

ANEXOS

Catalizadores enantioselectivos basados en
compuestos de metales de los grupos 8 y 9:

Síntesis, caracterización y actividad catalítica

Trabajo Fin de Grado

Silvia Pallaruelo Lahoz

Directora: Dra. Joaquina Ferrer

ÍNDICE ANEXOS

1. ESPECTROS RMN	3
Espectros de RMN del ligando H₂L	3
Espectros RMN del complejo 1	3
Espectros RMN del complejo 2	4
Espectros de RMN del complejo 3	5
Espectros RMN del complejo 4	6
Espectros RMN del complejo 5	6
Espectros RMN del complejo 6	7
Espectros RMN del complejo 7	8
Espectros RMN del complejo 8	9
Espectros RMN del complejo 9	9
Espectros RMN del complejo 10	10
2. Comparaciones de los espectros obtenidos entre distintos compuestos	11
3. Parámetros geométricos de la estructura cristalina S_{Rh}-3	12
4. Desplazamiento de los NH con trans-β-nitroestireno	12

1. ESPECTROS RMN

Se ha realizado una selección de los espectros más relevantes de los complejos 1-10 y del ligando H_2L

Espectros de RMN del ligando H_2L

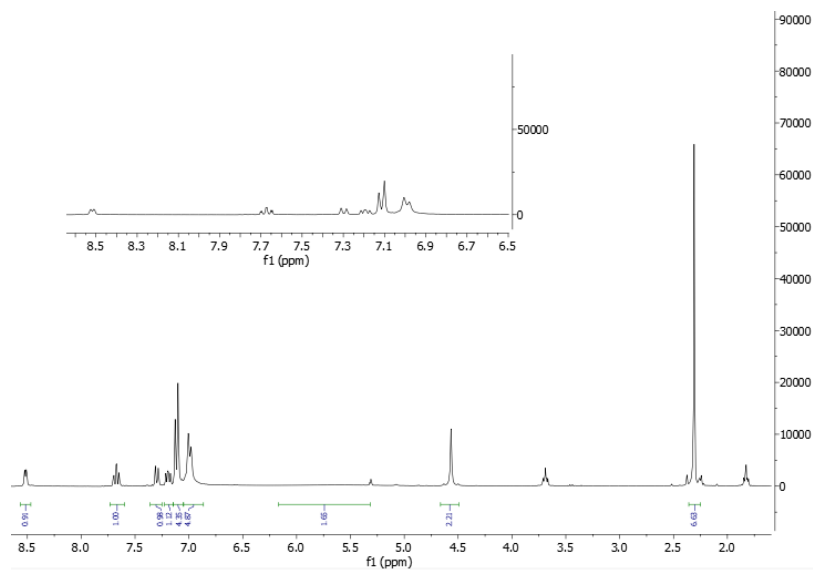


Figura 1. Espectro de 1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de H_2L

Espectros RMN del complejo 1

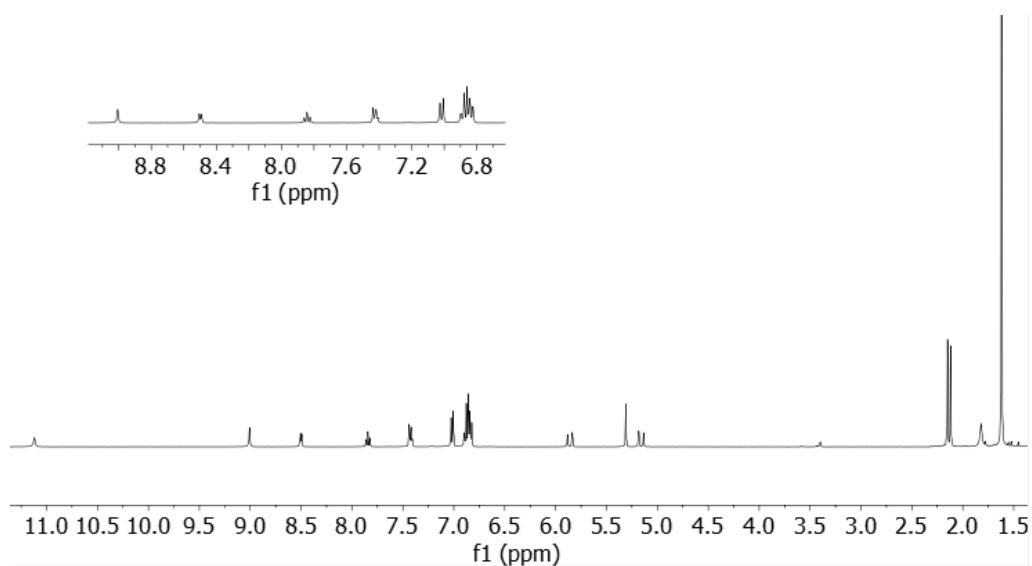


Figura 2. Espectro de 1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) del complejo 1

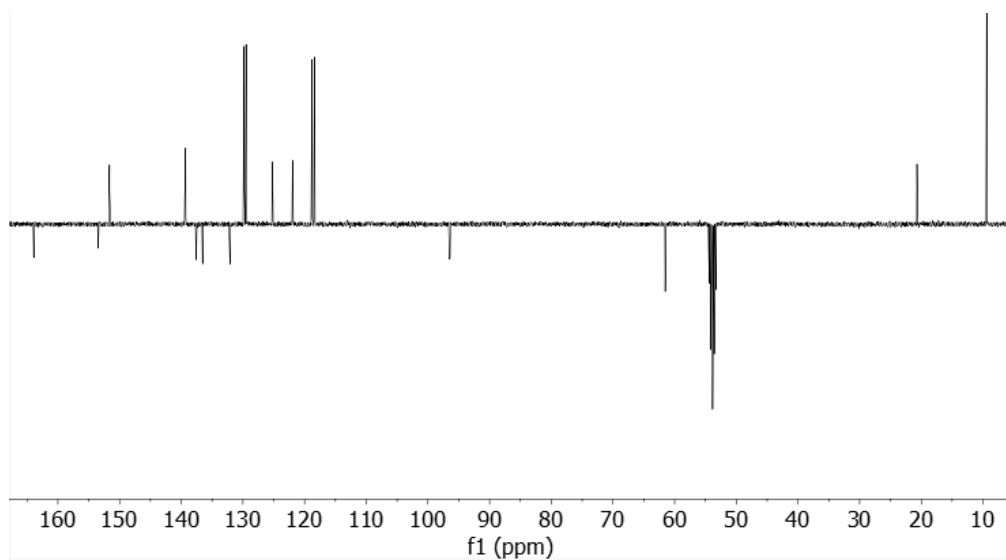


Figura 3. Espectro APT, $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **1**

Espectros RMN del complejo 2

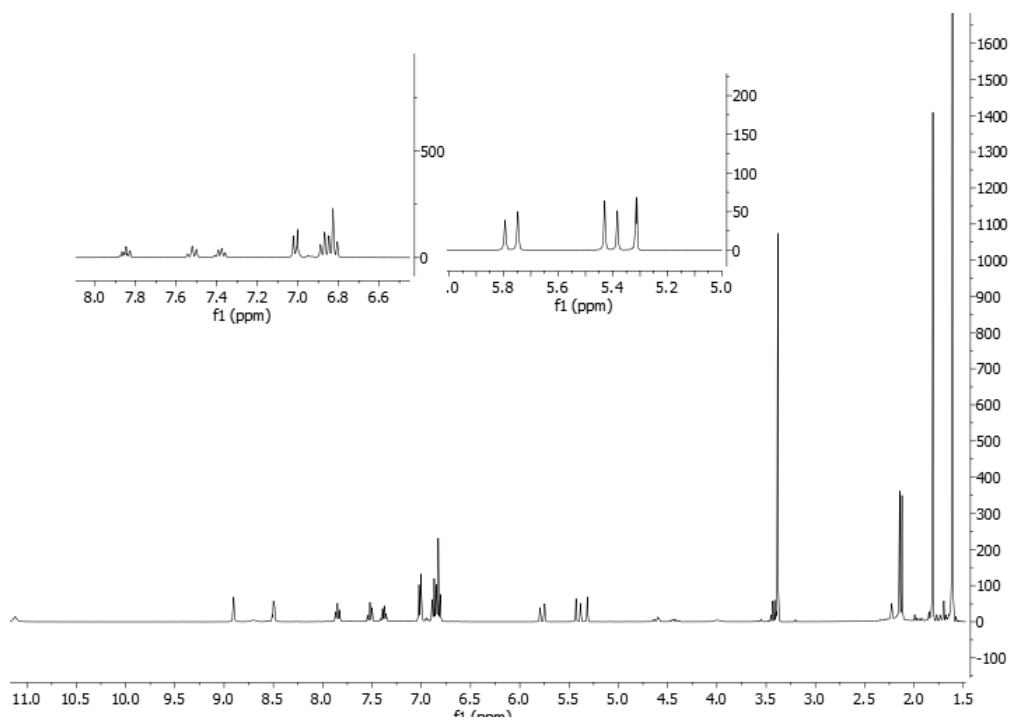


Figura 4. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) del complejo **2**

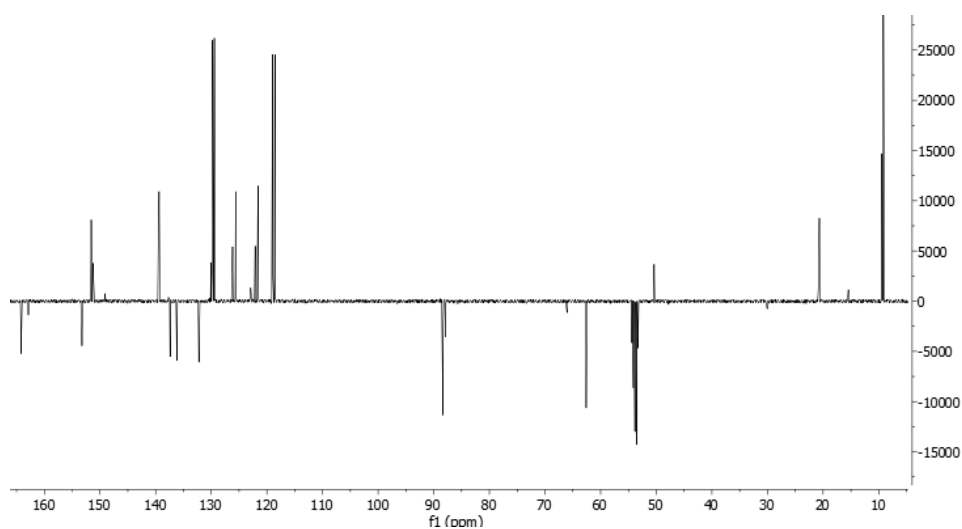


Figura 5. Espectro APT, $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **2**

Espectros de RMN del complejo 3

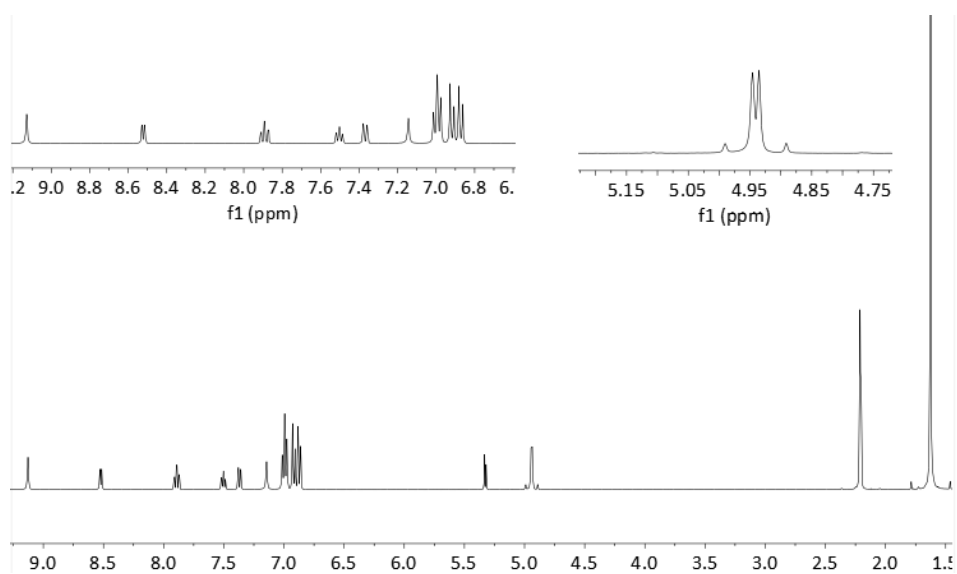


Figura 6. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **3**

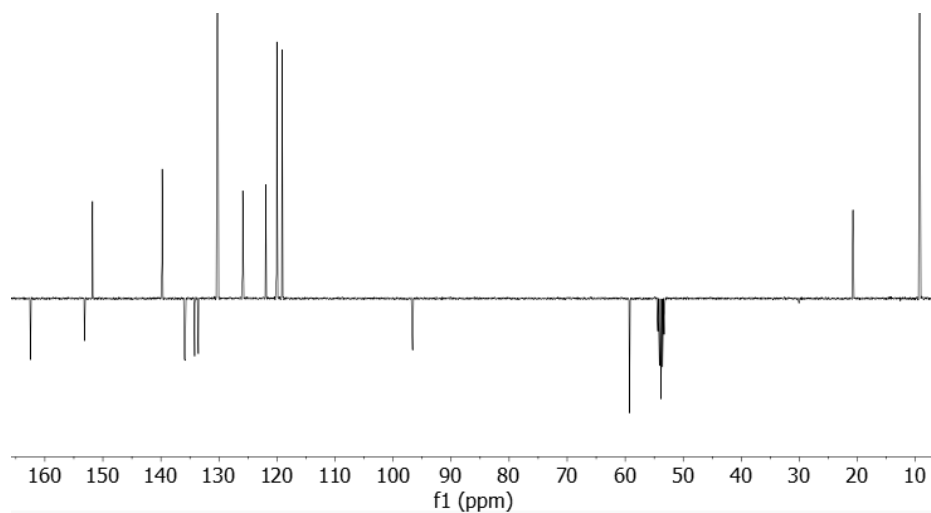


Figura 7. Espectro $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (APT) (CD_2Cl_2 , RT) de **3**

Espectros RMN del complejo 4

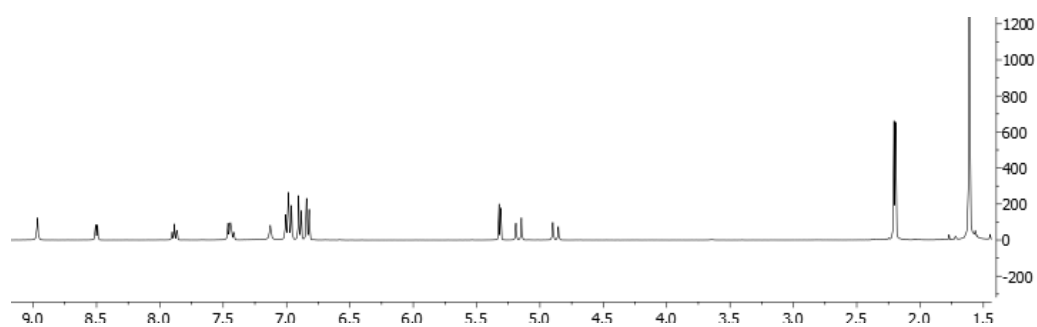


Figura 8. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **4**

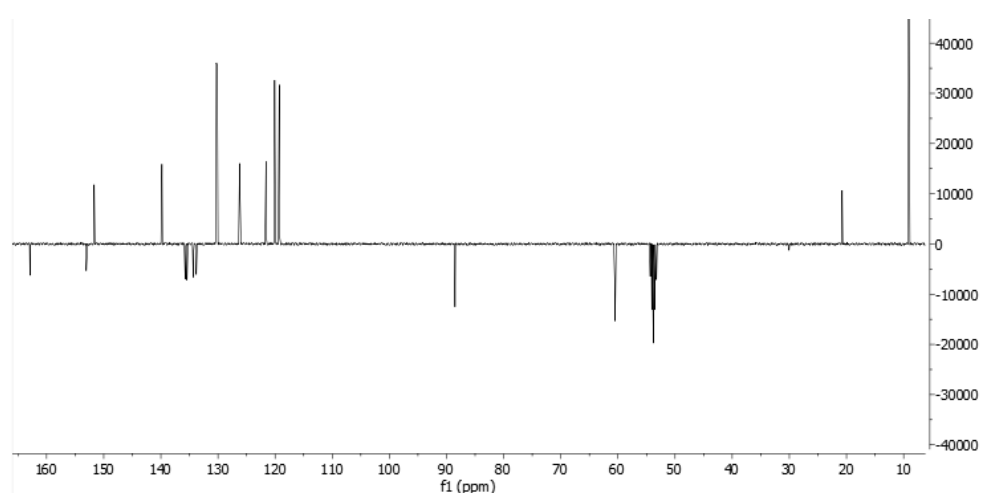


Figura 9. Espectro APT, $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **4**

Espectros RMN del complejo 5

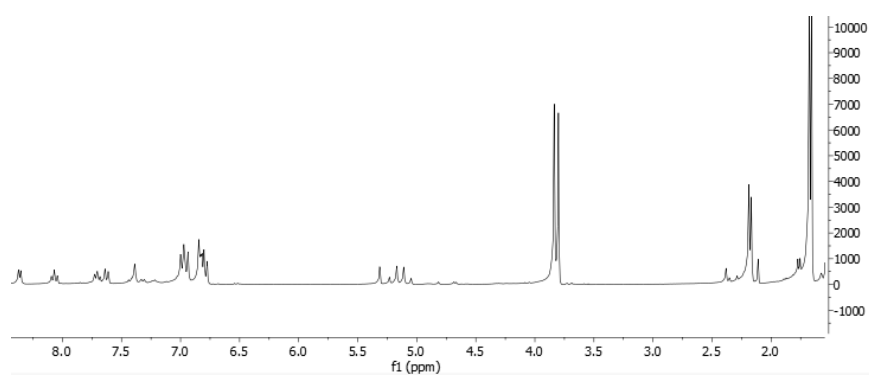


Figura 10. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **5**

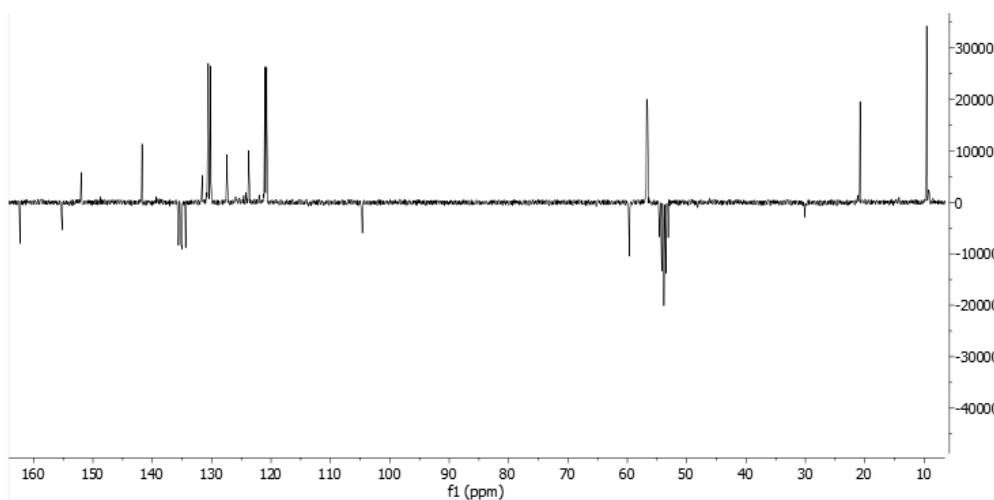


Figura 11. Espectro APT, $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de 5

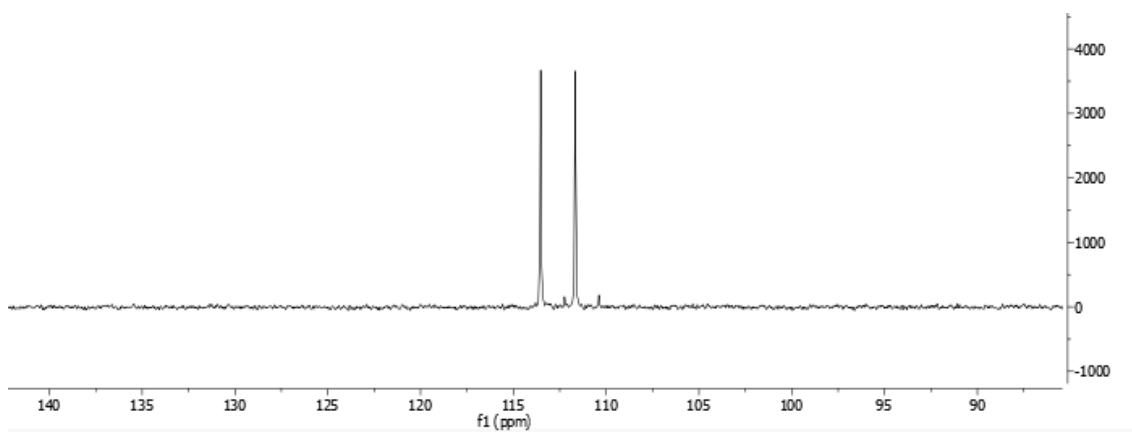


Figura 12. Espectro de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (CD_2Cl_2 , RT) de 5. Doblete por acoplamiento P-Rh

Espectros RMN del complejo 6

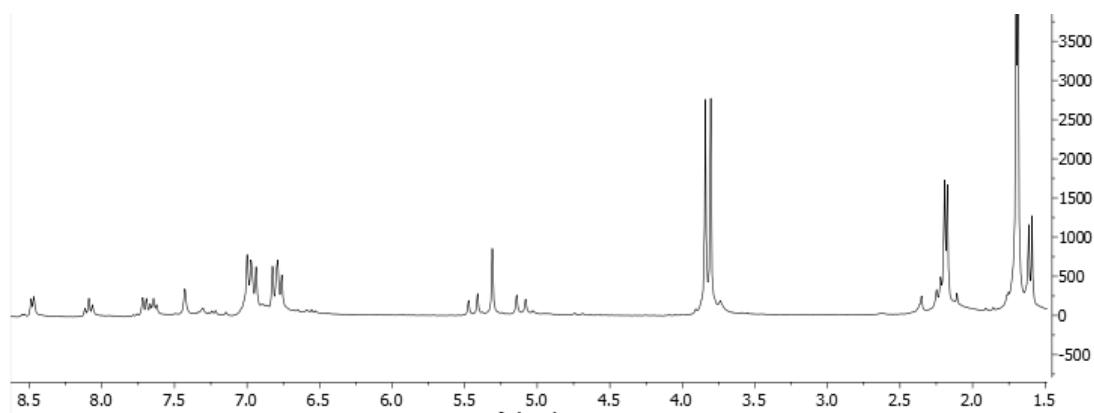


Figura 13. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de 6

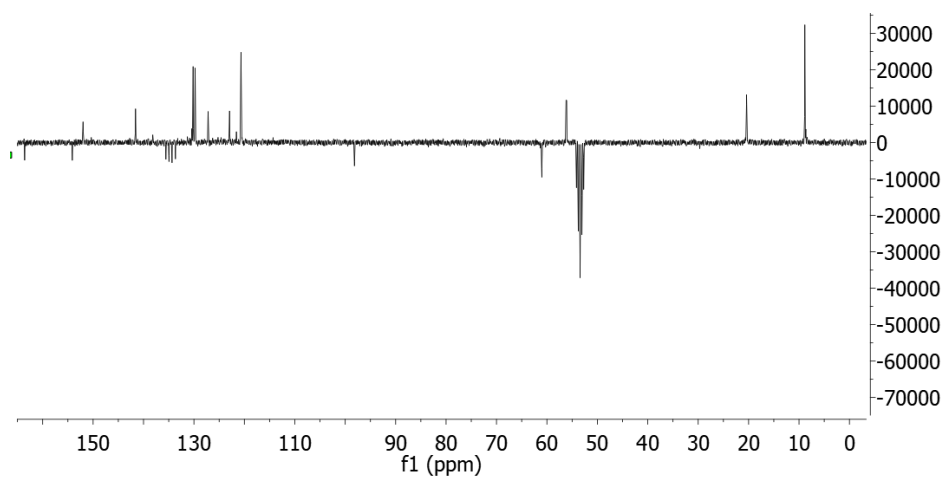


Figura 14. Espectro APT, $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **6**

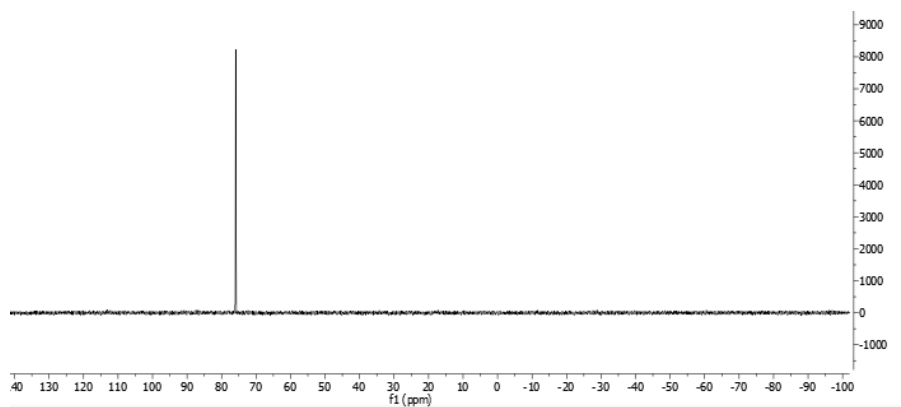


Figura 15. Espectro de $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (CD_2Cl_2 , RT) de **6**. Singulete.

Espectros RMN del complejo **7**

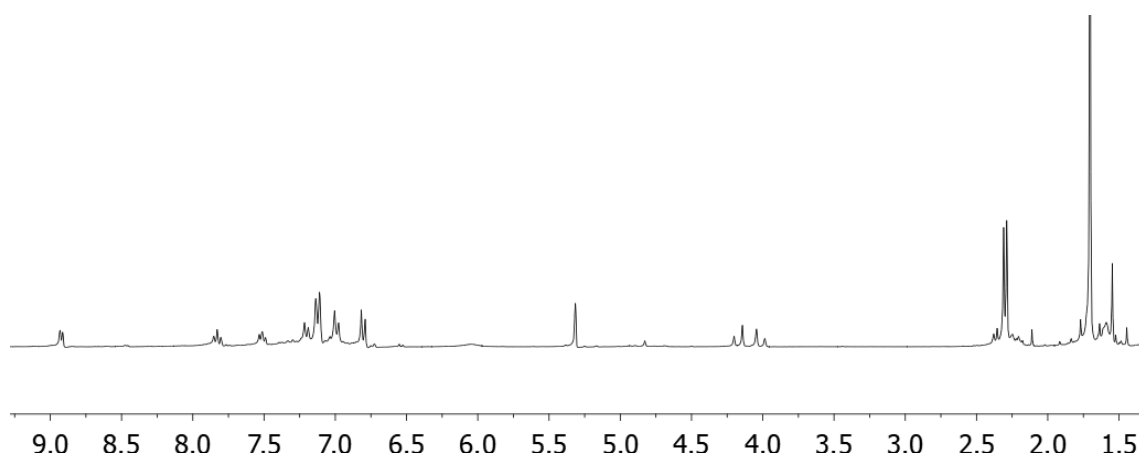


Figura 16. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **7**

Espectros RMN del complejo 8

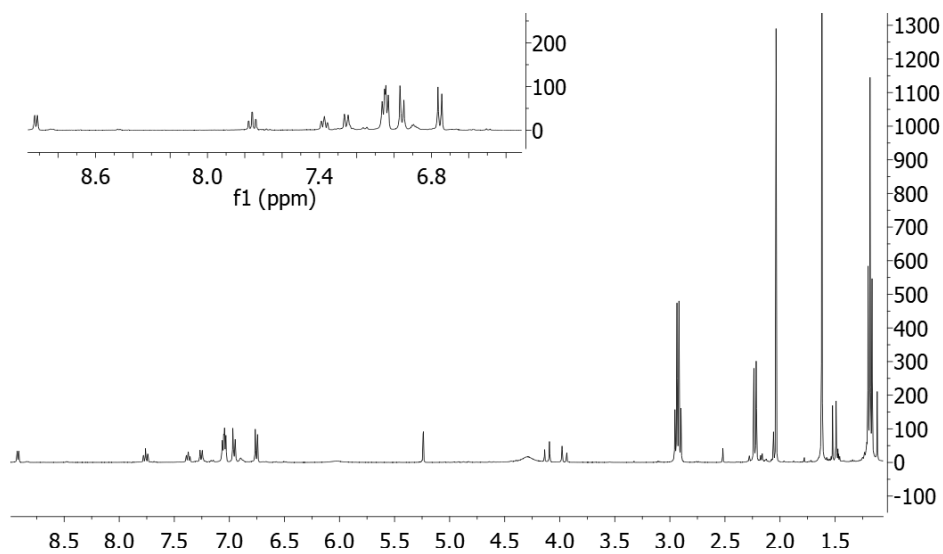


Figura 17. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **8**.

Espectros RMN del complejo 9

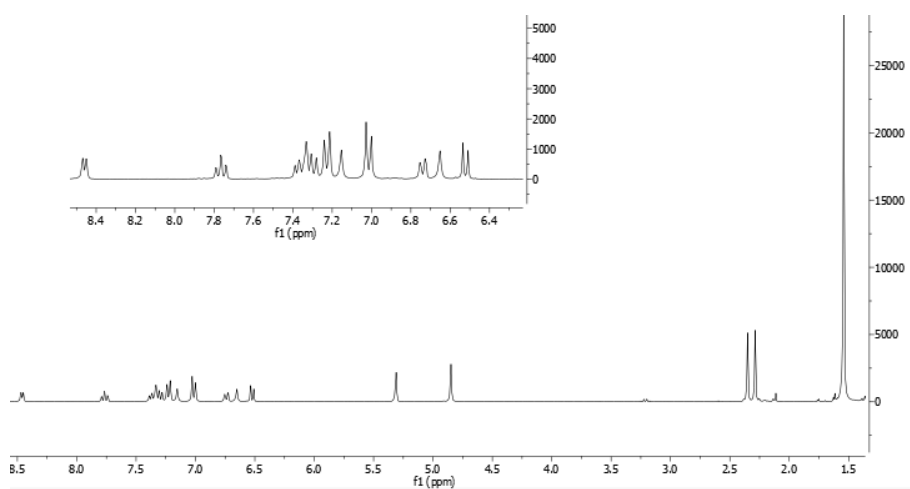


Figura 18. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **9**.

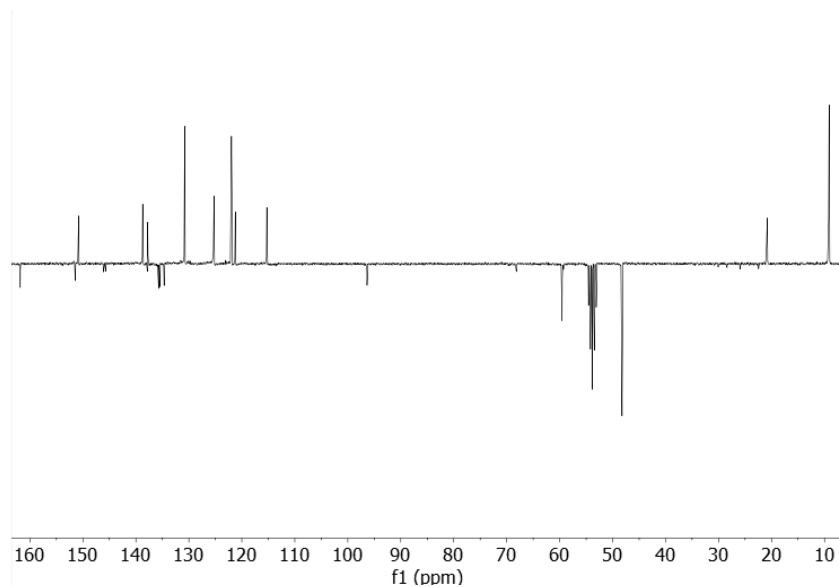


Figura 19. Espectro APT, $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **9**

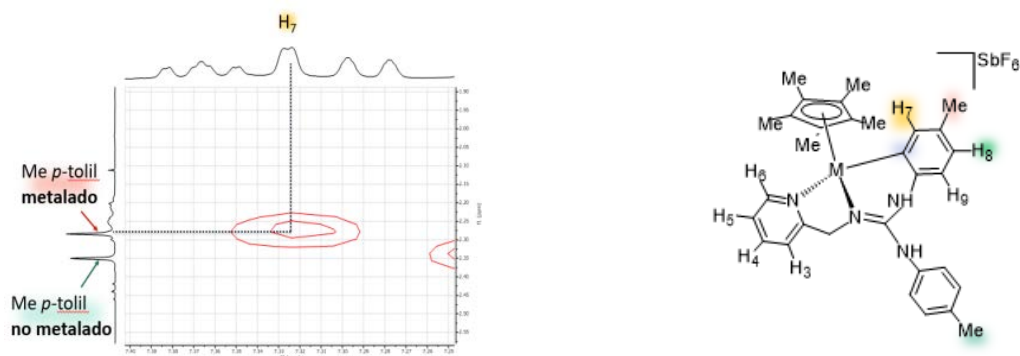


Figura20. Fragmento de COSY del complejo **9**

Espectros RMN del complejo **10**

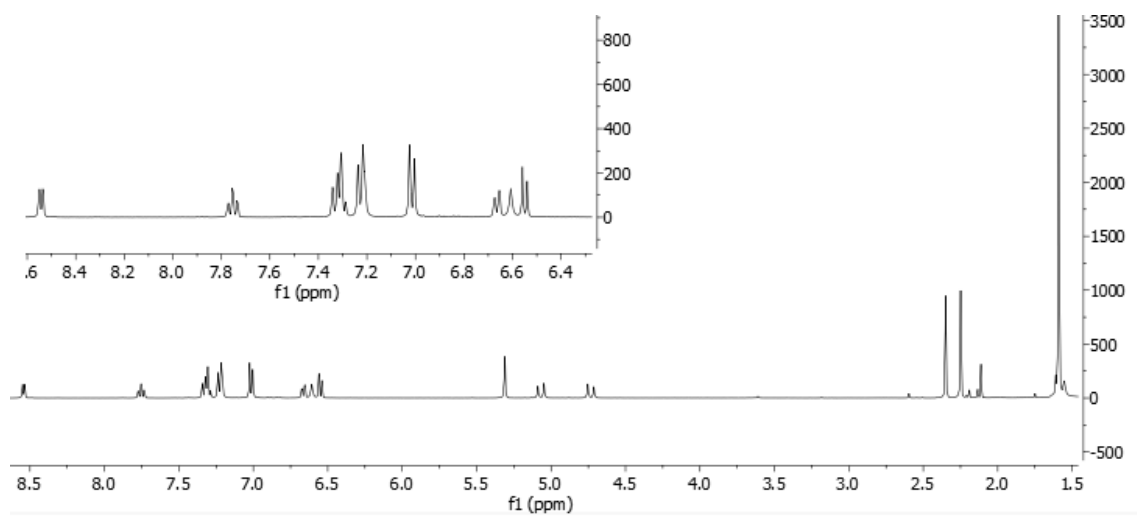


Figura 21. Espectro de ^1H -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **10**

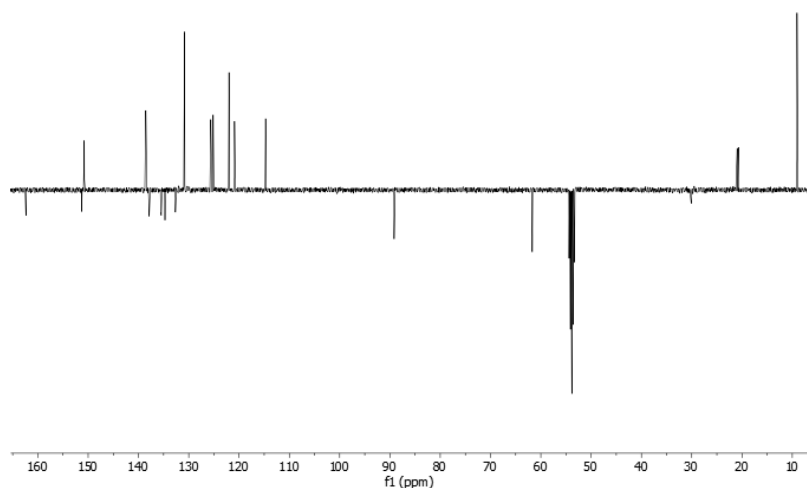


Figura 22. Espectro APT, $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -RMN (CD_2Cl_2 , RT) de **10**

2. Comparaciones de los espectros obtenidos entre distintos compuestos

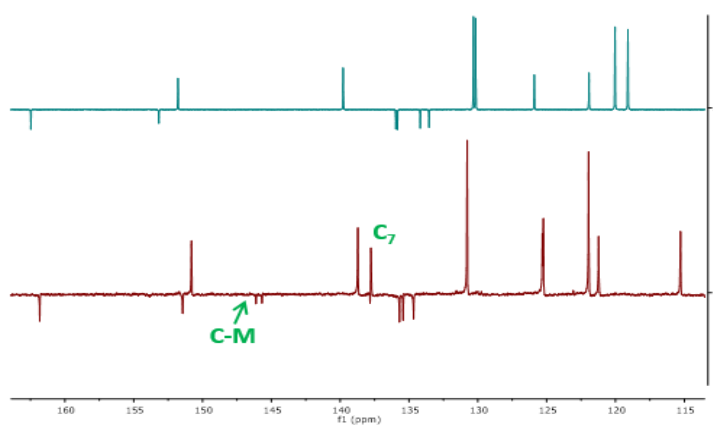


Figura 23. Comparación de señales representativas de ^{13}C -RMN de los complejos **3** y **9** de rodio

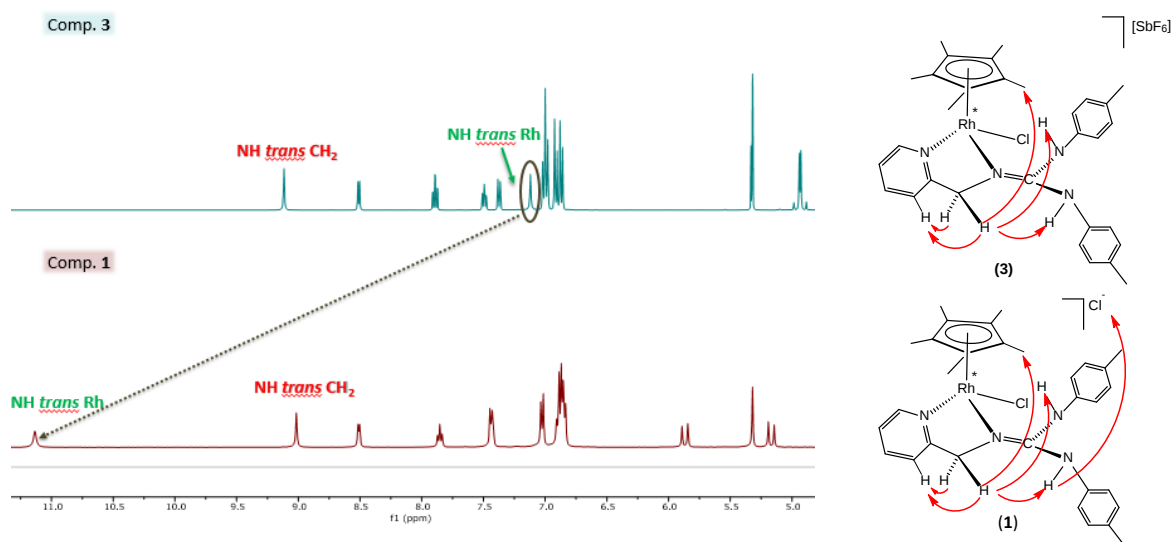


Figura 24. Diferencia del desplazamiento de la señal del NH trans al Rh entre el complejo **1** y el complejo **3**. A la derecha se representan las interacciones NOE para cada complejo.

3. Parámetros geométricos de la estructura cristalina S_{Rh}-3

	N-H	N...Cl (F)	H...Cl (F)	N-H...Cl (F)
N(3)-H(3N)...Cl	0.80(3)	3.188(3)	2.43(3)	156(3)
N(4)-H(4N)...F(5)	0.84(4)	2.867(3)	2.04(4)	171(4)

Tabla 1 Parámetros geométricos (Å) de la interacción N-H...Cl en S_{Rh}-3

4. Desplazamiento de los NH con trans-β-nitroestireno

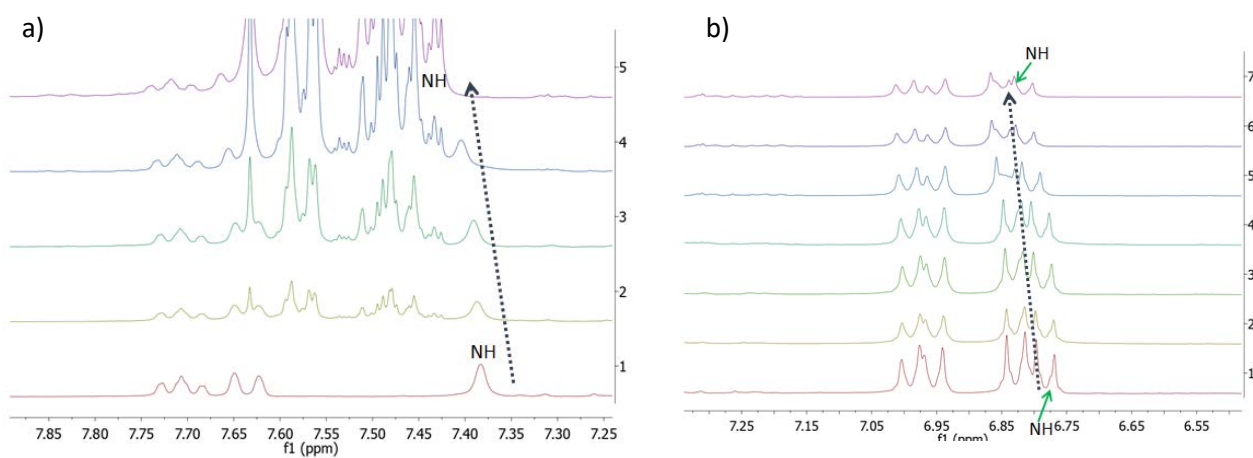


Figura 25 Desplazamiento de los NH del complejo 5, a) trans al Rh añadiendo hasta 10 equivalentes de trans-β-nitroestireno b) NH trans al CH₂ añadiendo hasta 25 equivalentes de trans-β-nitroestireno