

VIII
Parte EXPERIMENTAL

VIII. 1. Complejos con Haluros

a). Síntesis $M(HL)_2X_2 \cdot xH_2O$: $HL = HL^0, HL^1$ y $X = Cl, Br$. $M = Co(II), Ni(II), Cu(II)$.

⊕- Síntesis del complejo $Co(HL^0)_2Cl_2 \cdot 2H_2O$:

En la síntesis de este compuesto, el proceso utilizado es el mismo que el descrito para todos los haluros de cobalto. La preparación debe realizarse con especiales precauciones, bajo atmósfera controlada de nitrógeno.

Se preparan dos soluciones de relación molar $M:HL^0 = 1:2$.

Una formada por 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^0 en 10 ml de THF seco y previamente desoxigenado, y la otra solución formada por 0,05 g ($2,27 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ en 10 ml de THF.

Cuando están preparadas las dos soluciones, se añade la solución metálica sobre la de ligando.

La mezcla resultante de color rosa, se mantiene en agitación constante y bajo atmósfera de nitrógeno, precipitando a los 10 minutos un producto del mismo color que la solución, manteniéndose la agitación durante 24 horas para que la precipitación sea completa.

El producto así obtenido se filtra, se lava con 7 ml de THF seco y 5 ml de éter etílico, se seca en la línea de vacío y se guarda el producto en un desecador para evitar su descomposición.

Rendimiento: 90 %.

El complejo resultante es soluble en metanol, acetonitrilo, DMSO y DMF.

- Análisis elemental:

$Co(HL^0)_2Cl_2 \cdot 2H_2O$	% C	% N	% H
calculado	55,28	13,81	4,31
experimental	55,6	14,0	4,0

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c $0,99 \cdot 10^{-3}$ M) 105 - 110 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (electrolito: 1:1)

acetonitrilo (c $0,99 \cdot 10^{-3}$ M) 52 - 55 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3339(I, a), 3058(bI), 1609(I), 1573(mI), 1494(bI), 1467(mI), 1446(I), 786(mI), 764(I), 410(bI)

400-100 (cm^{-1}) 280(I) (Co-Cl)

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

metanol (c $1,16 \cdot 10^{-3}$ M, rosa) 614(8), 477 (40) nm, (Oh)

acetonitrilo (c $1,00 \cdot 10^{-3}$ M, azul) 685 (119), 589 (95) nm, (Oh Td)

sólido (rosa) 712, 506 nm, (Oh)

⊕- **Obtención del complejo $[\text{Co}(\text{HL}^0)_2\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$.**

Este producto se ha obtenido como monocristal, por evaporación del producto $(\text{Co}(\text{HL}^0)_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ disuelto en acetonitrilo.

⊕- **Síntesis del complejo $\text{Co}(\text{HL}^1)_2\text{Cl}_2 \cdot \text{EtOH} \cdot 3/2\text{H}_2\text{O}$.**

Se preparan dos soluciones de relación molar **M:HL¹ = 1:2**.

Una formada por 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL¹ en 10 ml de etanol previamente desoxigenado.

Y la otra solución formada por 0,05 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en la misma cantidad de disolvente.

Cuando están preparadas las dos soluciones, se añade la solución metálica sobre la de ligando.

Inmediatamente, la mezcla resultante da una solución de color gris con la aparición de un precipitado de color verde pálido, se mantiene en agitación constante y bajo atmósfera de nitrógeno durante 24 horas para que la precipitación sea completa.

El producto así obtenido se filtra, se lava con 10 ml de etanol y 5 ml de hexano, se seca en la línea de vacío y se guarda el producto en un desecador para evitar su descomposición.

Rendimiento: 91 %.

El complejo resultante es soluble en metanol, acetonitrilo, DMSO y DMF.

- **Análisis elemental:**

$\text{Co}(\text{HL}^1)_2\text{Cl}_2 \cdot \text{EtOH} \cdot 3/2\text{H}_2\text{O}$	% C	% N	% H
calculado	57,10	12,48	5,23
experimental	57,1	12,4	4,8

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c $3,86 \cdot 10^{-3}$ M) 85 - 90 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (electrolito: 1:1)

acetonitrilo (c $0,29 \cdot 10^{-3}$ M) 44 - 47 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3112(I), 3059(bI), 2723(I, a), 1612(I), 1570(I), 1476(I), 1461(I), 795(I), 773(I), 765(I), 431(bI)

400-100 (cm^{-1}) 372(mI) ((Co-N)), 296(I), 258(I) ((Co-Cl))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis si indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

metanol (c $3,86 \cdot 10^{-3}$ M, rosa) 1612(23), 690-640(h), 525(30), 500(29) nm (Oh)

acetonitrilo (c $0,29 \cdot 10^{-3}$ M, azul) 1410(103), 664(530), 570(363) nm (Oh)

sólido (verde pálido) 666, 590, 518 nm (Oh)

⊕- **Síntesis del complejo $\text{Co}(\text{HL}^0)_2\text{Br}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.**

Se preparan dos soluciones de relación molar **M:HL⁰ = 1:2**.

Una de 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^0 en 10 ml de THF seco y previamente desoxigenado.

La otra solución formada por 0,07 g ($2,26 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CoBr_2 \cdot 6H_2O$ en 10 ml de THF también seco y desoxigenado.

Cuando están preparadas las dos soluciones, se añade la solución metálica sobre la solución orgánica.

La mezcla resultante de color azul-verde, se mantiene en agitación constante y bajo atmósfera de nitrógeno, precipitando un producto de color rosa, se mantiene la agitación durante 24 horas.

El producto así obtenido se filtra, se lava con 10 ml de THF y se seca al vacío. Se guarda en el desecador evitando su descomposición.

Rendimiento: 77 %.

El complejo resultante es soluble en metanol, acetonitrilo, DMSO y DMF.

- Análisis elemental:

$Co(HL^0)_2Br_2 \cdot 3H_2O$	% C	% N	%H
calculado	47,01	11,74	3,94
experimental	47,2	11,7	3,1

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c $1,12 \cdot 10^{-3}$ M) 151 - 154 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (electrolito: 1:2)

acetonitrilo (c $0,98 \cdot 10^{-3}$ M) 112 - 115 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (electrolito: 1:1)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3081(bI), 1609(I), 1572(mI), 1493(bI), 1446(mI), 1444(I), 786(mI), 763(I), 412(bI)

400-100 (cm^{-1}) 278(I) ((Co-Br)), 238(I) ((Co-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

metanol (c $1,12 \cdot 10^{-3}$ M, rosa) 614(h), 464(112) nm, (Oh)

acetonitrilo (c $0,98 \cdot 10^{-3}$ M, azul) 697 (134), 618 (105) nm, (Oh Td)

sólido (rosa) 698, 498 nm, (Oh)

⊕- Síntesis del complejo $Co(HL^1)_2Br_2 \cdot EtOH \cdot H_2O$.

Se preparan dos soluciones de relación molar $M:HL^1 = 1:2$.

Una de 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^1 en 10 ml de etanol previamente desoxigenado.

Y la otra solución formada por 0,05 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CoBr_2 \cdot 6H_2O$ disueltos en la misma cantidad de disolvente.

Después de la disolución, se añade la solución metálica sobre la de ligando.

Inmediatamente, la mezcla resultante da una solución de color verde-gris con la aparición de un precipitado de color verde pálido, se mantiene en agitación constante y bajo atmósfera de nitrógeno durante 24 horas para que la precipitación sea completa.

El producto así obtenido se filtra, se lava varias veces con etanol y hexano, se seca en la línea de vacío y se guarda el producto en un desecador.

Rendimiento: 70 %.

El complejo resultante es soluble en metanol, acetonitrilo, DMSO y DMF.

- Análisis elemental:

Co(HL¹)₂Br₂.EtOH. H₂O	% C	% N	%H
calculado	51,02	11,15	4,55
experimental	51,0	11,0	4,3

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c 3,67 10⁻³ M) 104 - 110 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:1)

acetonitrilo (c 0,28 10⁻³ M) 64 - 68 ⁻¹cm²mol⁻¹ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm⁻¹) 3201(I), 3111(I), 3058(bI), 2802(I, a), 1612(I), 1569(I), 1474(I), 1461(I), 795(I), 765(I), 530(bI)

400-100 (cm⁻¹) 372(m) ((Co-N)), 280(I),260(I) ((Co-Br))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

metanol (c 3,67 10⁻³ M, rosa) 1612(19), 497 (28) nm, (Oh)

acetonitrilo (c 0,29 10⁻³ M, azul-verde) 1418(51), 664(370), 590(199) nm, (Oh Td)

sólido (verde pálido) 666, 591, 518 nm, (Oh)

⊕- Síntesis del complejo Ni(HL⁰)₂Cl₂. 3H₂O.

Para la obtención de este complejo, se han utilizado como disolventes agua destilada y etanol previamente desoxigenados.

Las relaciones molares metal : ligando utilizadas son: **1:1**, **2:1** y **1:2**.

En todos los casos, se disuelven 0,05 g (2,26 10⁻⁴ moles) de HL⁰ en 5 ml de etanol, esta solución se añade lentamente sobre 5 ml de H₂O en la que se ha disuelto el NiCl₂. 6H₂O.

La sal correspondiente a cada relación molar es:

por 1:1 0,05 g (2,27 10⁻⁴ moles)

por 2:1 0,11 g (4,50 10⁻⁴ moles)

por 1:2 0,03 g (1,13 10⁻⁴ moles)

Las mezclas resultantes, se mantienen en agitación constante durante 14 horas sin que aparezca ningún precipitado.

A continuación se concentran las soluciones hasta la aparición del primer sólido y se dejan reaccionar otras 5 horas aproximadamente, los productos de color azul claro así obtenidos se filtran, se lavan con etanol-agua (2,5:2,5) ml en todos los casos, se secan y se guardan en el desecador, ya que son productos muy hidrosfópicos.

Los rendimientos de cada reacción son:

1:1	38 %
2:1	41 %
1:2	84 %

El complejo obtenido es soluble en metanol, etanol, DMSO, DMF.

- Análisis elemental:

$\text{Ni}(\text{HL}^0)_2\text{Cl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	% C	% N	% H
calculado	53,70	13,42	4,50
experimental	54,6	13,6	4,0

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c $1,13 \cdot 10^{-3}$ M)	140 - 146 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (electrolito: ?)
dimetilformamida (c $1,05 \cdot 10^{-3}$ M)	67 - 68 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (electrolito: 1:1)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1})	3274(I), 3090(bI), 1613(I), 1574(mI), 1495(bI), 1469(mI), 1446(I), 781(mI), 764(I), 416(bI)
400-100 (cm^{-1})	235(I) ((Ni-N)), 300(mI) ((Ni-Cl))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

metanol (c $1,13 \cdot 10^{-3}$ M, azul)	614(11), 569 (14), 400(h) nm, (Oh)
dimetilformamida (c $1,05 \cdot 10^{-3}$ M, azul)	615(11), 602 (11) nm, (Oh)
sólido (azul)	706, 614, 590, 370 nm, (Oh)

⊕-Obtención del complejo $[\text{Ni}(\text{HL}^0)_2\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})][\text{Ni}(\text{HL}^0)_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_3 \cdot \text{EtOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Este producto se ha obtenido como monocristal de color azul intenso, por difusión de una solución de acetato de etilo a través de una solución del producto ($\text{Ni}(\text{HL}^0)_2\text{Cl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) disuelto en metanol.

⊕- Síntesis del complejo $\text{Ni}(\text{HL}^1)_2\text{Cl}_2 \cdot \text{EtOH} \cdot 1/4\text{H}_2\text{O}$.

Se disuelven 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando HL^1 en 10 ml de etanol previamente desoxigenado en un Schlenk y sobre ésta se adiciona una disolución de 0,05 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 10 ml de etanol. Pasadas 10 horas de reacción, precipita un producto de color verde, se deja reaccionar 24 horas más para que la reacción sea completa. Se filtra, se lava varias veces con etanol, se seca al vacío.

Rendimiento: 79 %

El complejo obtenido es soluble en metanol, DMSO, DMF, acetonitrilo y nitrometano.

- Análisis elemental:

Ni(HL¹)₂Cl₂.EtOH. 1/4H₂O	% C	% N	%H
calculado	59,06	12,91	5,03
experimental	59,1	12,8	5,1

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c 3,35 10⁻³ M) 111 - 117 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:1)
 dimetilformamida (c 1,75 10⁻³ M) 56 - 58 ⁻¹cm²mol⁻¹ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm⁻¹) 3307(I, a), 3159(I, a), 3111(I), 3061(bI), 2713(bI, a), 1615(I), 1570(mI),
 1475(I), 1463(I), 794(mI), 774(mI), 765(I), 534(bI)
 400-100 (cm⁻¹) 372(m), 248(m) ((Ni-N)), 288(I), 274(I) ((Ni-Cl))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

metanol (c 3,69 10⁻³ M, verde) 1054(10), 640(10), 383(h) nm, (Oh)
 dimetilformamida (c 2,46 10⁻³ M, verde) 1178(12), 988(8), 768(11), 703(11),
 423(39)nm, (Oh)
 sólido (verde) 710, 641, 370 nm, (Oh)

⊕- Síntesis del complejo Ni(HL⁰)₂Br₂. 3H₂O.

La síntesis de este complejo, se realiza de acuerdo con el método descrito anteriormente para el cloruro de níquel.

Se han utilizado como disolventes agua destilada y etanol previamente desoxigenados.

Las relaciones molares metal : ligando utilizadas son: **1:1, 2:1 y 1:2.**

En todos los casos, se disuelven 0,10 g (4,52 10⁻⁴ moles) de HL⁰ en 10 ml de etanol, esta solución se añade lentamente sobre otra formada por 10 ml de H₂O en la que se ha disuelto el NiBr₂. 3H₂O.

La sal correspondiente a cada relación molar es:

por 1:1 0,12 g (4,51 10⁻⁴ moles)
 por 2:1 0,25 g (9,02 10⁻⁴ moles)
 por 1:2 0,06 g (2,27 10⁻⁴ moles)

Las mezclas resultantes de color verde claro, se mantienen en agitación constante durante 14 horas sin que aparezca ningún precipitado.

A continuación se concentran las soluciones hasta la aparición del primer sólido y se dejan reaccionar otras 10 horas aproximadamente, los productos de color azul claro así obtenidos se filtran, se lavan con etanol-acetonitrilo (4:1) ml, se secan y se guardan en el desecador.

Los rendimientos para cada relación molar son:

(1:1) 19 %
 (2:1) 19 %
 (1:2) 25 %

El complejo obtenido es soluble en metanol, etanol, DMF, DMSO y parcialmente soluble en cloroformo.

- Análisis elemental:

Ni(HL⁰)₂Br₂·3H₂O	% C	% N	%H
calculado	47,03	11,75	3,94
experimental	47,1	11,7	3,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar en dos medios diferentes:

metanol (c 1,12 10⁻³ M) 160 - 172 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:2)

dimetilformamida (c 1,05 10⁻³ M) 136 - 142 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:2)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm⁻¹) 3269(I), 3084(bI), 1611(I), 1572(mI), 1494(bI), 1466(mI), 1445(I), 786(mI), 764(I), 414(bI)

400-100 (cm⁻¹) 235(bI) ((Ni-N)), 296(mI) ((Ni-Br))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

metanol (c 1,12 10⁻³ M, azul) 614(15), 569(18), 380(h) nm, (Oh)

dimetilformamida (c 1,05 10⁻³ M, azul) 599 (14) nm, (Oh)

sólido (azul) 700, 614, 596, 370 nm, (Oh)

⊕- Síntesis del complejo Ni(HL¹)₂Br₂·EtOH. 1/2H₂O.

Se disuelve 0,10 g (4,25 10⁻⁴ moles) de ligando HL¹ en 10 ml de etanol previamente desoxigenado y sobre ésta se adiciona una disolución de 0,06 g (2,12 10⁻⁴ moles) de NiBr₂·3H₂O en 10 ml de etanol. Pasadas 10 horas de reacción, precipita un producto de color verde, se deja reaccionar 24 horas más para que sea una reacción completa. Se filtra, se lava varias veces con etanol, se seca al vacío.

Rendimiento: 53 % .

El complejo obtenido es soluble en metanol, DMSO, DMF, acetonitrilo y nitrometano.

- Análisis elemental:

Ni(HL¹)₂Br₂·EtOH. 1/2H₂O	% C	% N	%H
calculado	51,65	11,29	4,47
experimental	51,5	11,4	4,2

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c 2,93 10⁻³ M) 131 - 135 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: ?)

dimetilformamida (c 2,15 10⁻³ M) 125 - 130 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:2)

- Espectroscopía IR:

4000- 400 (cm^{-1}) 3208(I, a), 3109(I), 3061(bI), 2835(bI, a), 1615(I), 1570(mI), 1474(I), 1461(I), 795(mI), 766(I), 533(bI)

400-100 (cm^{-1}) 372(mI), 238(m) ((Ni-N)), 270(I) ((Ni-Br))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

metanol (c $3,23 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 1044(17), 620(14), 379 (h) nm, (Oh)

dimetilformamida (c $2,15 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 1170(10), 397(h) nm, (Oh)

sólido (verde) 712, 616, 370 nm, (Oh)

⊕- Obtención del complejo de $[Ni(HL^1)_2(H_2O)_2]Br_2$.

Este producto se ha obtenido como monocristal de color azul intenso, por evaporación del producto descrito anteriormente ($Ni(HL^1)_2Br_2 \cdot EtOH \cdot 1/2H_2O$) disuelto en metanol.

⊕- Síntesis del complejo $Cu(HL^0)_2Cl_2 \cdot 2H_2O$.

Se prepara una solución de 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^0 en 10 ml de etanol previamente desoxigenado.

Igualmente se prepara otra solución formada por 0,04 g ($2,23 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ en 10 ml de etanol también desoxigenado.

Cuando están disueltos, se añade la solución metálica sobre la solución orgánica. Inmediatamente aparece un precipitado cristalino de color verde, se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno unas 20 horas, se filtra, se lava con 5 ml de etanol y 3 ml de CH_3CN , se seca a vacío.

Rendimiento: 41 %.

Este compuesto es soluble en DMSO, DMF, parcialmente soluble en acetonitrilo y diclorometano.

- Análisis elemental:

$Cu(HL^0)_2Cl_2 \cdot 2H_2O$	% C	% N	% H
calculado	54,86	13,70	4,27
experimental	54,3	13,7	3,7

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar en:

dimetilformamida (c $0,98 \cdot 10^{-3}$ M) 25 - 28 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3367(bI, a), 3011(mI, a), 1614(I), 1574(mI), 1496(bI), 1471(mI), 1449(I), 788(mI), 762(I), 410(bI)

400-100 (cm^{-1}) 320(I), 296(I) ((Cu-Cl)), 258(I) ((Cu-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestra a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,31 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 307(h), 811(166) nm
 sólido (verde) >820, 490, 387 nm, (coord 5 o 6)

⊕- **Síntesis del complejo $\text{Cu}(\text{HL}^1)_2\text{Cl}_2 \cdot \text{EtOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$.**

En un schlenk se introducen 10 ml de etanol absoluto, se desoxigena y se adicionan 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^1 .

Igualmente se prepara otra solución de 0,04 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Cuando están disueltos, se añade la solución metálica sobre la de ligando. Inmediatamente aparece un precipitado cristalino de color verde, se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno 21 horas, el producto obtenido se filtra, se lava varias veces con etanol, hexano y éter y se seca al vacío.

Rendimiento: 92 %.

Este producto es soluble en DMSO, DMF y parcialmente soluble en acetonitrilo y diclorometano.

- **Análisis elemental:**

$\text{Cu}(\text{HL}^1)_2\text{Cl}_2 \cdot \text{EtOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$	% C	% N	% H
calculado	57,44	12,56	5,12
experimental	57,7	12,7	5,1

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c $1,19 \cdot 10^{-3}$ M) 53 - 55 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

dimetilsulfóxido (c $1,19 \cdot 10^{-3}$ M) 27 - 31 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3400(mI, a), 3109(I), 3061(bI), 2748(I, a), 1616(I), 1578(I), 1475(I), 1463(I), 793(mI), 764(I), 531(bI)

400-100 (cm^{-1}) 226(m) ((Cu-N)), 281(I), 266(I) ((Cu-Cl))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,19 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 874(20), 430(h) nm
 sólido (verde) >820, 460, 370 nm, (coord 5 o 6)

⊕- **Obtención del complejo $[\text{Cu}(\text{CL}^1)\text{Cl}(\text{DMF})]_2$.**

Es un producto monocristalino de color verde que se ha obtenido a partir de la recrystalización del compuesto $\text{Cu}(\text{HL}^1)_2\text{Cl}_2 \cdot \text{EtOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ disuelto en DMF.

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3090(bI), 2926(bI), 1641(I), 1606(mI), 1573(bI), 1461(I), 1434(bI), 801(bI), 786(bI), 761(mI), 701(mI)

⊕- **Síntesis del complejo $Cu(HL^0)_2Br_2 \cdot H_2O$.**

Se preparan dos soluciones de relación molar $M:HL^0 = 1:2$.

Una de 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^0 en 10 ml de etanol previamente desoxigenado.

Y la otra formada por 0,05 g ($2,24 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CuBr_2$ anhidro en la misma cantidad de disolvente.

Seguidamente se añade la solución metálica sobre la orgánica. Aparece inmediatamente un precipitado cristalino de color verde.

La mezcla resultante se deja agitando unas 24 horas, se filtra, se lava con 5 ml de etanol y se seca al vacío.

Rendimiento: 76 %.

Este complejo es soluble en metanol, acetonitrilo, nitrometano, DMF y DMSO.

- **Análisis elemental:**

$Cu(HL^0)_2Br_2 \cdot H_2O$	% C	% N	%H
calculado	49,17	12,28	3,54
experimental	48,8	11,8	3,6

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de la conductividad molar en:

dimetilformamida (c $1,01 \cdot 10^{-3}$ M) 52 - 54 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3519(bI, a), 3053(mI, a), 1612(I), 1572(mI), 1494(bI), 1468(mI), 1448(I), 788(mI), 764(I), 408(bI)

400-100 (cm^{-1}) 292(I) ((Cu-Br)), 258(I) ((Cu-N))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,16 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 806(165) nm

sólido (verde) 818, 453, 386 nm, (coord 5 o 6)

⊕- **Síntesis del complejo $Cu(HL^1)_2Br_2 \cdot EtOH$.**

Se preparan dos soluciones de relación molar $M:HL^1 = 1:2$.

En 10 ml de etanol desoxigenado, se disuelven 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^1 .

En la misma cantidad de etanol desoxigenado, se disuelven 0,05 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CuBr_2$ anhidro.

Se añade la solución de la sal sobre la del ligando. Inmediatamente aparece un precipitado de color verde, se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno 24 horas, se filtra, se lava varias veces con etanol, hexano y éter y se seca al vacío.

Rendimiento: 95 %.

Este producto es soluble en acetonitrilo, DMSO, DMF y metanol.

- Análisis elemental:

Cu(HL¹)₂Br₂.EtOH	% C	% N	%H
calculado	51,94	11,36	4,36
experimental	51,6	11,2	4,3

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c 1,08 10⁻³ M) 67 - 70 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:1)
 dimetilsulfóxido (c 1,08 10⁻³ M) 66 - 69 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:1)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm⁻¹) 3399(bI, a), 3197(mI), 3108(I), 3059(bI), 2818(bI, a), 1614(I), 1576(I),
 1474(I), 1462(I), 794(I), 768(I), 530(bI)
 400-100 (cm⁻¹) 370(mI), 228(mI) ((Cu-N)), 278(I), 266(I) ((Cu-Br))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

dimetilformamida (c 1,08 10⁻³ M, verde) 1554(53), 1428(112), 874(300), 400-370 nm
 sólido (verde pálido) >820, 500, 370 nm, (coord 5 o 6)

**b). Síntesis M(HL)X₂. xH₂O: HL = HL⁰, HL¹ y X = Cl, Br.
 M = Co(II), Cu(II).**

⊕- Síntesis del complejo Co(HL⁰)Cl₂. 2H₂O.

Este producto se obtuvo utilizando THF seco como disolvente, con lo que se intenta evitar la posible hidrólisis, y se trabaja con especiales precauciones bajo atmósfera controlada de nitrógeno.

A la solución formada por 0,10 g (4,52 10⁻⁴ moles) de HL⁰ disueltos en 10 ml de THF, se le añade otra solución formada por 10 ml de THF en los que se han disuelto 0,11 g (4,50 10⁻⁴ moles) de CoCl₂. 6H₂O.

Se obtiene un producto de color azul oscuro el cual se deja en agitación unas 24 horas, se filtra bajo atmósfera de nitrógeno, se lava con 10 ml de THF y se seca en la línea de vacío, después se guarda el producto en un desecador para evitar su descomposición, ya que es altamente inestable al aire, pasando de color azul intenso a gris, en pocos minutos.

Rendimiento: 83 %.

Este complejo se obtiene también a partir de una relación molar metal : ligando **2:1**. (en este caso el rendimiento llega hasta el 94%).

El complejo obtenido es soluble en metanol, etanol, acetonitrilo, DMSO, parcialmente soluble en acetato de etilo y nitrometano.

- Análisis elemental:

Co(HL⁰)Cl₂ · 2H₂O	% C	% N	%H
calculado	43,43	10,85	3,90
experimental	43,7	10,6	3,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c 1,03 10 ⁻³ M)	132 - 135	⁻¹ cm ² mol ⁻¹ (electrolito: ?)
acetonitrilo (c 1,30 10 ⁻³ M)	66 - 71	⁻¹ cm ² mol ⁻¹ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm ⁻¹)	3348(I, a), 1611(I), 1572(mI), 1492(bI), 1468(mI), 1445(I), 785(mI), 765(I), 412(bI)
400-100 (cm ⁻¹)	296(I), 270 ((Co-Cl)), 236(I) ((Co-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

metanol (c 1,55 10 ⁻³ M, rosa)	614(5), 493 (26) nm, (Oh)
acetonitrilo (c 1,30 10 ⁻³ M, azul)	684(341), 588 (263) nm, (Oh Td)
sólido (azul)	730, 700, 641 nm, (Td)

⊕- Síntesis del complejo Co(HL¹)Cl₂ · H₂O.

Este producto se obtuvo al añadir en sólido 0,10 g (4,24 10⁻⁴ moles) de CoCl₂ · 6H₂O sobre una solución formada por 15 ml de THF seco y desoxigenado y 0,10 g ((4,25 10⁻⁴ moles) de HL¹, y trabajando con especiales precauciones bajo atmósfera controlada de nitrógeno.

Se obtiene una mezcla de color azul oscuro, precipitando un sólido del mismo color, se deja en agitación unas 24 horas, se filtra bajo atmósfera de nitrógeno, se lava varias veces con THF y se seca en la línea de vacío, después se guarda el producto en un desecador para evitar su descomposición.

Rendimiento: 55 %.

Este complejo se ha obtenido también a partir de una relación molar metal : ligando **2:1**.

El complejo obtenido es soluble en metanol, etanol, acetonitrilo, DMF, DMSO, parcialmente soluble en acetato de etilo y nitrometano.

- Análisis elemental:

Co(HL¹)Cl₂ · H₂O	% C	% N	%H
calculado	47,02	10,97	3,95
experimental	47,1	10,9	3,3

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

metanol (c 4,44 10 ⁻³ M)	83 - 90	⁻¹ cm ² mol ⁻¹ (electrolito: 1:1)
acetonitrilo (c 0,90 10 ⁻³ M)	17 - 19	⁻¹ cm ² mol ⁻¹ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3158(I), 3124(I), 3066(mI), 1615(I), 1566(mI), 1479(I), 1463(I), 824(I), 804(I), 764(I), 527(bI)
 400-100 (cm^{-1}) 372(mI) 224(mI) ((Co-N)), 326(I), 268(mI) ((Co-Cl))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

metanol (c $4,44 \cdot 10^{-3}$ M, rosa) 1608(28), 687-642(h), 494 (87) nm, (Oh)
 acetonitrilo (c $0,90 \cdot 10^{-3}$ M, azul) 1332(28), 668(256), 572(129) nm, (Oh Td)
 sólido (azul) 662, 591 nm, (Td)

⊕- Síntesis del complejo $Co(HL^1)Br_2 \cdot 1/2H_2O$.

Este producto se obtuvo al añadir en sólido 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CoBr_2 \cdot 6H_2O$ sobre una solución formada por 15 ml de THF seco y desoxigenado y 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^1 , y se trabaja con especiales precauciones bajo atmósfera controlada de nitrógeno.

Se obtiene una mezcla de color verde oscuro. Se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno 24 horas. Pasado este tiempo se concentra al 50 % del volumen inicial, y se deja en agitación 24 horas más para que la reacción sea completa. Se filtra bajo atmósfera de nitrógeno, se lava varias veces con THF y se seca en la línea de vacío, después se guarda el producto en un desecador para evitar su descomposición.

Rendimiento: 41 %.

Este complejo se ha obtenido también a partir de una relación molar metal : ligando 2:1.

El complejo obtenido es soluble en metanol, etanol, acetonitrilo, DMSO, parcialmente soluble en acetato de etilo y nitrometano.

- Análisis elemental:

$Co(HL^1)Br_2 \cdot 1/2H_2O$	% C	% N	%H
calculado	38,90	9,07	3,05
Experimental	38,9	9,1	2,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

metanol (c $3,67 \cdot 10^{-3}$ M) 119 - 125 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (electrolito: ?)

acetonitrilo (c $0,43 \cdot 10^{-3}$ M) 51 - 56 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3162(I), 3126(I), 3065(bI), 1615(I), 1565(mI), 1478(I), 1462(I), 823(mI), 804(I), 763(I), 427(bI)

400-100 (cm^{-1}) 374(mI), 220(mI) ((Co-N)), 288(I), 266(I) ((Co-Br))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

metanol (c $3,67 \cdot 10^{-3}$ M, rosa): 1610(27), 704-647(h), 492(52) nm, (Oh)
 acetonitrilo (c $0,43 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 1408(96), 670(519), 594(244) nm, (Oh Td)
 sólido (verde) 666, 593 nm, (Td)

⊕- **Síntesis del complejo $Cu(HL^0)Cl_2$.**

A la solución preparada con 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^0 en 10 ml de etanol previamente desoxigenado, se adicionan 0,08 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ disueltos en 10 ml de etanol también desoxigenado.

Inmediatamente aparece en la mezcla un sólido de color verde, se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno unas 24 horas.

Se filtra, se lava con 5 ml de etanol y 3 ml de CH_3CN y se seca al vacío.

Rendimiento: 80 %.

Este compuesto se obtiene también usando la relación molar metal : ligando **2:1**. El rendimiento en este caso es mas alto que si se utiliza la relación **1:1** y llega hasta el 94 %.

Este compuesto es soluble en DMSO, DMF, parcialmente soluble en THF, cloroformo, diclorometano, acetonitrilo y nitrometano.

- **Análisis elemental:**

$Cu(HL^0)Cl_2$	% C	% N	% H
calculado	47,27	11,81	3,11
experimental	47,2	11,8	3,1

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de conductividad molar en:

dimetilformamida (c $0,98 \cdot 10^{-3}$ M) 20 - 25 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3465(bI, a), 3129(mI), 1615(I), 1571(mI), 1495(bI), 1471(I), 1447(I),
 776(mI), 762(I), 414(bI)

400-100 (cm^{-1}) 320(I), 273(I) ((Co-Cl)), 248(I) ((Co-N))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,70 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 822(113), 380(h) nm

sólido (verde) 734, 490, 388 nm, (coord 4)

⊕- **Síntesis del complejo $Cu(HL^1)Cl_2$.**

A la solución preparada con 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^1 en 10 ml de etanol previamente desoxigenado, se adicionan 0,14 g ($8,50 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ disueltos en 10 ml de etanol también desoxigenado.

Inmediatamente aparece en la mezcla un sólido de color marrón, se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno unas 24 horas.

Se filtra, se lava varias veces con etanol, hexano y éter y se seca al vacío.

Rendimiento: 95 %.

Este compuesto es soluble en DMSO, DMF, parcialmente soluble en THF, cloroformo, diclorometano, acetonitrilo y nitrometano.

- Análisis elemental:

Cu(HL¹)Cl₂	% C	% N	%H
calculado	48,73	11,36	3,54
experimental	48,7	11,2	3,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c 1,08 10 ⁻³ M)	37 - 39	cm ² mol ⁻¹ (no conductor)
dimetilsulfóxido (c 1,08 10 ⁻³ M)	35 - 37	cm ² mol ⁻¹ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm ⁻¹)	3191(I, a), 3126(I), 3067(bI), 2928(bI), 1615(I), 1564(I), 1474(I), 1460(I), 834(mI), 799(I), 771(I), 530(bI)
400-100 (cm ⁻¹)	376(mI), 232(mI) ((Cu-N)), 276(I), 254(mI) ((Cu-Cl))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

dimetilformamida (c 1,08 10 ⁻³ M, verde)	1552(65), 1428(126), 970(156), 432(h) nm
sólido (marrón)	780, 550, 370 nm, (coord 4)

⊕- Síntesis del complejo Cu(HL⁰)Br₂.

Se disuelven en 10 ml de etanol previamente desoxigenado, 10 g (4,52 10⁻⁴ moles) de HL⁰.

Sobre esta solución, se añade otra formada por 0,10 g (4,52 10⁻⁴ moles) de CuBr₂ anhidro en el mismo disolvente.

Inmediatamente se forma un precipitado cristalino de color café, se deja en agitación constante durante 24 horas, el producto así obtenido se filtra, se lava con 5 ml de etanol, y se seca al vacío.

Rendimiento: 80 %.

Este compuesto se ha obtenido también a partir de la relación molar metal : ligando **2:1**. (El rendimiento en este caso llega hasta el 90 %).

El compuesto obtenido es soluble en metanol, DMSO y DMF.

- Análisis elemental:

Cu(HL⁰)Br₂	% C	% N	%H
calculado	37,82	9,45	2,49
experimental	37,8	9,4	2,4

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en:

dimetilformamida (c 1,01 10 ⁻³ M)	45 - 50	cm ² mol ⁻¹ (no conductor)
--	---------	--

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3491(bI, a), 3225(mI), 3091(bI), 1615(I), 1563(mI), 1492(bI), 1470(I),
1445(I), 778(mI), 763(I), 410(bI)
400-100 (cm^{-1}) 306(I) ((Cu-Br)), 262(I) ((Cu-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,35 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 848(178), 498(h) nm
sólido (café) 720, 516, 380 nm, (coord 4)

⊕- Síntesis del complejo $Cu(HL^1)Br_2$.

Se disuelven en 10 ml de etanol previamente desoxigenado, 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^1 .

Sobre esta solución, se añade otra formada por 0,19 g ($8,50 \cdot 10^{-4}$ moles) de $CuBr_2$ anhidro en el mismo disolvente.

Inmediatamente se forma un precipitado cristalino de color café, se deja en agitación constante durante 24 horas, el producto así obtenido se filtra, se lava varias veces con etanol, hexano y éter y se seca al vacío.

Rendimiento: 94 %.

Este compuesto se ha obtenido también a partir de la relación molar metal : ligando **2:1**.

El compuesto obtenido es soluble en metanol, DMSO, DMF.

- Análisis elemental:

$Cu(HL^1)Br_2$	% C	% N	%H
calculado	39,28	9,16	2,86
experimental	39,6	8,9	2,9

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c $1,09 \cdot 10^{-3}$ M) 95 - 97 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (electrolito: ?)
dimetilsulfóxido (c $1,09 \cdot 10^{-3}$ M) 53-57 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (electrolito: 1:1)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3400(bI, a), 3233(I), 3130(bI), 3060(bI), 1614(mI), 1562(mI), 1474(I),
1460(bI), 820(bI), 795(I), 762(I), 530(bI)
4000-400 (cm^{-1}) 376(I), 232(mI) ((Cu-N)), 278(I), 266(I) ((Cu-Br))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,09 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 1552(h),1420(112), 900(507), 575(h) nm
sólido (café) 797, 535, 417 nm, (coord 4)

c). Síntesis $\text{Co}(\text{HL}^0)\text{Br}(\text{OH}) \cdot \text{H}_2\text{O}$.

⊕- *Síntesis del complejo $\text{Co}(\text{HL}^0)\text{Br}(\text{OH}) \cdot \text{H}_2\text{O}$.*

Para la síntesis de este complejo, se preparan dos soluciones:

Una de ligando, a partir de 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) disueltos en 10 ml de THF seco previamente desoxigenado, y la otra formada por 0,15 g ($4,50 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{CoBr}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 10 ml de THF seco, también previamente desoxigenado, que corresponde a una relación molar metal : ligando **1:1**.

Cuando están disueltos, se añade la solución de la sal de cobalto a la de ligando.

La mezcla de color azul oscuro, se mantiene en agitación y bajo atmósfera de nitrógeno, obteniéndose a las 15 min un sólido de color azul-verdoso, se deja la solución en agitación durante 24 horas; el producto así obtenido, se filtra, se lava con 10 ml de THF y se seca en la línea de vacío, el producto de color azul-verde obtenido se guarda en el desecador para evitar su descomposición.

Rendimiento: 73 %.

Este complejo se obtiene también a partir de la estequiometría **2:1** (en este caso el rendimiento es del 59 %).

El producto obtenido, es muy fino por lo que tienen que tomarse muchas precauciones a la hora de la filtración.

Este producto es soluble en metanol, acetonitrilo, DMF y DMSO.

- Análisis elemental:

$\text{Co}(\text{HL}^0)(\text{OH})\text{Br} \cdot \text{H}_2\text{O}$	% C	% N	%H
calculado	42,55	10,63	3,57
experimental	42,9	10,5	2,9

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

metanol (c $1,01 \cdot 10^{-3}$ M)	144 - 148 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (electrolito: ?)
acetonitrilo (c $1,26 \cdot 10^{-3}$ M)	62 - 68 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3350(I, a), 1610(I), 1572(mI), 1493(bI), 1467(mI), 1444(I), 786(mI), 764(I), 414(bI)

4000-400 (cm^{-1}) 282(bI), 271 ((Co-Br)), 236(I) ((Co-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

metanol (c $1,52 \cdot 10^{-3}$ M, rosa)	614(7), 478 (30) nm, (Oh)
acetonitrilo (c $1,26 \cdot 10^{-3}$ M, azul)	696(205), 617(136) nm, (Oh Td)
sólido (azul)	665, 702, 725 nm, (Td)

VIII. 2. Complejos con Nitratos

a). Síntesis $M(HL)_2(NO_3)_2 \cdot xH_2O$: $HL = HL^0, HL^1$.

$M = Co(II), Ni(II), Cu(II)$.

⊕- **Síntesis del complejo $Co(HL^0)_2(NO_3)_2 \cdot H_2O$.**

Este producto se obtiene, usando cualquiera de las relaciones molares metal : ligando siguientes: **1:1, 2:1, 1:2**.

Se utiliza como disolvente etanol previamente desoxigenado.

Se disuelven separadamente en 10 ml de etanol 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando y la cantidad de sal metálica correspondiente a cada relación molar:

Relación metal : ligando	Cantidad de $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
1:1	0,13 g ($4,50 \cdot 10^{-4}$ moles)
2:1	0,26 g ($9,00 \cdot 10^{-4}$ moles)
1:2	0,07 g ($2,27 \cdot 10^{-4}$ moles)

Cuando están preparadas las dos soluciones, se adiciona la de la sal sobre la del ligando. Se deja reaccionar con agitación constante y bajo atmósfera de nitrógeno durante (20-24) horas.

En todos los casos, precipita un producto de color salmón. El producto así obtenido se filtra, se lava con 5 ml de etanol, 5 ml de éter etílico y se seca al vacío.

Los rendimientos son:

Relación molar: metal : ligando	Rendimiento
1:1	44 %
2:1	31 %
1:2	87 %

Este complejo es soluble en metanol, DMSO y DMF.

- **Análisis elemental:**

$Co(HL^0)_2(NO_3)_2 \cdot H_2O$	% C	% N	% H
calculado	52,26	17,41	3,75
experimental	52,8	17,4	3,7

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de conductividad molar en:

metanol (c $0,99 \cdot 10^{-3}$ M) 150 - 154 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (electrolito: 1:2)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3368(mI, a), 3122(mI), 3068(bI), 1612(I), 1574(bI), 1494(I), 1466(I), 1448(I), 1385(I), 1304(mI), 1284(bI), 1033(bI), 785(mI), 763(I), 491(bI), 414(bI)

1769, 1741, ($\nu=28$, monodentado)

400-100 (cm^{-1}) 284(mI) ((Co-O)), 256(I) ((Co-N))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

metanol (c $1,23 \cdot 10^{-3}$ M, rosa) 614(6), 471 (57) nm, (Oh)
 sólido (salmón) 706, 506 nm, (Oh)

⊕- **Síntesis del complejo $\text{Co}(\text{HL}^1)_2(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{EtOH} \cdot 1/4\text{H}_2\text{O}$.**

Este producto se obtiene, usando la relación molar metal : ligando **1:2**.

Se utiliza como disolvente etanol previamente desoxigenado.

Se disuelven separadamente en 10 ml de etanol 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando y 0,06 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Cuando están preparadas las dos soluciones, se adiciona la solución de la sal sobre la de ligando, dando una solución de color salmón con un precipitado cristalino del mismo color. Se deja reaccionar con agitación constante y bajo atmósfera de nitrógeno durante (20-24) horas.

El producto así obtenido se filtra, se lava varias veces con etanol y hexano y se seca al vacío.

Rendimiento: 80 %.

Este complejo es soluble en metanol, DMSO y DMF.

- **Análisis elemental:**

$\text{Co}(\text{HL}^1)_2(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{EtOH} \cdot 1/4\text{H}_2\text{O}$	% C	% N	% H
calculado	54,58	15,91	4,64
experimental	54,5	15,7	4,6

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de conductividad molar en:

metanol (c $2,27 \cdot 10^{-3}$ M) 103 - 109 $\text{cm}^2 \text{mol}^{-1}$ (electrolito: 1:1)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3143(I, a), 3105(I, a), 3063(I, a), 2870(bI, a), 1614(I), 1571(I), 1474(I), 1462(I), 1387(I), 1335(mI) 1279(I), 1025(mI), 798(I), 766(I), 485(bI), 440(bI)

1767 (iónico)

4000-400 (cm^{-1}) 374(I) ((Co-N)), 274(I) ((Co-O))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1} \text{mol}^{-1}$):

metanol (c $2,27 \cdot 10^{-3}$ M, rosa) 1606(40), 489 (49) nm, (Oh)

sólido (salmón) 698, 591, 518 nm, (Oh)

⊕- **Síntesis del complejo $\text{Ni}(\text{HL}^0)_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$.**

Este compuesto es posible obtenerlo a partir de tres estequiometrias metal : ligando diferentes: **1:1**, **2:1** y **1:2**.

Se utiliza como disolvente etanol previamente desoxigenado.

Se disuelven por separado en 10 ml de etanol, 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando y la

cantidad de sal metálica correspondiente a cada estequiometría.

Relación: metal : ligando	Cantidad de Ni(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O
1:1	0,13 g (4,50 · 10 ⁻⁴ moles)
2:1	0,26 g (9,04 · 10 ⁻⁴ moles)
1:2	0,07 g (2,27 · 10 ⁻⁴ moles)

Seguidamente, se añade la solución de la sal, sobre la solución de ligando. Las mezclas resultantes se mantienen en agitación constante de 20 a 24 horas.

En todos los casos, precipita un producto de color azul. Los productos así obtenidos se filtran, se lavan con (7-10) ml de etanol y se secan al vacío.

Los rendimientos obtenidos en cada reacción se resumen en la tabla siguiente.

Relación: metal : ligando	Rendimiento
1:1	43 %
2:1	38 %
1:2	91 %

El complejo obtenido es soluble en metanol, etanol, DMSO, DMF y parcialmente soluble en acetonitrilo.

- Análisis elemental:

Ni(HL ⁰) ₂ (NO ₃) ₂ · 1/2H ₂ O	% C	% N	%H
calculado	53,02	17,66	3,65
experimental	53,1	17,3	3,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en:

metanol (c 0,99 · 10⁻³ M) 152 - 161 ⁻¹cm²mol⁻¹ (electrolito: 1:2)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm⁻¹) 3122(mI, a), 3065(bI), 1613(I), 1574(bI), 1467(I), 1448(I), 1386(I), 1305(mI), 1273(mI), 1034(bI), 785(mI), 763(I), 491(bI), 423(bI)
1769 (iónico)

400-100 (cm⁻¹) 308(I), 284(mI), 270(mI) ((Ni-O)), 250(bI) ((Ni-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

metanol (c 1,23 · 10⁻³ M, azul) 614(10), 569(11) nm, (Oh)
dimetilformamida (c 1,53 · 10⁻³M, azul) 571(9) nm, (Oh)
sólido (azul) 702, 614, 586, 370 nm, (Oh)

⊕- Síntesis del complejo Ni(HL¹)₂(NO₃)₂ · EtOH · 1/2H₂O.

Este compuesto es posible obtenerlo a partir de dos estequiometrias metal : ligando diferentes: **2:1** y **1:2**.

Se utiliza como disolvente etanol previamente desoxigenado.

Se disuelven por separado en 10 ml de etanol 0,10 g (4,25 · 10⁻⁴ moles) de ligando y la

cantidad de sal metálica correspondiente a cada estequiometría.

Relación: metal : ligando	Cantidad de Ni(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O
2:1	0,25 g (8,50 · 10 ⁻⁴ moles)
1:2	0,06 g (2,12 · 10 ⁻⁴ moles)

Seguidamente, se añade la solución de la sal, sobre la solución de ligando.

Para la relación (2:1), la mezcla resultante se mantiene en agitación constante 24 horas sin aparición de sólido. Se concentra hasta 2/3 del volumen inicial y se adicionan lentamente 10 ml de hexano, precipitando un producto de color azul.

Mientras que para la relación (1:2), la precipitación del sólido es instantánea.

En los dos casos se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno durante 24 horas más y se filtran, se lavan varias veces con etanol y hexano, se secan al vacío.

Los rendimientos obtenidos en cada reacción se resumen en la tabla siguiente.

Relación: metal : ligando	Rendimiento
2:1	25 %
1:2	93 %

El complejo obtenido es soluble en metanol, etanol, DMSO, DMF y parcialmente soluble en acetonitrilo.

- Análisis elemental:

Ni(HL ¹) ₂ (NO ₃) ₂ ·EtOH. 1/2H ₂ O	% C	% N	%H
calculado	54,26	15,82	4,69
experimental	54,4	15,5	4,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

metanol (c 3,11 · 10 ⁻³ M)	101 - 106	⁻¹ cm ² mol ⁻¹ (electrolito: 1:1)
dimetilformamida (c 2,79 · 10 ⁻³ M)	115 - 120	⁻¹ cm ² mol ⁻¹ (electrolito: ?)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm ⁻¹)	3306(I, a), 3200(I, a), 3064(bI), 2878(bI), 1615(I), 1571(I), 1495(I), 1474(I), 1463(I), 1384(I), 1335(mI), 1278(I), 1024(mI), 798(I), 766(I), 495(mI), 438(bI)
	1767 (iónico)
400-100 (cm ⁻¹)	378(mI), 240(mI) ((Ni-N)), 284(I) ((Ni-O))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

metanol (c 3,11 · 10 ⁻³ M, azul)	1026(14), 614(15) nm, (Oh)
dimetilformamida (c 4,66 · 10 ⁻³ M, azul)	1176(8), 980(h), 770(h), 666(7), 394(h)nm, (Oh)
sólido (azul)	710, 616, 370 nm, (Oh)

⊕- Síntesis del complejo Cu(HL⁰)₂(NO₃)₂ · 1/4H₂O.

Para la preparación de este compuesto, se utiliza como disolvente etanol, previamente

desoxigenado, y se trabaja bajo atmósfera de nitrógeno.

Se disuelven en 10 ml de etanol 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando; y en otros 10 ml también de etanol 0,05 g ($2,23 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

Una vez disueltos, se añade la solución de la sal metálica sobre la solución de HL^0 .

Inmediatamente, aparece un precipitado cristalino de color verde, se deja en agitación constante durante 24 horas, pasado este tiempo, se filtra, se lava con 10 ml de etanol y se seca al vacío.

Rendimiento: 85 %.

Este producto es soluble en DMSO y DMF, parcialmente soluble en THF, diclorometano, acetonitrilo y acetona.

- Análisis elemental:

$\text{Cu}(\text{HL}^0)_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 1/4\text{H}_2\text{O}$	% C	% N	%H
calculado	52,99	17,65	3,57
experimental	53,1	17,2	3,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c $0,99 \cdot 10^{-3}$ M)	93 - 97	$\text{cm}^2 \text{mol}^{-1}$ (electrolito: ?)
dimetilsulfóxido (c $1,10 \cdot 10^{-3}$ M)	76 - 81	$\text{cm}^2 \text{mol}^{-1}$ (electrolito: 1:1)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1})	3436(bI, a), 3121(mI), 3065(bI), 1610(I), 1575(bI), 1468(I), 1450(I), 1384(I), 1306(mI), 1282(bI), 1031(bI), 786(mI), 763(I), 490(bI), 412(bI), 1770, 1749, 1735, 1715 (=21, 14, mixto)
400-100 (cm^{-1})	304(I), 284(mI), 272(mI) ((Cu-O)), 244(mI) ((Cu-O))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1} \text{mol}^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,10 \cdot 10^{-3}$ M, verde)	616(96) nm
sólido (verde)	767, 480, 390 nm, (coord 5 o 6)

⊕- Obtención de $[\text{Cu}(\text{L}^0)_2]$.

La obtención de este complejo tiene lugar a partir de la recrystalización del compuesto $\text{Cu}(\text{HL}^0)_2(\text{NO}_3)_2$.

Se disuelve este compuesto en DMF, y se hace una difusión con hexano durante (3-4) meses. Al final del proceso se obtienen monocristales de color marrón.

Nota: este producto ha sido sintetizado vía directa con HL^0 y $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

⊕- Síntesis del complejo $\text{Cu}(\text{HL}^1)_2(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Para la preparación de este compuesto, se utiliza como disolvente etanol, previamente desoxigenado, y se trabaja bajo atmósfera de nitrógeno.

Se disuelven en 10 ml de etanol 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando, y en otros 10 ml de

etanol 0,21 g ($8,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

Una vez disueltos, se añade la solución de la sal metálica sobre la solución de HL^1 , obteniéndose una mezcla de color verde.

Después de media hora de reacción aparece un precipitado cristalino de color verde, se deja en agitación constante durante 24 horas, y al cabo de este tiempo, se filtra, se lava varias veces con etanol, hexano y éter y se seca al vacío.

Rendimiento: 40 %.

Este producto ha sido obtenido también cuando se utiliza la relación molar $\text{M}:\text{HL}^1 = 1:2$, con un rendimiento del 90 %.

Este producto es soluble en DMSO y DMF, parcialmente soluble en THF, diclorometano, acetonitrilo y acetona.

- Análisis elemental:

$\text{Cu}(\text{HL}^1)_2(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	% C	% N	% H
calculado	53,29	16,57	4,17
experimental	53,1	16,2	4,3

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c $1,18 \cdot 10^{-3}$ M) 123 - 129 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (electrolito: ?)

dimetilsulfóxido (c $2,36 \cdot 10^{-3}$ M) 76 - 78 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (electrolito: 1:1)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3436(bI, a), 3105(mI, a), 3064(mI), 2870(bI, a), 1616(I), 1575(I), 1476(I), 1463(I), 1384(I), 1321(I), 1283(I), 1029(bI), 798(mI), 767(I), 498(mI), 439(bI)

1767, 1763, 1750, 1746, ($\nu = 4, 13$, mixto)

4000-400 (cm^{-1}) 376(mI), 248(bI) ((Cu-N)), 278(I) ((Cu-O))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes y el espectro V-NIR en el intervalo 400-2000 nm.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,18 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 1554(47), 1430(100), 864(82), 390(1574) nm
sólido (verde) >820, 500, 371 nm, (coord 5 o 6)

b). Síntesis $\text{Cu}(\text{HL}^0)(\text{NO}_3)_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$.

⊕- Síntesis del complejo $\text{Cu}(\text{HL}^0)(\text{NO}_3)_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$.

Para la síntesis de este complejo, se preparan dos soluciones:

Una de ligando, preparada a partir de la disolución de 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de HL^0 en 10 ml de etanol previamente desoxigenado.

Otra de sal metálica $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, en la que se adicionan 0,11 g ($4,55 \cdot 10^{-4}$ moles) a 10 ml de etanol, también previamente desoxigenado, que corresponden a una estequiometría metal : ligando 1:1.

Cuando están disueltos, se añade la solución de la sal sobre la de ligando, después de la

adición, aparece un precipitado cristalino de color verde, se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno unas (20-24) horas, para que la reacción sea completa. Se filtra, se lava con 7 ml de etanol y se seca al vacío.

Este compuesto, se obtiene también utilizando la estequiometría metal : ligando **2:1**.

Los rendimientos son:

1:1	53 %
2:1	58 %

El complejo resultante es soluble en acetonitrilo, DMSO, DMF, parcialmente soluble en nitrometano y THF.

- Análisis elemental:

Cu(HL⁰)(NO₃)₂ · 1/2H₂O	% C	% N	%H
calculado	40,24	16,79	2,89
experimental	40,3	16,4	2,6

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c 0,98 10 ⁻³ M)	94 - 98	cm ² mol ⁻¹ (electrolito: ?)
dimetilsulfóxido(c 1,22 10 ⁻³ M)	65 - 71	cm ² mol ⁻¹ (electrolito: 1:1)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm ⁻¹)	3442(bI, a), 3212(bI, a), 3096(bI), 1616(mI), 1573(bI), 1516(I), 1470(I), 1448(I), 1384(I), 1319(I), 1283(I), 1023(bI), 787(mI) 763(I), 488(bI), 417(bI)
	1767, 1750, 1734, 1717 (=16, 17, mixto)
4000-400 (cm ⁻¹)	306(I), 278(mI) ((Cu-O)), 250(bI) ((Cu-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

dimetilformamida (c 1,22 10 ⁻³ M, verde)	646(91) nm
sólido (verde)	720, 488, 386 nm, (coord 4 o 5)

⊕- Obtención del complejo [Cu(HL⁰)(NO₃)(H₂O)₂](NO₃)₂ ·

Es un sólido monocristalino de color verde intenso, obtenido por recristalización del producto descrito anteriormente (Cu(HL⁰)(NO₃)₂ · 1/2H₂O) disuelto en acetonitrilo.

VIII. 3. Complejos con Acetatos

a). Síntesis $\text{Ni}(\text{HL})_2(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$: $\text{HL} = \text{HL}^0, \text{HL}^1$.

⊕- Síntesis del complejo $\text{Ni}(\text{HL}^0)_2(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Para la síntesis de este producto, se preparan por separado dos soluciones con relación molar $\text{M}:\text{HL}^0 = 1:2$.

Una solución formada por 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando en 10 ml de etanol desoxigenado.

Otra solución formada por 0,06 g ($2,26 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 10 ml de etanol desoxigenado.

Cuando están disueltos, se adiciona la solución de la sal metálica sobre la solución orgánica, se deja reaccionar 10 horas sin aparición de ningún precipitado, se evapora el disolvente obteniéndose un producto aceitoso. Después se trata tres veces con 10 ml de THF seco y frío y se obtiene un precipitado de color azul-verde, se filtra, se lava con THF y etanol fríos y se seca al vacío.

Rendimiento: 25 %.

Este mismo producto se puede obtener a partir de la relación molar $\text{M}:\text{HL}^1 = 1:2$, con un rendimiento del 35 %.

El producto es soluble en metanol, etanol, DMSO y DMF.

- Análisis elemental:

$\text{Ni}(\text{HL}^0)_2(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	% C	% N	% H
calculado	58,65	12,82	4,92
experimental	58,1	12,1	4,3

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

metanol (c $3,92 \cdot 10^{-3}$ M) 47 - 49 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

dimetilformamida (c $2,03 \cdot 10^{-3}$ M) 4 - 5 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3397(I, a), 3064(mI, a), 1608(I), 1573(mI), 1571(I), 1546(mI), 1450(I), 1414(I), 1055(mI), 988(I), 762(I), 491(bI), 420(bI)
1573, 1414 (= 159, bidentado-puente)

400-100 (cm^{-1}) 310(I), 260(I) ((Ni-O)), 230(bI) ((Ni-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

metanol (c $3,92 \cdot 10^{-3}$ M, azul) 587(21), 346 (h) nm, (Oh)

dimetilformamida (c $2,03 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 602(21), 364(h) nm, (Oh)

sólido (azul verde) 706, 616, 370 nm, (Oh)

⊕- **Síntesis del complejo $Ni(HL^1)_2(CH_3COO)_2 \cdot 1/2H_2O$.**

Se prepara una solución de 10 ml de etanol desoxigenado con 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando y se añaden en sólido 0,05 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$.

Después de 10 horas de reacción, se concentra hasta 1/3 del volumen inicial, y aparece un sólido de color verde. Se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno 24 horas más, se filtra, se lava varias veces con etanol y se seca al vacío.

Rendimiento: 45 %.

El complejo resultante es soluble en metanol, DMSO y DMF.

- **Análisis elemental:**

$Ni(HL^1)_2(CH_3COO)_2 \cdot 1/2H_2O$	% C	% N	%H
calculado	62,22	12,80	5,06
experimental	62,4	12,7	4,9

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de la conductividad molar del complejo en dos medios diferentes:

metanol (c $3,92 \cdot 10^{-3}$ M) 65 - 68 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

dimetilformamida (c $5,08 \cdot 10^{-3}$ M) 4 - 5 $\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3391(bI), 3049(bI), 2979(bI), 1615(I), 1608(mI), 1577(I), 1463(I),
1436(I), 1396(I), 1016(I), 888(I), 775(I), 533(mI), 434(bI)
1615, 1577, 1396 (= 181, 219, monodentado)

400-100 (cm^{-1}) 378(I), 244(I) ((Ni-N)), 286(bI) ((Ni-O))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

metanol (c $5,22 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 631(15), 351(h) nm, (Oh)

dimetilformamida (c $5,08 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 688(14), 658(15), 365(h) nm, (Oh)

sólido (verde) 716, 370 nm, (Oh)

b). Síntesis $Cu(L)(CH_3COO) \cdot xH_2O$: HL = HL⁰, HL¹.

⊕- **Síntesis del complejo $Cu(L^0)(CH_3COO)$.**

Para la síntesis de este producto, se preparan por separado dos soluciones con una relación molar $M:HL^0 = 1:1$.

Una solución de 10 ml de etanol desoxigenado y 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando.

Otra solución de 10 ml de etanol desoxigenado y 0,09 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de $Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$.

Cuando están disueltos, se adiciona la solución de la sal metálica sobre la solución orgánica. Inmediatamente precipita un sólido muy fino y de color verde. Se deja reaccionar 5 horas, se filtra, se lava varias veces con etanol y hexano y se seca al vacío.

Rendimiento: 71 %.

El complejo obtenido es soluble en acetonitrilo, DMSO y DMF.

- Análisis elemental:

Cu(L⁰)(CH₃COO)	% C	% N	%H
calculado	56,05	12,26	3,82
experimental	56,6	12,5	3,8

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c 1,17 10 ⁻³ M)	6 - 7	cm ² mol ⁻¹ (no conductor)
dimetilsulfóxido (c 1,17 10 ⁻³ M)	5 - 6	cm ² mol ⁻¹ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm ⁻¹)	3409(bI, a), 3062(bI), 1612(I), 1590(I), 1570(mI), 1460(I), 1450(mI), 1390(I), 1050(mI), 1009(mI), 761(I), 498(mI) 417(bI) 1590, 1390 (= 200, monodentado)
400-100 (cm ⁻¹)	302(I), 278(mI) ((Cu-O)), 226(I) ((Cu-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en cm⁻¹mol⁻¹):

dimetilformamida (c 1,17 10 ⁻³ M, verde)	649(102), 354(2867) nm,
sólido (verde)	no se observan las transiciones d-d

⊕- Síntesis del complejo Cu(L¹)(CH₃COO). 2/3H₂O.

Por separado, se preparan dos soluciones de relación molar **M:HL¹ = 1:1**.

Una solución de 10 ml de etanol desoxigenado y 0,10 g (4,25 10⁻⁴ moles) de ligando.

Otra solución de 10 ml de etanol desoxigenado y 0,08 g (4,25 10⁻⁴ moles) de Cu(CH₃COO)₂. H₂O.

Al adicionar la solución metálica sobre la solución orgánica, inmediatamente aparece un precipitado de color verde. Se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno 24 horas, se filtra, se lava varias veces con etanol y se seca al vacío.

Rendimiento: 35 %.

Este complejo es soluble en acetonitrilo, DMSO y DMF.

- Análisis elemental:

Cu(L¹)(CH₃COO). 2/3H₂O	% C	% N	%H
calculado	55,35	11,39	4,18
experimental	55,1	11,7	3,9

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c 1,08 10 ⁻³ M)	7 - 8	cm ² mol ⁻¹ (no conductor)
dimetilsulfóxido (c 1,08 10 ⁻³ M)	5 - 6	cm ² mol ⁻¹ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3064(bI), 3030(bI), 2924(bI), 1608(I), 1596(I), 1777(mI), 1462(I), 1381(I), 1095(I), 806(I), 761(I), 435(bI)
1596, 1381 ($\nu = 215$, monodentado)
400-100 (cm^{-1}) 386(mI), 228(I), ((Cu-N)), 278(I) ((Cu-O))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,08 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 699(242), 360(3329) nm
sólido (verde) no se observan las transiciones d-d

c). Síntesis $M(L)_2 \cdot xH_2O$: $HL = HL^0$, HL^1 y $M = Co(II)$, $Cu(II)$, $Pd(II)$.

⊕- Síntesis del complejo $Co(L^0)_2 \cdot 2H_2O$.

Se prepara una solución de 0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando en 10 ml de etanol desoxigenado.

Y se adicionan en sólido 0,06 g ($2,26 \cdot 10^{-4}$ moles) de $Co(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$, obteniéndose una mezcla de color marrón, se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno una hora, pasada la cual aparece un precipitado cristalino de color marrón, se deja 24 horas más, se filtra, se lava con etanol y se seca al vacío.

Rendimiento: 50 %.

El complejo obtenido es soluble en acetonitrilo, DMSO, DMF y parcialmente soluble en metanol.

- Análisis elemental:

$Co(L^0)_2 \cdot 2H_2O$	% C	% N	% H
calculado	62,81	15,69	4,52
experimental	62,6	15,0	3,8

- Conductividad molar:

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

acetonitrilo (c $0,53 \cdot 10^{-3}$ M) 5 - 6 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

dimetilformamida (c $1,31 \cdot 10^{-3}$ M) 5 - 6 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

- Espectroscopía IR:

4000-400 (cm^{-1}) 3392(bI, a), 3095(bI), 3063(bI), 1613(I), 1548(mI), 1455(I), 760(I)
400-100 (cm^{-1}) 314(mI) ((Co-O)), 228(I) ((Co-N))

- Espectroscopía UV-Visible:

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

metanol no se observan las transiciones d-d
 acetonitrilo no se observan las transiciones d-d
 sólido (marrón gris) (400-670) nm, (Oh)

⊕- **Síntesis del complejo $Cu(L^0)_2$.**

Para la síntesis de este producto, se disuelven por separado en 10 ml de etanol previamente desoxigenado.

0,10 g ($4,52 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando.

0,05 g ($2,26 \cdot 10^{-4}$ moles) de $Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$.

Cuando están disueltos, se añade la solución de la sal metálica sobre la solución orgánica. Inmediatamente aparece un precipitado cristalino de color café. Se deja reaccionar bajo atmósfera de nitrógeno 18 horas para que la reacción sea completa. Se filtra, se lava varias veces con etanol y hexano y se seca al vacío.

Rendimiento: 87 %.

El complejo obtenido es soluble en DMSO y DMF y THF, insoluble en CH_2Cl_2 .

- **Análisis elemental:**

$Cu(L^0)_2$	% C	% N	% H
calculado	66,72	16,67	3,99
experimental	66,6	16,5	4,1

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

dimetilformamida (c $0,79 \cdot 10^{-3}$ M) 7 - 8 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

dimetilsulfóxido (c $1,19 \cdot 10^{-3}$ M) 2 - 3 $^{-1}cm^2mol^{-1}$ (no conductor)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1}) 3400(bI, a), 3088(mI), 3000(mI), 1612(I), 1566(mI), 1547(mI), 1470(I), 1459(I), 1448(I), 758(I), 417(bI)

400-100 (cm^{-1}) 250(mI) (Cu-N)

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en dos medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $cm^{-1}mol^{-1}$):

dimetilformamida (c $1,98 \cdot 10^{-3}$ M, verde) 585(49), 366(1735) nm

sólido no se observan transiciones d-d

Nota: Este producto ha sido recristalizado en DMSO, obteniéndose monocristales de color marrón intenso de la misma fórmula empírica ($Cu(L^0)_2$). Este producto monocristalino ha sido obtenido también por recristalización del complejo $Cu(HL^0)_2(NO_3)_2 \cdot 1/4H_2O$ disuelto en DMF (Pag. 340).

⊕- **Síntesis del complejo Pd(L⁰)₂. H₂O.**

En un schlenk conteniendo 10 ml de CH₂Cl₂ desoxigenado, se adicionan 0,10 g (4,52 10⁻⁴ moles) de HL⁰. Una vez disuelto, se le añade una solución formada por 10 ml de CH₂Cl₂ y 0,05 g (2,25 10⁻⁴ moles) de Pd(CH₃COO)₂, se obtiene una solución de color amarillo. Pasadas 20 horas, se concentra la solución hasta el 50% aproximadamente y se deja reaccionar 4 horas mas, apareciendo un sólido de color amarillo, se filtra, se lava con CH₂Cl₂ y se seca al vacío.

Rendimiento: 64%.

Este producto se obtiene también a partir de una relación molar 2M:1HL.

- **Análisis elemental:**

Pd(L ⁰) ₂ . H ₂ O	% C	% N	%H
calculado	59,57	14,89	3,93
experimental	58,9	14,5	3,6

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm⁻¹) 3367(bI), 3055(mI), 2997(bI), 1614(I), 1563(mI), 1546(mI), 1471(I), 1450(I), 757(I), 439(bI)

400-100 (cm⁻¹) 238(mI) (Pd-N))

⊕- **Síntesis del complejo Pd(L¹)₂.**

En un schlenk conteniendo 10 ml de CH₂Cl₂ desoxigenado, se adicionan 0,10 g (4,25 10⁻⁴ moles) de HL¹. Una vez disuelto, se le añade una solución formada por 10 ml de CH₂Cl₂ y 0,05 g (2,12 10⁻⁴ moles) de Pd(CH₃COO)₂, se obtiene una solución de color amarillo. Pasadas 20 horas precipita un sólido de color amarillo, se concentra hasta el 50% y se deja reaccionar 4 horas mas, se filtra, se lava con CH₂Cl₂ y se seca al vacío.

Rendimiento: 55%.

Este producto se obtiene también a partir de una relación molar 2M:1HL.

- **Análisis elemental:**

Pd(L ¹) ₂	% C	% N	%H
calculado	62,67	14,62	4,21
experimental	62,2	14,6	4,3

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm⁻¹) 3434(bI), 3059(bI), 1607(I), 1590(mI), 1572(mI), 1468(I), 1457(I), 1029(mI), 740(mI), 441(bI)

400-100 (cm⁻¹) 369(mI), 227(mI) (Pd-N))

⊕- **Obtención del complejo [Pd₂(L¹)₄].**

Es un producto monocristalino de color amarillo que se ha obtenido a partir de la recrystalización del compuesto Pd(L¹)₂ disuelto en acetonitrilo.

d). Síntesis $\text{Co}_2(\text{L}^1)(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

⊕- **Síntesis del complejo $\text{Co}_2(\text{L}^1)(\text{CH}_3\text{COO})_3$.**

Se prepara una solución de 0,10 g ($4,25 \cdot 10^{-4}$ moles) de ligando en 10 ml de etanol previamente desoxigenado.

Y se añade en sólido 0,05 g ($2,12 \cdot 10^{-4}$ moles) de $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, obteniéndose una solución de color marrón. Pasada una hora de reacción bajo atmósfera de nitrógeno comienza aparecer un precipitado cristalino de color salmón, se continua la reacción 24 horas más, se filtra, se lava varias veces con etanol y se seca al vacío.

Rendimiento: 30 %.

El producto obtenido es soluble DMSO, DMF.

- **Análisis elemental:**

$\text{Co}_2(\text{L}^1)(\text{CH}_3\text{COO})_3$	% C	% N	%H
calculado	47,65	7,94	3,99
experimental	47,4	7,8	4,0

- **Conductividad molar:**

Se han hecho medidas de conductividad molar en dos medios diferentes:

metanol (c $2,83 \cdot 10^{-3}$ M)	92 - 94	$\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (electrolito 1:1)
acetonitrilo (c $0,63 \cdot 10^{-3}$ M)	15 - 18	$\text{cm}^2\text{mol}^{-1}$ (no conductor)

- **Espectroscopía IR:**

4000-400 (cm^{-1})	3061(bI, a), 3007(bI, a), 2927(bI, a), 2852(bI, a), 1583(I), 1551(I), 1476(I), 1461(I), 1431(I), 1420(mI) 1399(I), 1022(mI), 797(mI), 765(I), 433(bI) 1583, 1551, 1431, 1399 (= 120, 184, bidentado-puente)
400-100 (cm^{-1})	370(bI), 228(I) ((Co-N)), 280(bI) ((Co-O))

- **Espectroscopía UV-Visible:**

El espectro UV-Visible ha sido registrado en el intervalo de longitud de onda de 200 a 900 nm y en tres medios diferentes.

Las bandas observadas, excluyendo las del ligando, se muestran a continuación (entre paréntesis se indican los valores de sus coeficientes de extinción molar en $\text{cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$):

metanol (c $2,83 \cdot 10^{-3}$ M, violeta)	571(47), 532(49) nm, (Oh)
acetonitrilo (c $0,63 \cdot 10^{-3}$ M, salmón)	no se observan transiciones d-d
sólido (salmón)	712, 526 nm, (coord 4, 5 o 6)

VIII. 4. Instrumentación

La instrumentación utilizada en el desarrollo de esta tesis es:

* Los **análisis elemental** de **carbono, hidrógeno y nitrógeno** han sido realizados en un analizador elemental **Carlo Erba EA1108** perteneciente al servicio de Análisis Químicos de la Universitat Autònoma de Barcelona.

* Los espectros de **RMN** se registraron en un espectrómetro de **400 MHZ** o de **200 MHZ Bruker AM** perteneciente al servicio de RMN de la Universitat Autònoma de Barcelona.

* Los espectros de Masas (**EM**) se registraron en un **HP 2985 GC/MS System** que pertenece al servicio de Análisis Químicos de la Universitat Autònoma de Barcelona.

* Las medidas de **conductividad** han sido realizadas en un **Conductivímetro Radiometer CDM-3** de la Unitat de Química Inorgànica de la Universitat Autònoma de Barcelona.

* Los espectros **IR** han sido registrados en un espectrofotómetro **Perkin-Elmer 1710 Infrared Fourier Transform Spectrometer** o **Perkin-Elmer system 2000 FT-IR** de la Unitat de Química Inorgànica de la Universitat Autònoma de Barcelona.

* - Los espectros electrónicos **UV-Visible** se han registrado en un espectrofotómetro electrónico **Kontron-Uvicon 860** de la Unitat de Química Inorgànica de la Universitat Autònoma de Barcelona.

- Los espectros de **reflectancia difusa** se registraron mediante una esfera integradora **Kontron-Tegimenta CH-6343 Rotkreuz. AG** acoplada al espectrofotómetro anterior, de la Unitat de Química Inorgànica de la Universitat Autònoma de Barcelona.

- Los espectros electrónicos del infrarrojo próximo **NIR** han sido realizados con un espectrofotómetro **NIRSystem 6500** de la Unitat de Química Analítica de la Universitat Autònoma de Barcelona.

* Los espectros de difracción de **Rayos-X** en monocristal, se han registrado en:

- Estructuras de $[\text{Co}(\text{HL}^0)_2\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$; $[\text{Ni}(\text{HL}^1)_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Br}_2$; $[\text{Cu}(\text{CIL}^1)_2\text{Cl}_2(\text{DMF})_2]$; $[\text{Cu}(\text{HL}^0)(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2](\text{NO}_3)$; $[\text{Cu}(\text{L}^0)_2]$; $[\text{Pd}_2(\text{L}^1)_4]$: mediante un difractómetro **Enraf-Nonius CAD4** del Departamento de Cristalografía y Mineralogía de la Universitat Autònoma de Barcelona.

- Estructura de $[\text{Ni}(\text{HL}^0)_2\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})][\text{Ni}(\text{HL}^0)_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_3 \cdot \text{CH}_3\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$: mediante un difractómetro **Enraf-Nonius CAD4** del Departamento de Cristalografía Mineralogía y Depósitos Minerales de la Universitat de Barcelona.

* Los **voltagramas** se han registrado con el generador de señales **Tacussel GSTP4** conectado a un osciloscopio **Tecktronix 2212** o **Nicolet 391**, de la Unitat de Química Física de la Universitat Autònoma de Barcelona.

* **Ordenadores** personales de la Unitat de Química Inorgànica.