (C-1), 117.6 (C-2), 133.6 (C-3), 123.3 (C-4), 130.6 (C-5), 125.0 (C-6), 169.0(C-7), 59.6 (C-8), 27.8 (C- α), 27.2 (C- β), 26.4 (C- γ), 13.7 (C- δ) ; RMN de ^{119}Sn : -425.69 ppm;

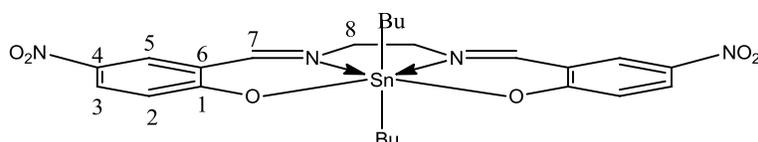
Complejo 2c



En un matraz bola de 100 mL, se mezclaron 0.1 mL(1.49 mmol)

de etilendiamina, 0.45 g (2.98mmol) de 2-hidroxi-5-metoxibenzaldehído y 0.37 g (1.49 mmol) de óxido de dibutilestaño, esta mezcla de reacción produjo 0.33 g de un sólido color amarillo, su rendimiento fue de 20.28 % y el rango de punto de fusión fue de 143-147°C; IR (KBr): $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1637 cm^{-1} , $\nu(\text{C}-\text{O})$ 1227.27 cm^{-1} ; EM (IE), m/z (%): 560 (18); RMN ^1H (300MHz, CDCl_3), δ : 6.63 (2H, d, J= 9.3 Hz, H-2), 6.97 (2H, dd, J= 3, 9 Hz, H-3), 6.48 (2H, d, J= 3.3 Hz, H-5), 7.97 (2H, s, H-7), 3.86 (4H, s, H-8), 1.49-1.36 (12H, m, H- α , H- β , H- γ), 0.74 (6H, t, J= 7.2, H- δ); RMN de ^{13}C (75 MHz CDCl_3), δ : 166.2 (C-1), 116.9 (C-2), 118.1 (C-3), 154.4 (C-4), 114.6(C-5), 119.0 (C-6), 151.4(C-7), 59.1(C-8), 27.2 (C- α , C- β , C- γ), 13.5 (C- δ); RMN de ^{119}Sn : -425.85 ppm;

Complejo 2d



En un matraz bola de 100 mL, se mezclaron 0.1 mL(1.49 mmol) de

etilendiamina, 0.49 g (2.98mmol) de 2-hidroxi-5-nitrobenzaldehído y 0.37 g (1.49 mmol) de óxido de dibutilestaño, esta mezcla de reacción produjo 0.82 g de un sólido color amarillo, su rendimiento fue de 46.72 % y el rango de punto de fusión fue de 199-200°C; IR (KBr): $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1627.36 cm^{-1} , $(\text{Sn}=\text{O})$ 554 cm^{-1} , $\nu(\text{Sn}-\text{N})$ 458 cm^{-1} ; RMN ^1H (300MHz, CDCl_3), δ : 6.62 (2H, d, $J_1=$ 9.3 Hz, H-2), 8.11(2H, dd, J= 3.0, 9.3 Hz, H-3), 8.17 (2H, d, J=3 Hz, H-5), 8.20 (2H, s, H-7), 4.01 (4H, s, H-8), 1.51-1.36 (12H, m, H- α , H- β , H- γ), 0.77 (6H, J= 7.2, H- δ); EM (IE), m/z (%): 590 (15), 533 (52), 498 (18), 386 (32); RMN de ^{13}C (75 MHz CDCl_3), δ : 174.88 (C-1), 123.76 (C-2), 130.92 (C-3), 135.44 (C-4), 134.01 (C-5), 116.38 (C-6), 169.71(C-7),

59.45(C-8), 29.3 (C- α), 27.6 (C- β), 26.3 (C- γ), 13.6 (C- δ) ; RMN de ^{119}Sn : -418.67 ppm.

7. BIBLIOGRAFÍA

- 1.- Brown, L., Le May, E., Bursten, E. *Química. La Ciencia Central*, Prentice Hall, **1998**. 854.
- 2.- Rayner, G., *Química Inorgánica Descriptiva*, Pearson Education, México, **2000**, 249.
- 3.- Cotton, F. A., Wilkinson, G, Gaus, P. L. *Basic Inorganic Chemistry*. John Wiley and Sons, Inc. Canadá, **1994**, 383.
- 4.- a) Mancilla, T., Compuestos Orgánicos de Estaño, Posibles Agentes Antitumorales, La química inorgánica en el tratamiento del cáncer, IV coloquio facultad de química, UNAM, **1994**, 43-56; b) Poller, R.C., *J. Organometal. Chem.*, **1965**, 3, 321-329; c) Clark, E.A; Sterritt, R.M.; Lester, J.N., *Environ. Sci. Technol.*, **1988**, 22(6), 600-604; d) Dubey, S.K., *Appl. Organomet. Chem.*, **2003**, 17, 3-8.
- 5.- Harrison, P.G., Cap 26, Silicon, Germanium, Tin and Lead en Wilkinson, G. *Comprehensive Coordination Chemistry*, 1987, Vol 3, Pergamon Press, Gran Bretaña, 183-234.
- 6.- Jensen, B. W., *J. Chem. Educ.*, **2006**, 83, 1751-1752
- 7.- Atkins, P., Jones L., *Principios de Química, los caminos del Descubrimiento*, 3ª edición, Medica Panamericana, Buenos Aires, **2006**, 69.
- 8.- Wade, L.G, *Química Orgánica*, Editorial Iberoamericana, 2ª Ed., 851-852.
- 9.- Corden, J.P., Errington, W., Moore, P., Wallbridge, M.G.H., *Chem. Commun.*, **1999**, 323.
- 10.- Beltrán, M., Y.M., *Síntesis del ligante H₂salen N,N'bis(salicilaldehidoetilendiimino) y estudio de la capacidad de ligación de oxígeno en diferentes compuestos de coordinación Msalen*. Química inorgánica III, Departamento de Química Facultad de Ciencias, Universidad nacional de Colombia, Bogotá D.C., Colombia.

- 11.- a) Santana Aguilar, Patricia, *Estudio de la actividad antioxidante y antiinflamatoria de complejos pentacoordinados de Sn(IV) derivados de bases de Schiff*, Directora: Dra. Elizabeth Gómez Pérez, Tesis de licenciatura, U.N.A.M., Instituto de Química, **2009**; b) Gómez, E., Morales-Morales, N.N., Santana, P., Ramírez- Apan, T., Nieto- Camacho, R.A., toscano, A., ZAAC, **2010**, 636, 1474-1477.
- 12.- Galván Hidalgo, José Miguel, *Síntesis, caracterización y estudio de la actividad citotóxica, antiinflamatoria y antioxidante de compuestos pentacoordinados de estaño (IV) derivados de alfa-aminoácidos*, Directora: Dra. Elizabeth Gómez Pérez, Tesis de Licenciatura, UNAM, Instituto de Química, **2009**.
- 13.- Beltran, H.I., Zamudio-Rivera, L.S., Mancilla, T., Santillan, R., Farfan, N., *Chem. Eur. J.*, **2003**, 9, 2291.
- 14.- J. M. Rivera, H. Reyes, A. Cortes, R. Santillan, P. G., Lacroix, C. Lepetit, K. Nakatani and N. Farfán, *Chem. Mater.*, **2006**, 18, 1174.
- 15.- Barba, V., Luna-García, R., Höpfl, H., Beltran, H., Zamudio-Rivera, L., *J. Organomet. Chem.*, **2007**, 692, 731-739.
- 16.- García-Zarracino, R., Ramos-Quiñones, J., Höpfl, H., *J. Organomet. Chem.*, **2002**, 664 188-200.
- 17.- Obafemi, C.A., Ejenavi, A.B., Kolawole, D.O., Oloke, J.K., *Inorg. Chim.Acta*, **1988**, 151, 21-27.
- 18.- Honnick, W.D., Zuckerman, J.J., *Inorg. Chem.*, **1979**, 18, 1437-1443.
- Obafemi, C.A., Ejenavi, A.B., Kolawole, D.O., Oloke, J.K., *Inorg. Chim.Acta*, **1988**, 151, 21-27.
- 19.- Qibao Wang, Ruifang D., Ning W., Daodong Z., Jikun L., Z. Anorg. Allg. Chem., **2010**, 636, 861-864.
20. - Otera, J. *J. Organomet. Chem.*, **1981**, 221, 57.

Señor, no permitas que me quede donde estoy. Ayúdame a llegar a donde tú esperes que llegue