



**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL SUR**

**TESIS DE DOCTOR EN QUÍMICA**

**SÍNTESIS Y REACCIONES DE DIOLES BICÍCLICOS Y  
DERIVADOS CON SIMETRÍA C<sub>2</sub>**

**LIC. FLAVIA C. M. ZACCONI**

**BAHIA BLANCA**

**ARGENTINA**

**2009**



## PREFACIO

Esta tesis se presenta como parte de los requisitos para optar al grado Académico de Doctor en Química, de la Universidad Nacional del Sur y no ha sido presentada previamente para la obtención de otro título en esta Universidad u otra. La misma contiene los resultados obtenidos en investigaciones llevadas a cabo en el ámbito del Departamento de Química durante el período comprendido entre el 18 de mayo de 2004 al 7 agosto de 2009, bajo la dirección del Dr. Julio César Podestá, Profesor Titular de Química Orgánica y la Dra. Liliana Cristina Koll, Profesora Asociada de Química Orgánica en condición de Directora Adjunta.



UNIVERSIDAD NACIONAL DEL SUR  
Secretaría General de Posgrado y Educación Continua

La presente tesis ha sido aprobada el ..../..../..... , mereciendo la calificación de .....(.....)



## AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Departamento de Química de la Universidad Nacional del Sur por haber autorizado las investigaciones dentro de su ámbito y por las facilidades recibidas durante el desarrollo de las mismas.

Las investigaciones desarrolladas fueron financiadas por subsidios de la Secretaría de Ciencia y Tecnología de la Universidad Nacional del Sur, la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica (ANPCYT) y el Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET).

En primer lugar deseo dar gracias a *Dios*, por estar conmigo en cada paso que doy, por fortalecer mi corazón e iluminar mi mente y por haber puesto en mi camino a aquellas personas que han sido mi soporte y compañía durante este importante período de mi vida.

Deseo expresar mi agradecimiento al Dr. Julio Podestá por brindarme la posibilidad de formar parte de su grupo de investigación y por todo lo que me ha aportado el trabajar en él durante este tiempo.

Además, deseo mostrar una profunda gratitud a la Dra. Liliana Koll por su comprensión y constante y paciente seguimiento durante el desarrollo del presente trabajo.

Agradezco al CONICET por el otorgamiento de la Beca de Postgrado tipo I y al Prof. Dr. Antonio Mouriño Mosquera y su grupo de trabajo de la Universidad de Santiago de Compostela (España), donde he realizado parte de mi tesis doctoral, por su cordial trato y sus apreciados aportes durante el desarrollo de mis investigaciones.

Y por último deseo agradecer desde lo más profundo de mi corazón a todas y cada una de las personas que han vivido conmigo la realización de esta tesis doctoral, brindándome todo el apoyo, colaboración, ánimo, cariño y amistad para lograr éste importante objetivo en mi vida profesional.

7 de agosto de 2009

Departamento de Química

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL SUR



## RESUMEN

En el presente trabajo se informan los resultados obtenidos en investigaciones relacionadas con el estudio de síntesis de nuevos derivados quirales con simetría C<sub>2</sub> a partir del dicarboxilato de di[(S)-1-metoxicarboniletíl] (11*R*,12*R*)-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno y el estudio de propiedades químicas de algunos de ellos, particularmente sus reacciones con hidruros organoestánnicos y macrociclaciones radicalarias.

La presente Tesis se encuentra dividida en cinco capítulos.

En el primer capítulo se realiza una breve reseña sobre la importancia de la simetría y quiralidad en propiedades físicas, químicas y biológicas presente en las moléculas. En este capítulo también se incluyen algunos principios básicos de la química de radicales organoestánnicos, especialmente las ciclaciones radicalarias así como la estereoquímica de ese tipo de reacciones.

En el segundo capítulo se encuentran descriptos los principales objetivos del presente trabajo de investigación.

El tercer capítulo está dedicado al análisis de los resultados obtenidos y las conclusiones. La primera parte (3.1) describe de (11*R*,12*R*)-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol (**44**) y del dibromuro (**46**) derivado del mismo partiendo de di[(S)-1-metoxicarboniletíl] (11*R*,12*R*)-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno (**43**). Asimismo se describe la síntesis de algunos derivados de **44**. En el punto 3.2 se incluyen algunos estudios llevados a cabo sobre la síntesis y caracterización estructural de nuevos compuestos quirales con simetría C<sub>2</sub> partiendo del dibromado **46**. En el punto 3.3 se describe la síntesis de compuestos quirales con simetría C<sub>2</sub> partiendo de **43** y en el punto 3.4 se describen los dos métodos de síntesis utilizados en la obtención de nuevos diésteres saturados e insaturados derivados del diol **44**.

El punto 3.5 está relacionados con la síntesis de macólidos y el análisis del mecanismo y la estereoquímica de la adición radicalaria de hidruros organoestánnicos sobre diésteres α,β-insaturados obtenidos en el punto anterior. Estos estudios muestran que la adición radicalaria de hidruros organoestánnicos (R<sub>3</sub>SnH, R = *n*-Bu, Ph y Neofil) rinden en todos los casos mezclas de productos de ciclohidroestannación. De acuerdo al grado de

sustitución de los diésteres de partida, la macrociclización radicalaria produce cicloundecanos con generación de uno, dos y cuatro nuevos centros estereogénicos. No obstante, el número de diastereoisómeros formados fue de dos en el caso de las adiciones al diéster derivado del ácido acrílico (un nuevo carbono quiral), cuatro en el caso del diéster derivado del ácido metacrílico por creación de dos nuevos centros quirales y de sólo cuatro en los casos donde se generan cuatro nuevos estereocentros (derivados del ácido 2-metil-3-fenil- y 2,3-difenilpropanoico), indicando la alta selectividad de estas reacciones. Asimismo, se propone el mecanismo y el posible origen de la estereoselectividad observada en las macrociclaciones radicalarias tandem.

Por último, en el punto 3.6, se incluyen los resultados preliminares de los estudios relacionados con la adición de hidruro de tri-*n*-butilestaño sobre los diésteres acetilénicos sintetizados en el punto 3.4.

En el cuarto capítulo se describe la parte experimental y en el quinto se incluyen los espectros IR,  $^1\text{H}$ - y  $^{13}\text{C}$ -RMN de los compuestos obtenidos.

## ABSTRACT

This thesis describes the results obtained in investigations connected with the synthesis of new chiral derivatives with  $C_2$  symmetry starting from di[(S)-1-methoxycarbonylethyl] ( $11R,12R$ )-9,10-dihydro-9,10-ethaneanthracene dicarboxylate, and in the study of the chemical properties of some of them, particularly their reactions with organotin hydrides and free radical macrocyclizations.

The thesis is divided in five chapters:

The first chapter is a short introduction on the importance of symmetry and chirality on the physical, chemical and biological properties of the molecules. In this chapter are also included some basic principles of the chemistry of organotin radicals, especially free radical's cyclizations as well as the stereochemistry of these type of reactions.

In the second chapter, a summary of the main goals of the research proposal are described.

The third chapter is devoted to the analysis of the results obtained and conclusions. The first part (3.1) describes the synthesis of ( $11R,12R$ )-9,10-dihydro-9,10-ethaneanthracene-11,12-dimethanol (**44**) and its corresponding dibromide (**46**) starting from di[(S)-1-methoxycarbonylethyl] ( $11R,12R$ )-9,10-dihydro-9,10-ethaneanthracene (**43**). Also the synthesis of some derivatives of **44** is described in this part. In section 3.2 are included some studies carried out on the synthesis and structural characterization of new chiral compounds with  $C_2$  symmetry starting from dibromide **46**. Section 3.3 describes the synthesis of chiral compounds with  $C_2$  symmetry starting from **43** and in section 3.4 are included the two methods used for the synthesis of new saturated and unsaturated diesters of diol **44**.

Section 3.5 is connected with the synthesis of macrolides and the analysis of the mechanism and stereochemistry of the free radical addition of organotin hydrides on the  $\alpha,\beta$ -unsaturated diesters obtained in the previous section. These studies show that free radical addition of triorganotin hydrides ( $R_3SnH$ ,  $R = n\text{-}Bu$ , Ph y Neophyl) lead in all cases to mixtures of cyclohydrostannation. According to the substitution's degree of the starting diesters, the radical

macrocyclization gave cycloundecanes with generation of one, two and four new stereogenic centres. However, the number of diastereomers formed was two in the case of the additions to the acrylic acid derivative (one new chiral carbon), four in the case of metacrylic acid diester (two new chiral centres) and just four in the cases where four new chiral centers were formed, i.e., 2-methyl-3-phenyl- and 2,3-diphenylpropanoic acids diesters, this indicating the high selectivity of these reactions. The mechanism and the possible origin of the stereoselectivity observed in these tandem free radical macrocyclizations are proposed.

In section 3.6 are included the results obtained in some preliminary studies connected with addition of tri-*n*-butyltin hydride on the acetylenic diesters obtained in section 3.4.

The fourth chapter is the experimental part and the fifth includes IR,  $^1\text{H}$ - y  $^{13}\text{C}$ -RMN spectra of all the compounds obtained.

# ÍNDICE

<b>ABREVIATURAS</b>	i
Abreviaturas utilizadas para RMN	ii
<b>CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN Y TEORÍA</b>	1
<b>1.1. ELEMENTOS Y OPERACIONES DE SIMETRÍA</b>	1
<b>1.1.1. Eje de simetría</b>	2
<b>1.1.2. Plano de simetría</b>	3
<b>1.1.3. Centro de simetría</b>	4
<b>1.1.4. Eje de rotación, eje impropio o eje alternante de simetría</b>	5
<b>1.1.5. Grupos puntuales</b>	8
<b>1.2. QUIRALIDAD</b>	15
<b>1.2.1. Asimetría, quiralidad y actividad óptica</b>	15
<b>1.2.2. Determinación de la composición enantiomérica</b>	17
<b>1.3. SÍNTESIS DE MOLÉCULAS QUIRALES</b>	19
<b>1.3.1. Introducción</b>	19
<b>1.3.2. Métodos enzimáticos</b>	20
<b>1.3.3. Métodos basados en el “chiral pool”</b>	21
<b>1.3.4. Síntesis asimétrica</b>	21
<b>1.3.4.1. Auxiliares quirales</b>	22
<b>1.3.4.2. Reactivos quirales</b>	23
<b>1.3.4.3. Catalizadores quirales</b>	24
<b>1.3.5. Resolución</b>	24
<b>1.3.5.1. Resolución por cristalización directa</b>	25
<b>1.3.5.2. Resolución por cristalización diastereomérica</b>	26
<b>1.3.5.3. Resolución cinética</b>	27
<b>1.4. AUXILIARES QUIRALES CON SIMETRÍA C<sub>2</sub></b>	28
<b>1.5. MACRÓLIDOS</b>	36
<b>1.5.1. Síntesis de macrólidos por cierre de anillo</b>	37
<b>CAPÍTULO 2: OBJETO DEL PRESENTE TRABAJO</b>	43
<b>CAPÍTULO 3: RESULTADOS OBTENIDOS Y DISCUSIÓN</b>	47
<b>3.1. Síntesis de (11<i>R</i>,12<i>R</i>)-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol (<b>44</b>) y tres de sus derivados (<b>46-48</b>)</b>	47

<b>3.2.</b> Estudios con dibromuro de ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetileno ( <b>46</b> )	50
<b>3.3.</b> Síntesis de derivados quirales con simetría C <sub>2</sub> a partir del bis[( <i>S</i> )-1-metoxicarboniletíl] ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dicarboxilato ( <b>43</b> )	55
<b>3.4.</b> Síntesis de ésteres saturados e insaturados del ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol ( <b>44</b> )	58
<b>3.5.</b> Adición de hidruros triorganoestánnicos a diésteres olefínicos del ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol ( <b>44</b> )	67
<b>3.5.1.</b> Adición de hidruros triorganoestánnicos a ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimethyl-bis-2-propenoato ( <b>64</b> )	68
<b>3.5.2.</b> Adición de hidruros triorganoestánnicos a ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimethyl-bis-(2-methyl-2-propenoato) ( <b>60</b> )	74
<b>3.5.3.</b> Adición de hidruros triorganoestánnicos al ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimethyl-bis-(( <i>E</i> )-3-fenil-2-methyl-2-propenoato) ( <b>61</b> )	80
<b>3.5.4.</b> Adición de hidruros triorganoestánnicos al ( <i>11R,12R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimethyl-bis-(( <i>E</i> )-2,3-difenil-2-propenoato) ( <b>62</b> )	85
<b>3.5.5.</b> Mecanismo y estereoquímica de la adición radicalaria de hidruros organoestánnicos	90
<b>3.6.</b> Adición de hidruro de tri- <i>n</i> -butilestaño a los diésteres acetilénicos <b>67</b> y <b>68</b>	94
<b>CAPÍTULO 4: PARTE EXPERIMENTAL</b>	101
<b>4.1.</b> Materiales y Métodos	101
<b>4.2.</b> Síntesis de Reactivos Orgánicos	103
<b>4.2.1.</b> Dicromato de piridinio (PDC)	103
<b>4.2.2.</b> Ioduro de metiltrifenilfosfonio	103
<b>4.2.3.</b> Metoxidiclorofosfina	104
<b>4.2.4.</b> Cloruro de 2-propenoilo	104
<b>4.2.5.</b> Cloruro de 2-methyl-2-propenoilo	105
<b>4.2.6.</b> Cloruro de ( <i>E</i> )-2-butenoilo	105
<b>4.2.7.</b> Cloruro de ( <i>E</i> )-2-methyl-2-butenoilo	106
<b>4.2.8.</b> Cloruro de ( <i>E</i> )-3-fenyl-2-propenoilo	106
<b>4.2.9.</b> Cloruro de ( <i>E</i> )-2-methyl-3-fenyl-2-propenoilo	107
<b>4.2.10.</b> Cloruro de 3-methyl-2-butenoilo	107
<b>4.2.11.</b> Acido-( <i>E</i> )-2,3-difenil-2-propenoico	108
<b>4.2.12.</b> Cloruro-( <i>E</i> )-2,3-difenil-2-propenoilo	108

<b>4.2.13.</b> Acrilato de plata	109
<b>4.2.14.</b> Metacrilato de plata	109
<b>4.2.15.</b> Dicloruro de fumaroilo	110
<b>4.2.16.</b> Fumarato de bis-[ <i>(S)</i> -lactato de metilo] <b>(41)</b>	111
<b>4.2.17.</b> Bis[ <i>(S)</i> -1-metiloxicarboniletil] <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dicarboxilato <b>(43)</b>	112
<b>4.2.18.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol <b>(44)</b>	112
<b>4.2.19.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro- $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrafenil-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol <b>(45)</b>	113
<b>4.3.</b> Síntesis de derivados del 9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol <b>(44)</b> .	114
<b>4.3.1.</b> Dibromuro de <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetileno <b>(46)</b>	114
<b>4.3.2.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dicarbaldehído <b>(47)</b>	115
<b>4.3.3.</b> 13-metoxifosfolano- <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-diona <b>(48)</b>	115
<b>4.3.4.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanazida <b>(50)</b>	116
<b>4.3.5.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanamina <b>(51)</b>	117
<b>4.3.6.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dicarboxilato <b>(52)</b>	117
<b>4.3.7.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro- <i>N,N</i> ,dimetil- <i>N',N'</i> -dimetoxi-9,10-etanoantraceno-11,12-dicarboxamida <b>(53)</b>	119
<b>4.3.8.</b> <i>(11R,12R)</i> -11,12-diacetil-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno <b>(54)</b>	119
<b>4.3.9.</b> <i>(11R,12R)</i> -11,12-diisopropenil-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno <b>(55)</b>	120
<b>4.4.</b> Síntesis de diésteres saturados de <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol	121
<b>4.4.1.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-benzoato <b>(56)</b>	121
<b>4.4.2.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-2-fenilacetato <b>(57)</b>	123
<b>4.5.</b> Síntesis de diésteres insaturados de <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol <b>(44)</b>	124
<b>4.5.1.</b> <i>(11R,12R)</i> -9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis- <i>((E)</i> -3-fenil-2-propenoato) <b>(58)</b>	124

<b>4.5.2.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-(( <i>E</i> )-2-butenoato) ( <b>59</b> )	126
<b>4.5.3.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-(2-metil-2-propenoato) ( <b>60</b> )	126
<b>4.5.4.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-(( <i>E</i> )-3-fenil-2-metil-2-propenoato) ( <b>61</b> )	128
<b>4.5.5.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-(( <i>E</i> )-2,3-difenil-2-propenoato) ( <b>62</b> )	129
<b>4.5.6.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-(( <i>E</i> )-2-metil-2-butenoato) ( <b>63</b> )	130
<b>4.5.7.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-2-propenoato ( <b>64</b> )	132
<b>4.5.8.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-(( <i>E</i> )-3-metil-2-butenoato) ( <b>65</b> )	132
<b>4.5.9.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-propinoato ( <b>66</b> )	134
<b>4.5.10.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-fenilpropinoato ( <b>67</b> )	134
<b>4.5.11.</b> (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetil-bis-2-octinoato ( <b>68</b> )	135
<b>4.6.</b> Síntesis de Reactivos Organometálicos	137
<b>4.6.1.</b> Bromuro de fenilmagnesio	137
<b>4.6.2.</b> <i>n</i> -Butillitio	137
<b>4.6.3.</b> Cloruro de trineofilestaño	138
<b>4.6.4.</b> Hidruro de trineofilestaño	139
<b>4.6.5.</b> Hidruro de tri- <i>n</i> -butilestaño	139
<b>4.6.6.</b> Hidróxido de trifenilestaño	140
<b>4.6.7.</b> Hidruro de trifenilestaño	141
<b>4.6.8.</b> Oxido de bis-tri- <i>n</i> -butilestaño	142
<b>4.6.9.</b> Trimetilestannillitio	142
<b>4.7.</b> Reacciones de Hidroestannación de Diésteres $\alpha,\beta$ -insaturados de (11 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-9,10-dihidro-9,10-etanoantraceno-11,12-dimetanol con hidruros triorganoestánnicos	143
<b>4.7.1.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6-tri- <i>n</i> -butilestannilmetil-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6. 0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>69</b> )	143
<b>4.7.2.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6-trifenilestannilmetil-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> . 0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>70</b> )	144

<b>4.7.3.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6-tri(2-metil-2-fenilpropil)estannilmethyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>71</b> )	144
<b>4.7.4.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6,8-dimetil-6-tri- <i>n</i> -butilestannilmethyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>72</b> )	145
<b>4.7.5.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6,8-dimetil-6-trifenilestannilmethyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>73</b> )	146
<b>4.7.6.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6,8-dimetil-6-tri(2-metil-2-fenilpropil)estannilmethyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>74</b> )	146
<b>4.7.7.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6,8-dimetil-7-fenil-6-fenil(tri- <i>n</i> -butilestannil)methyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>75</b> )	147
<b>4.7.8.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6,8-dimetil-7-fenil-6-fenil(trifeniilestannil)methyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>76</b> )	148
<b>4.7.9.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6,7,8-trifenil-6-fenil(tri- <i>n</i> -butilestannil)methyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>77</b> )	148
<b>4.7.10.</b> (2 <i>R</i> ,12 <i>R</i> )-6,7,8-trifenil-6-fenil(trifeniilestannil)methyl-4,10-dioxapentaciclo[11.6.6.0 <sup>2,12</sup> .0 <sup>14,19</sup> .0 <sup>20,25</sup> ]pentacosa-14(19),15,17,20(25),21,23-hexaeno-5,9-diona ( <b>78</b> )	149

## CAPÍTULO 5: ESPECTROS

151



## ABREVIATURAS

AcOEt	acetato de etilo
Ac	acetilo
Ar	arilo
ABIN	azo-bis-isobutironitrilo
Bu	butilo
BuLi	<i>n</i> -butillitio
Bz	bencilo
°C	grados Celsius
CG	cromatografía gaseosa
DBE	1,2-dibromoetano
DCC	<i>N,N'</i> -diciclohexilcarbodiimida
DCU	<i>N,N'</i> -diciclohexilurea
DMAP	4-( <i>N,N</i> -dimetilamino)piridina
DMF	<i>N,N'</i> -dimetilformamida
Et <sub>2</sub> O	éter etílico
Et	etilo
g	gramos
HRMS	espectro de masa de alta resolución
HQ	hidroquinona
IR	infrarrojo
M	moles/litro
µM	micromoles/litro
Me	metilo
mL	mililitros

mmoles	milimoles
Neof	neófilo
PDC	dicromato de piridinio
p.eb.	punto de ebullición
p.f.	punto de fusión
Ph	fenilo
RMN	resonancia magnética nuclear
TA	temperatura ambiente
TEA	triétilamina
THF	tetrahidrofurano
TLC	cromatografía en capa fina
<i>p</i> -TsOH	ácido <i>p</i> -toluensulfónico

### Abreviaturas utilizadas para RMN

J	constante de acoplamiento
c	cuarteto
d	doblete
dd	doble doblete
dc	doble cuarteto
m	multiplete
s	singulete
t	triplete

*Experience is what you get  
when you didn't get what you wanted.*  
Randy Pausch