

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE**  
**Departamento de Química Inorgánica I**



**EXPERIMENTACION EN SINTESIS QUIMICA II**

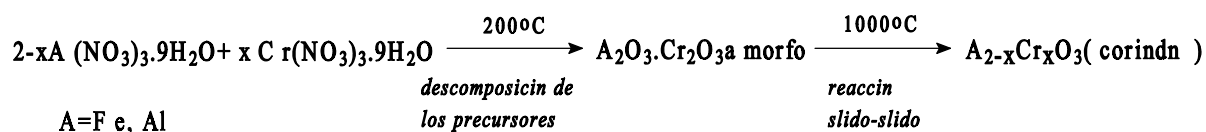
**Parte 2<sup>a</sup>**

**Guión de Prácticas**

## ÍNDICE

1. Preparación y caracterización de disoluciones sólidas.
  - 1.1. Disoluciones sólidas en el sistema  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cr}_2\text{O}_3$ .
    - 1.1.1. Síntesis empleando los nitratos metálicos como precursores.
    - 1.1.2. Síntesis a partir de los óxidos metálicos.
  - 1.2. Disoluciones sólidas en el sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cr}_2\text{O}_3$ .
    - 1.2.1. Síntesis empleando los nitratos metálicos como precursores.
2. Estudio de la descomposición térmica del óxido de estaño(II) en diferentes atmósferas.
  - 2.1. Obtención de  $\text{SnO}$ .
  - 2.2. Descomposición térmica al aire.
  - 2.3. Descomposición térmica en atmósfera inerte.
3. Estudio de la descomposición térmica de un oxalato de titanio(IV).
  - 3.1. Precipitación del oxalato de titanio(IV).
  - 3.2. Descomposición térmica al aire.
4. Preparación y caracterización de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiS}_2$ .
  - 4.1. Precipitación de  $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ .
  - 4.2. Estudio de la transición de fase anatasa-rutilo.
  - 4.3. Reacción de  $\text{TiO}_2$  con azufre.
5. Reacciones de intercambio iónico.
  - 5.1. Obtención de  $\text{LiFeO}_2$  por intercambio iónico.
    - 5.1.1. Preparación de  $\alpha\text{-NaFeO}_2$ .
    - 5.1.2. Obtención de  $\text{LiFeO}_2$  a partir del  $\alpha\text{-NaFeO}_2$ .
    - 5.1.3. Estudio de la transición orden-desorden en  $\text{LiFeO}_2$ .
6. Reacciones de transporte.
  - 6.1. Obtención de  $\text{ZnS}$  cristalino a partir de  $\text{ZnS}$  amorfo.
    - 6.1.1. Precipitación de  $\text{ZnS}$ .
    - 6.1.2. Reacción de transporte de  $\text{ZnS}$ .
7. Preparación y reactividad de compuestos de coordinación de cobalto.
  - 7.1. Obtención de cloruro de cloropentaaminocobalto(III),  $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ .
  - 7.2. Obtención de los isómeros de enlace con el ligando  $\text{NO}_2^-$ . Estudio cinético.
  - 7.3. Obtención de diclorobis(trifenilfosfina)cobalto(II),  $[\text{CoCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$ . Reactividad de este compuesto frente a O-etilditocarbonato de potasio.
8. Estereoquímica en compuestos de coordinación de níquel.
  - 8.1. Obtención de bis(O-etilditocarbonato)níquel(II),  $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2]$ .
  - 8.2. Estudio de la reactividad del compuesto anterior:
    - 8.2.1. Formación de aductos.
    - 8.2.2. Reacciones en el ligando coordinado.
  - 8.3. Obtención de diclorobis(trifenilfosfina)níquel(II),  $[\text{NiCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$ . Reducción a un compuesto de níquel(0).

# 1. PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE DISOLUCIONES SÓLIDAS.



## 1.1. DISOLUCIONES SÓLIDAS EN EL SISTEMA Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 1.1.1. Síntesis empleando los nitratos metálicos como precursores.

Pesar las cantidades adecuadas de Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O y de Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O para obtener 1 g de producto (Fe, Cr)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de cada una de las siguientes composiciones en porcentaje molar:

Fe:Cr :: 90:10, 80:20, 65:35, 40:60, 25:75 y 10:90.

Una vez homogeneizadas las muestras mediante molienda, se calientan a 200°C durante una hora (esta operación debe realizarse en vitrina). Enfriadas las muestras, se vuelven a homogeneizar, se empastilla el polvo resultante y se trata a 1100°C durante 12 horas.

Los productos obtenidos se caracterizarán mediante difracción de rayos X.

### 1.1.2. Síntesis por reacción de los óxidos metálicos.

Pesar las cantidades de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> necesarias para obtener 1 g de producto (Fe, Cr)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de cada una de las siguientes composiciones en porcentaje molar:

Fe:Cr :: 90:10, 80:20, 65:35, 40:60, 25:75 y 10:90.

Una vez homogeneizadas las muestras mediante molienda, se empastilla el polvo resultante y se trata a 1100°C durante 12 horas.

Los productos obtenidos se caracterizarán mediante difracción de rayos X.

## 1.2. DISOLUCIONES SÓLIDAS EN EL SISTEMA Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 1.2.1. Síntesis empleando los nitratos metálicos como precursores.

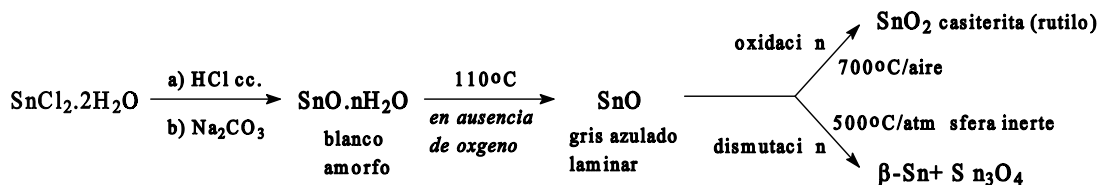
Pesar las cantidades adecuadas de Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O y de Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O para obtener 1 g de producto (Al, Cr)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de cada una de las siguientes composiciones en porcentaje molar:

Al:Cr :: 90:10, 80:20, 65:35, 40:60, 25:75 y 10:90.

Una vez homogeneizadas las muestras mediante molienda, se calientan a 200°C durante una hora (esta operación debe realizarse en vitrina). Enfriadas las muestras, se vuelven a homogeneizar, se empastilla el polvo resultante y se trata a 1100°C durante 12 horas.

Los productos obtenidos se caracterizarán mediante difracción de rayos X.

## 2. ESTUDIO DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DEL ÓXIDO DE ESTAÑO(II) EN DIFERENTES ATMÓSFERAS.



### 2.1. OBTENCIÓN DE SnO.

Se disuelven dos gramos de cloruro de estaño(II) dihidratado en la mínima cantidad de ácido clorhídrico concentrado y caliente. A la disolución resultante se añade lentamente una disolución de carbonato sódico hasta precipitación total. El precipitado, de color blanco, se calienta, en el seno de la disolución, a 110°C de dos o tres horas. Este calentamiento se efectúa utilizando como baño una disolución saturada de cloruro sódico. La transformación del precipitado a SnO, de color gris azulado y aspecto metálico, es cuantitativa. El producto se lava por decantación con agua destilada y se seca en estufa a 110°C.

El sólido se identifica por difracción de rayos X.

### 2.2. DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA AL AIRE.

Una porción del producto obtenido en el proceso anterior, se trata al aire durante dos horas a 700°C.

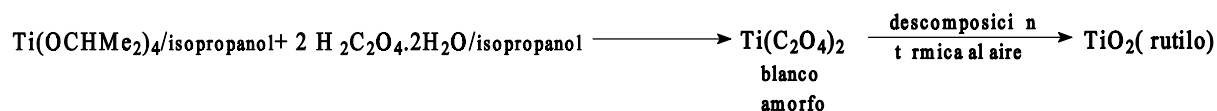
El sólido se identifica por difracción de rayos X.

### 2.3. DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA EN ATMÓSFERA INERTE.

Una porción del producto obtenido en el apartado 2.1. se trata en corriente de N<sub>2</sub> a 500°C durante dos horas.

El sólido se identifica por difracción de rayos X.

### 3. ESTUDIO DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE UN OXALATO DE TITANIO(IV).



#### 3.1. PRECIPITACIÓN DEL OXALATO DE TITANIO(IV).

Se prepara una disolución de 1.5 g de ácido oxálico en isopropanol. Sobre esta disolución, se añaden gota a gota y con agitación constante, 3.5 mL de disolución de isopropóxido de titanio(IV),  $[\text{Ti}(\text{OCHMe}_2)_4]$  (97% riqueza,  $d= 0.955 \text{ gcm}^{-3}$ ). El precipitado obtenido, de color blanco, se separa por filtración, se lava con una pequeña cantidad del alcohol y se seca en estufa a 120°C.

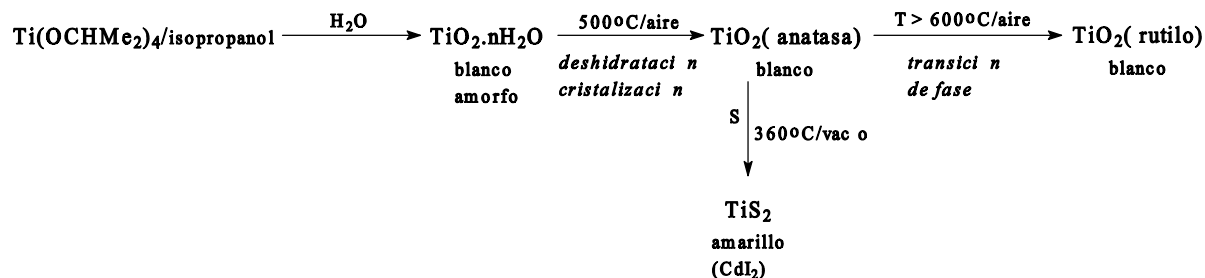
#### 3.2. DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA AL AIRE.

A partir de la curva de análisis termogravimétrico registrada al aire del producto anterior, seleccionar las temperaturas de tratamiento que corresponden a cada etapa de la descomposición térmica. A partir de las pérdidas de peso experimentales, proponed un esquema para la descomposición.

Identificad los productos obtenidos en cada etapa por difracción de rayos X.

Deducid la estequiometría del oxalato de titanio(IV) precipitado según el procedimiento anterior.

## 4. PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE TiO<sub>2</sub> Y TiS<sub>2</sub>.



### 4.1. PRECIPITACIÓN DE TiO<sub>2</sub>·nH<sub>2</sub>O.

Se disuelven 3 mL de la disolución de isopropóxido de titanio (IV) [Ti(OCHMe<sub>2</sub>)<sub>4</sub>], en 15 mL de isopropanol. Sobre la disolución resultante se añade agua destilada, lentamente, con agitación constante y hasta precipitación total. El precipitado obtenido, de color blanco, se filtra, se lava con agua destilada y se seca a 110°C en estufa.

### 4.2. ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN DE FASE ANATASA-RUTILO.

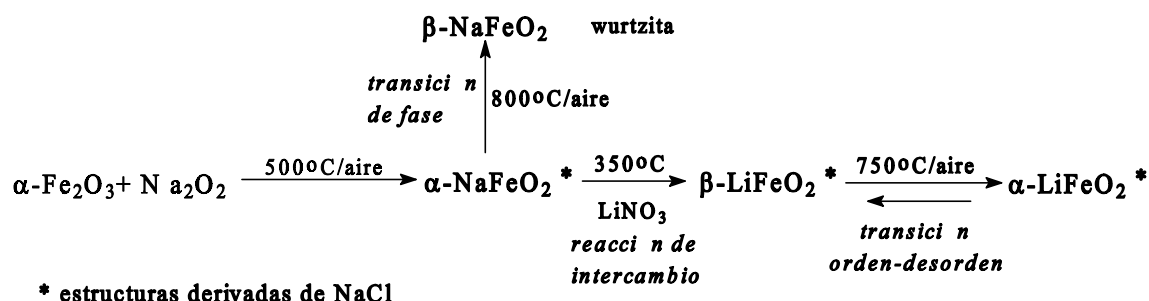
Una porción del producto obtenido mediante el proceso anterior se somete a tratamientos térmicos al aire, a las temperaturas de 500, 700, 800, 900 y 1000°C, durante períodos acumulativos de treinta minutos, efectuándose la identificación de los sólidos obtenidos en cada caso por difracción de rayos X.

### 4.3. REACCIÓN DE TiO<sub>2</sub> CON AZUFRE.

En una ampolla pyrex de 15-20 mL de volumen, se colocan 0.1 g de TiO<sub>2</sub> (anatasa) y la cantidad estequiométrica de azufre. Una vez evacuada y cerrada la ampolla se trata a 360°C durante 24 horas.

El TiS<sub>2</sub> se identifica por difracción de rayos X.

## 5. REACCIONES DE INTERCAMBIO IÓNICO.



### 5.1. PREPARACIÓN DE $\beta\text{-LiFeO}_2$ POR INTERCAMBIO IÓNICO.

#### 5.1.1. Preparación de $\alpha\text{-NaFeO}_2$ .

Se pesan las cantidades estequiométricas de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{Na}_2\text{O}_2$  necesarias para obtener 1 g de producto (añadir un 5% en exceso de  $\text{Na}_2\text{O}_2$ ). La mezcla se homogeneiza por molienda y se empastilla a fin de evitar la carbonatación. A continuación se trata a  $500^\circ\text{C}$  al aire durante 24 h. El producto obtenido se identifica mediante difracción de rayos X.

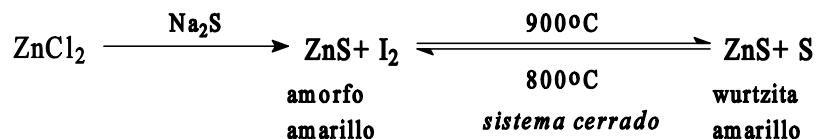
#### 5.1.2. Obtención de $\beta\text{-LiFeO}_2$ a partir de $\alpha\text{-NaFeO}_2$ .

Se prepara una mezcla de  $\alpha\text{-NaFeO}_2$  y  $\text{LiNO}_3$  en relación molar 1:5-1:6 y, una vez homogeneizada mediante molienda, se trata a  $350^\circ\text{C}$  al aire durante 24 h. El producto se separa por decantación de la mezcla de nitratos fundida, se muele, se lava con agua y se seca en estufa a  $110^\circ\text{C}$ . El compuesto obtenido se identifica por difracción de rayos X.

#### 5.1.3. Estudio de la transición orden-desorden en $\text{LiFeO}_2$ .

Una porción de  $\beta\text{-LiFeO}_2$  se trata a  $750^\circ\text{C}$  durante 2 h. El producto obtenido se identifica mediante difracción de rayos X.

## 6. REACCIONES DE TRANSPORTE.



### 6.1. OBTENCIÓN DE ZnS CRISTALINO A PARTIR DE ZnS AMORFO.

#### 6.1.1. Precipitación de ZnS.

Se prepara una disolución acuosa de  $\text{Na}_2\text{S}$  y se adiciona lentamente y con agitación una disolución de  $\text{ZnCl}_2$ . El precipitado que se obtiene se filtra, se lava con agua y se seca a  $200^\circ\text{C}$  en estufa. Utilizar las cantidades estequiométricas de reactivos adecuadas para obtener 0.5 g producto.

#### 6.1.2. Reacción de transporte de ZnS.

En una ampolla de cuarzo de 12-15 cm de longitud y 12 mm de diámetro se ponen 0.3 g de ZnS y una punta de espátula de  $\text{I}_2$ . Una vez evacuada la ampolla y cerrada, se coloca en un horno de dos zonas de forma que el extremo de la ampolla que contiene la mezcla, esté en la zona donde la temperatura es  $900^\circ\text{C}$ , estando el otro extremo a  $800^\circ\text{C}$ . Transcurridas 24 horas se deja enfriar el horno, se retira la ampolla y el producto transportado se identifica mediante difracción de rayos X.

## 7. PREPARACIÓN Y REACTIVIDAD DE COMPUESTOS DE COORDINACIÓN DE COBALTO.

### 7.1. OBTENCIÓN DE CLORURO DE CLOROPENTAAMINCOBALTO(III), $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ .

Se hacen reaccionar 40 mmol de  $\text{CoCO}_3$  con 10 mL de HCl concentrado observando la coloración de la disolución formada. A continuación, se añaden 10 mL de agua, produciéndose un nuevo cambio de color en la disolución, que se filtra para eliminar las impurezas insolubles.

El filtrado se mezcla lentamente con 25 mL de amoníaco concentrado, donde previamente se han disuelto 2.5 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Se agita la disolución resultante y se añade lentamente, puesto que la reacción es muy exotérmica, un disolución de 5 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  y 5 mL de agua. Cuando cesa la efervescencia se pasa una corriente de aire durante 15 minutos para facilitar la completa oxidación del compuesto de cobalto.

Se añaden, entonces, 25 mL de HCl concentrado. La neutralización es muy exotérmica por lo que debe realizarse con precaución. Durante este proceso precipita el producto deseado, de color púrpura. La suspensión final se calienta en baño de agua durante 15 minutos, se deja enfriar y se filtra a vacío. El sólido se lava con agua a  $0^\circ\text{C}$  y con HCl diluido una vez en agua. Por último, se lava con etanol y se seca en la estufa a  $110^\circ\text{C}$  durante 1 hora.

### 7.2. OBTENCIÓN DE LOS ISÓMEROS DE ENLACE CON EL LIGANDO $\text{NO}_2^-$ : $[\text{CoX}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ (X= ONO, $\text{NO}_2$ )

#### 7.2.1. Obtención del isómero A.

Se disuelven 1.25 g de  $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ , por calentamiento suave, en 30 mL de agua y 7 mL de  $\text{NH}_3$  concentrado. La disolución se filtra y se acidula ligeramente con HCl ( $\text{pH}=5$ ). Se añaden, a continuación, 1.25 g de  $\text{NaNO}_2$ . La mezcla de reacción se calienta hasta completa disolución del precipitado naranja-rojizo inicialmente formado. Se añaden entonces 15 mL de HCl concentrado y se enfría con hielo, con lo que se obtienen cristales amarillos del isómero A. El sólido formado se aísla por filtración a vacío, se lava con etanol y se seca a vacío sobre  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ .

#### 7.2.2. Obtención del isómero B.

Se disuelven 1.25 g de  $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ , por calentamiento suave, en 20 mL de agua y 5 mL de  $\text{NH}_3$  concentrado. La disolución se filtra y se neutraliza con HCl diluido. Se añaden, a continuación, 1.25 g de  $\text{NaNO}_2$  y 1 mL de HCl concentrado. Se forma gradualmente un precipitado naranja-rojizo del isómero B, que se filtra, se lava primero con agua a  $0^\circ\text{C}$  y después con etanol y se seca a vacío sobre  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ .

### 7.2.3. Estudio cinético.

Los dos isómeros obtenidos están en equilibrio, más desplazado hacia el isómero **A**. La forma **B** se transforma en la forma **A** al cabo de varios meses. El proceso puede acelerarse por calentamiento a 100°C o mezclando una disolución al 10% del isómero **B** con un volumen igual de HCl concentrado.

Los isómeros **A** y **B** se identificarán mediante espectroscopía IR, prestando especial atención a las vibraciones características de los grupos nitrito y nitro. Los espectros IR de estos isómeros se compararán con el del producto de partida.

Se estudiará, asimismo, la cinética de la transformación del isómero **B** en el isómero **A** mediante espectroscopía IR. Para ello se mide la intensidad de la banda a 1065 cm<sup>-1</sup>, que aparece en el espectro IR tomado en pastilla de KBr, que deberá ser preparada **inmediatamente** después de obtener el isómero **B**, y repitiendo la medida todos los días del laboratorio. Finalmente, la pastilla se calienta en una estufa a 100°C durante varias horas para completar la isomerización, registrando el espectro del isómero **A** como línea base para medir la intensidad.

## 7.3. OBTENCIÓN DE DICLOROBIS(TRIFENILFOSFINA)COBALTO(II), [CoCl<sub>2</sub>(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]. REACTIVIDAD DE ESTE COMPUESTO FRENTE A O-ETILDITIOCARBONATO DE POTASIO.

### 7.3.1. Obtención de diclorobis(trifenilfosfina)cobalto(II), [CoCl<sub>2</sub>(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>].

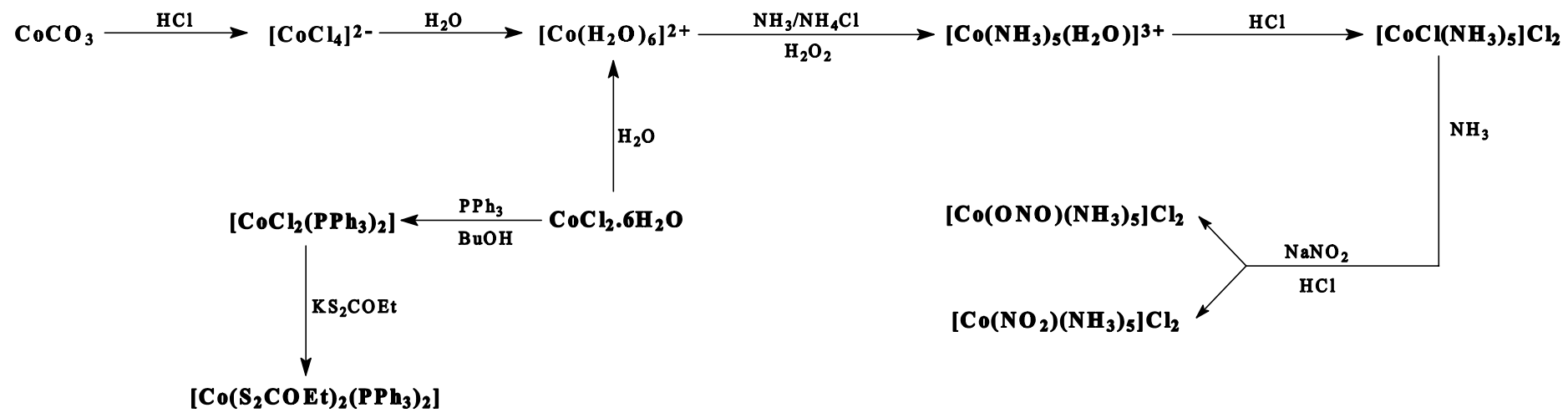
Se mezclan dos disoluciones calientes de 1 mmol de CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O en 50 mL de n-butanol y 2 mmol de trifenilfosfina en 20 mL de n-butanol. La mezcla se calienta a ebullición durante 15 min. Al enfriar aparece un sólido azul que se filtra, se lava con éter etílico y se seca a vacío.

### 7.3.2. Reacción de [CoCl<sub>2</sub>(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] con KS<sub>2</sub>COEt. Formación de [Co(S<sub>2</sub>COEt)<sub>2</sub>(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>].

A una disolución de 0.75 mmol de [CoCl<sub>2</sub>(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] en 30 mL de metanol se añade una disolución de 1.5 mmol de KS<sub>2</sub>COEt en 15 mL del mismo disolvente. La mezcla de reacción se agita durante 10 minutos. Sobre la disolución obtenida, de color verde oscuro, se añaden 150 mL de agua con fuerte agitación. El sólido verde oscuro, que precipita, [Co(S<sub>2</sub>COEt)<sub>2</sub>(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], se filtra, se lava con agua y se seca a vacío sobre P<sub>4</sub>O<sub>10</sub>.

## 7.4. CARACTERIZACIÓN DE LOS COMPUESTOS.

Todos los compuestos obtenidos se caracterizarán a partir de medidas de conductividad eléctrica en disolución, susceptibilidad magnética, espectroscopía IR y consultas bibliográficas. En base a los resultados de las medidas antes mencionadas se discutirán los posibles estados de oxidación y estereoquímicas del cobalto.



## 8. ESTEREOQUÍMICA EN COMPUESTOS DE COORDINACIÓN DE NÍQUEL.

### 8.1. OBTENCIÓN DE BIS(O-ETILDITIOCARBONATO)NÍQUEL(II), $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2]$ .

Se prepara una disolución de 6 mmol de O-etilditiocarbonato de potasio,  $\text{KS}_2\text{COEt}$ , en 60 mL de una mezcla metanol/ $\text{H}_2\text{O}$  (1:1). Se prepara una segunda disolución que contenga 3.3 mmol de  $\text{Ni}(\text{AcO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en 50 mL de metanol. Sobre esta disolución se añade, con agitación, la primera disolución, apareciendo así un precipitado de color marrón oscuro que se filtra, se lava con agua y se seca a vacío sobre  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ .

### 8.2. ESTUDIO DE LA REACTIVIDAD DE $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2]$ :

#### 8.2.1. Reacciones de formación de aductos:

##### 8.2.1.1. REACCIÓN CON 2,2'-BIPIRIDINA. FORMACIÓN DE $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2(\text{bpy})]$ .

Se prepara una suspensión de 1 mmol de  $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2]$  en 20 mL de éter etílico y sobre esta disolución se adiciona, lentamente y con agitación, 1 mmol de 2,2'-bipiridina (bpy) disuelta en 7 mL de éter etílico. La mezcla de reacción se agita durante 15 minutos, el precipitado marrón obtenido se filtra, se lava con éter etílico y se seca a vacío.

##### 8.2.1.2. REACCIÓN DE $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2]$ CON $\text{KS}_2\text{COEt}$ . FORMACIÓN DE $(\text{PPh}_4)[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_3]$

Se prepara una disolución de 0.7 mmol de  $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2]$  en 20 mL de metanol (en mezcla 1:1 acetona/metanol si no se disolviese) sobre la que se añade otra disolución que contiene 0.7 mmol de O-etilditiocarbonato de potasio en 15 mL de metanol. La mezcla de reacción se agita durante 15 minutos y, sobre la disolución verde obtenida, se añade 0.7 mmol de  $\text{PPh}_4\text{Br}$  disuelto en 10 mL de metanol. El sólido verde formado se filtra, se lava con agua, etanol y éter etílico y se seca a vacío sobre  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ . En caso de que el producto final no precipitara se añade éter etílico hasta su aparición.

#### 8.2.2. Reacciones en el ligando coordinado: Formación de $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{CO})(\text{dppe})]$

Se prepara una disolución de 0.3 mmol de  $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{COEt})_2]$  en 10 mL de acetona/cloroformo (1:1), sobre la que se añade una disolución de 0.6 mmol de 1,2-bis(difenilfosfino)etano (dppe) en 10 mL de acetona/cloroformo. Se obtiene instantáneamente una disolución roja que se agita, en un recipiente tapado, durante 24 horas. El precipitado naranja-rojizo obtenido al cabo de este tiempo,  $[\text{Ni}(\text{S}_2\text{CO})(\text{dppe})]$ , se filtra, se lava con una mezcla de acetona/cloroformo y se seca a vacío.

### **8.3. OBTENCIÓN DE DICLOROBIS(TRIFENILFOSFINA)NÍQUEL(II), $[\text{NiCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$ .**

Sobre una disolución de 2.5 mmol de  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en 1 mL de agua y 15 mL de ácido acético glacial se añade, poco a poco y con agitación, 5 mmol de  $\text{PPh}_3$  en 40 mL de ácido acético glacial. La mezcla de reacción se agita durante 1-2 horas y a continuación se deja en reposo durante 24 horas. El sólido verde-azulado obtenido se filtra, se lava con ácido acético glacial y éter etílico y se seca a vacío sobre  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ .

#### **8.3.1. Reducción de $[\text{NiCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$ con $\text{NaNO}_2$ . Formación de un derivado de níquel(0).**

La reacción se lleva a cabo en  $\text{N}_2$ . Sobre una suspensión de 0.4 mmol de  $[\text{NiCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$  y 0.4 mmol de  $\text{PPh}_3$  en 15 mL de THF se añade 7 mmol de  $\text{NaNO}_2$ . La mezcla de reacción se calienta a reflujo durante 40 minutos. Transcurrido este tiempo, se deja enfriar el matraz pasando corriente de  $\text{N}_2$ . Se filtra, y al filtrado se añaden, agitando fuertemente, 10-15 mL de hexano frío. El sólido azul oscuro formado,  $[\text{NiCl}(\text{PPh}_3)_2(\text{NO})]$  se aísla por filtración, se lava con hexano frío y se seca a vacío sobre  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ .

### **8.4. CARACTERIZACIÓN DE LOS COMPUESTOS.**

Todos los compuestos obtenidos se caracterizarán a partir de medidas de conductividad eléctrica en disolución, susceptibilidad magnética, espectroscopía IR y consultas bibliográficas. Se discutirá la estereoquímica de los compuestos obtenidos en base a los resultados de las medidas antes mencionadas.

