

## IV. CONCLUSIONES.

La síntesis y estudio de los nuevos derivados de paladio(II) con iminofosfinas y difenilfosfinobenzamidas permite establecer las siguientes conclusiones:

1. Ha resultado imposible aislar y caracterizar los complejos del tipo  $[\text{Pd}\{\text{H}_2\text{C}(\text{pz}^x)_2\}(\text{L}^{\wedge}\text{P})][\text{ClO}_4]_2$  ( $\text{H}_2\text{C}(\text{pz}^x)_2 = \text{H}_2\text{C}(\text{pz})_2$  (bpzm) y  $\text{H}_2\text{C}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_2$  (bpzm\*);  $\text{L}^{\wedge}\text{P} = \text{N}^{\wedge}\text{P}$  o  $\text{O}^{\wedge}\text{P}$ ) mediante la reacción de los precursores  $[\text{Pd}\{\text{H}_2\text{C}(\text{pz}^x)_2\}(\text{CH}_3\text{CN})_2][\text{ClO}_4]_2$  con los correspondientes ligandos iminofosfina o difenilfosfinobenzamida. Se realizaron sin éxito ensayos variando el orden de los reactivos, el disolvente y los tiempos de reacción.
2. Los datos analíticos y espectroscópicos indican que el resultado de la reacción son los complejos homolépticos  $[\text{Pd}(\text{L}^{\wedge}\text{P})_2][\text{ClO}_4]_2$  y  $[\text{Pd}\{\text{H}_2\text{C}(\text{pz}^x)_2\}_2][\text{ClO}_4]_2$ . Dependiendo de los casos concretos estos dos compuestos se pudieron obtener por separado, se aisló sólo uno de ellos o se obtuvo la mezcla en proporción variable.

3. El hecho de que al utilizar una iminofosfina más voluminosa como  $(\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}-t\text{Bu})$  no se detecte el complejo  $[\text{Pd}(\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}-t\text{Bu})_2][\text{ClO}_4]_2$  apunta a la influencia de factores estéricos en la determinación del producto final de reacción. En cualquier caso hemos comprobado la incompatibilidad en nuestras manos de los ligandos de tipo bpzm con iminofosfinas y difenilfosfinobenzamidas en el entorno de coordinación de paladio.
4. Se han determinado por difracción de rayos X (a partir de monocristales obtenidos de los productos de reacción mencionados) las estructuras de los complejos  $[\text{Pd}(\text{bpzm}^*)_2](\text{ClO}_4)_2$  y  $[\text{Pd}(\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}-i\text{Pr})_2][\text{ClO}_4]_2$ , confirmándose las que las reacciones ensayadas transcurren por la ruta sugerida por los datos espectroscópicos. Ninguna de las estructuras cristalinas había sido previamente descrita.
5. De forma alternativa, la reacción directa de los ligandos difenilfosfinobenzamida con el precursor lábil  $\text{PdCl}_2(\text{PhCN})_2$  en la relación molar 2:1, y en presencia de una sal de plata como el perclorato permite preparar nuevos complejos homolépticos  $[\text{Pd}(\text{O}^{\wedge}\text{P})_2](\text{ClO}_4)_2$  en los que los ligandos actúan como bidentados  $\text{O}^{\wedge}\text{P}$ -dadores. La caracterización espectroscópica (FAB-MS, Infrarrojo y Resonancia Magnética Nuclear de  $^1\text{H}$  y  $^{31}\text{P}$ ) demuestra que estos complejos son idénticos a los obtenidos de forma inesperada en la reacción descrita anteriormente.
6. Se han determinado por difracción de rayos X (monocristal) las estructuras moleculares de los complejos  $[\text{Pd}(\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}-\text{NH}-i\text{Pr})_2]^{2+}$  y  $[\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{F}]^{2+}$ . En ambos casos la geometría del entorno de coordinación del paladio es plano cuadrada con una ligera distorsión tetraédrica. La conformación de los grupos fosfina de nuestros complejos se puede describir como de **no rotor**. Utilizando el método de clasificación se ha comprobado que el anillo de seis miembros, Pd1-P1-C1-C2-C7-O1 tiene conformación "screw-boat", con probabilidad 0.99, con una deformación de  $14^\circ$  para el catión  $[\text{Pd}(\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}-\text{NH}-i\text{Pr})_2]^{2+}$ , y para el catión  $[\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{F}]^{2+}$  los dos anillos de seis miembros, Pd1-P1-C1-C2-C7-O1 y

Pd1-P2-C26-C27-C32-O2 tienen conformación "screw-boat", con probabilidad 0.91 y una deformación de  $17^\circ$ , y "envelope" 0.65 deformada  $12^\circ$  respectivamente.

7. De manera análoga, la reacción directa de los ligandos iminofosfina con el precursor lábil  $\text{PdCl}_2(\text{PhCN})_2$  en la relación molar 2:1, y en presencia de una sal de plata como el perclorato permite preparar nuevos complejos homolépticos  $[\text{Pd}(\text{N}^{\wedge}\text{P})_2](\text{ClO}_4)_2$ . La caracterización espectroscópica demuestra que estos complejos son los mismos que se obtuvieron de forma inesperada en la reacción descrita anteriormente. En este caso además se cristalizó el compuesto  $[\text{Pd}(\text{Ph}_2\text{P}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CN}-i\text{Pr})_2][\text{ClO}_4]_2$  y se determinó su estructura por difracción de rayos-X, resultando idéntica a la obtenida a partir del mismo compuesto preparado por la otra ruta.