

Departamento de Química, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia. Universidad de San Carlos de Guatemala, 2020  
Curso: Química Orgánica IV -QQ-  
Responsable: Dr. Byron López

**Reporte de Laboratorio no. 3**  
**Síntesis de 6-Fenil-2,7-dioxabicyclo[3.2.0]-3-hepteno**  
**y 7-Fenil-8-oxabicyclo[4.2.0]octano mediante una reacción de Paternó-Büchi**

---

Leonel Alejandro Flores Ramírez -201701257-

Sara Marcela Salazar Ordoñez -201701134-

Departamento de Química, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia. Universidad de San Carlos de Guatemala.

---

### **Resumen**

Con el objetivo de sintetizar 6-fenil-2,7-dioxabicyclo[3.2.0]-3-hepteno a partir de ciclohexeno y 7-fenil-8-oxabicyclo[4.2.0]octano a partir de ácido furfúrico mediante una reacción de Paternó-Büchi, se mezclaron ambos sustratos con benzaldehído y se evaluó la reacción para ambos productos en diferentes condiciones. En la primera, se colocaron tubos (1 y 2) con los sustratos y benzaldehído en una cámara oscura con luz UV (390nm) y en la segunda, se colocaron tubos (3 y 4) con los sustratos y benzaldehído en otra cámara oscura con luz incandescente (100W). Se dejaron bajo las diferentes fuentes de energía por 24 horas y en ninguno de los casos se observó un cambio dentro del tubo de ensayo, por lo que se concluyó que la reacción no se había llevado a cabo.

**Palabras clave:** ácido furfúrico, ciclohexeno, 6-fenil-2,7-dioxabicyclo[3.2.0]-3-hepteno, 7-fenil-8-oxabicyclo[4.2.0]octano, luz LED, luz incandescente, Paternó-Büchi.

### **Abstract**

With the aim of synthesize 6-phenyl-2,7-dioxabicyclo[3.2.0]-3-heptane from cyclohexene and 7-phenyl-8-oxabicyclo[4.2.0]octane from furfuryl acid by a Paternó-Büchi reaction, it were mixed both substrates with benzaldehyde and the reaction was evaluated for both products in different conditions. In the first one, tubes (1 and 2) with substrates and benzaldehyde were collocated into a dark camera with UV light (390 nm) and the second one, tubes (3 and 4) with substrates and benzaldehyde were collocated into another dark camera with incandescent light (100 W). They were left under the different energy sources for 24 hours. No case presented an observable change in the tube content, so it was concluded that the reaction did not took place.

**Key words:** cyclohexene, furfuryl acid, incandescent light, Paternó-Büchi, 6-phenyl-2,7-dioxabicyclo[3.2.0]-3-heptane, 7-phenyl-8-oxabicyclo[4.2.0]octane, UV light.

## Resultados

Tabla no. 1: Aspectos cualitativos antes y después de la reacción

No. de tubo	Reactivos contenidos en el tubo	Coloración y características de la mezcla antes de la reacción	Tipo y cantidad de fuentes de radiación utilizada	Coloración y características de la mezcla después de la reacción
1	Ciclohexeno y benzaldehído	Incoloro y translúcido	5 leds UV (5 mm y 390 nm)	Incoloro y translúcido
2	Ácido furfurílico y benzaldehído	Color vinagre y translúcido	5 leds UV (5 mm y 390 nm)	Color vinagre y translúcido
3	Ciclohexeno y benzaldehído	Incoloro y translúcido	1 foco incandescente (luz amarilla) 100 W	Incoloro y translúcido
4	Ácido furfurílico y benzaldehído	Color vinagre y translúcido	1 foco incandescente (luz amarilla) 100 W	Color vinagre y translúcido

Fuente: Datos experimentales obtenidos en el Laboratorio 01, Departamento de Química Orgánica, edificio T12. USAC.

### Análisis de Resultados

La reacción Paternó-Büchi se basa en hacer reaccionar el doble enlace de un grupo carbonilo con un alqueno mediante excitación fotoquímica. Los productos de esta reacción poseen un núcleo de oxetano (ver mecanismo de reacción en anexo 2). El carbonilo reacciona al obtener su estado triplete. Para que esto suceda, la fuente de radiación debe excitar el par electrónico del enlace  $\pi$  oxígeno-carbono a un estado singlete (los espines del par electrónico son antiparalelos), luego, este estado decae al estado triplete que es menos energético y en el cual los espines de los electrones de este enlace  $\pi$  son paralelos (Levine, 2004; Li, 2014).

Como se puede observar en la tabla No. 1, no existieron cambios en la mezcla de las reacciones 1 y 2 luego de 24 horas bajo la fuentes de energía. Esto se pudo

deber a que tal y como ya se mencionó en el párrafo anterior el carbonilo reacciona al estar en su estado triplete lo que se consigue con radiación UV. Sin embargo, la luz en las longitudes de onda UV son absorbidas por el vidrio, que es el material del que están hechos los tubos de ensayo utilizados como recipientes de contención de las distintas soluciones, como se puede ver en el anexo 4. Este hecho pudo causar que el benzaldehído no absorbiera la radiación necesaria para que se llevara a cabo la reacción (Skoog et al., 2008).

Por otro lado, en los tubos 3 y 4 (ver anexo 5), tampoco se observó cambio en las características de las soluciones contenidas en los mismos (tabla No. 1). Esto pudo ser a que los reactivos utilizados pudieron volatilizarse ya que el parafilm usado para evitar esto, fue deshecho por el calor producido con el

foco incandescente y ser causa de que no existiera reacción (Boylestad, 2004).

Se esperaba que al realizar una caracterización comparando los espectros infrarrojos de los productos con el del benzaldehído (ver anexo 3), estos ya no presentarían las bandas a 2820, 2756 y 1703  $\text{cm}^{-1}$ , pues son las bandas características del carbonilo presente en el benzaldehído (Wade, 2011). Esto es debido a que como se puede observar en el anexo 2, es este grupo el que reacciona con el doble enlace para formar el heterociclo de cuatro miembros que se espera en el producto (Thompson, et al., 2015). Sin embargo, como la reacción no se llevó a cabo, se hubiera obtenido un espectro con una mezcla de los picos del benzaldehído con los del sustrato o solo del benzaldehído en el caso que los sustratos se hayan evaporado.

### Conclusiones

- La falta de diferencias en las características de las soluciones de los cuatro tubos al inicio y al final del tiempo en el que se encontraron bajo las fuentes de radiación indicaron que no existió reacción en ninguno de estos.
- Se determinó que una causa por la cual no existió reacción en los tubos 1 y 2 es que se utilizaron tubos de vidrio ya que es un material que absorbe la luz UV.
- El motivo por el cual las reacciones de los tubos 3 y 4 no tuvieron lugar, fue la volatilización de los sustratos debido a la pérdida del parafilm utilizado para tapar los tubos.
- Debido a que la reacción no se llevó a cabo, en el espectro IR de los productos se podrían observar

las bandas características del carbonilo del benzaldehído.

### Recomendaciones

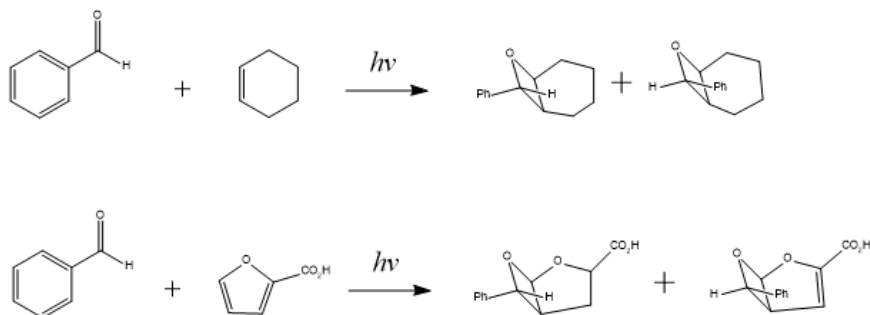
- Colocar las luces led dentro del tubo de ensayo para que la radiación pase directamente a los sustratos y no sea absorbida por el vidrio (Skoog, et al., 2008).
- Tapar los tubos de ensayo que se van a colocar en la luz incandescente con algún material que no se deshaga o descomponga tan fácilmente con el calor (Boylestad, 2004), como por ejemplo un corcho.

### Referencias

- Boylestad, R. (2004). *Introducción al análisis de circuitos*. Pearson Educación.
- Levine, I. (2004). *Fisicoquímica*. McGraw-Hill.
- Li, J. (2014). *Name Reactions: A Collection of Detailed Mechanisms and Synthetic Applications*. Springer.
- Skoog, D., West, D., Holler, F. y Crouch, S. (2008). *Principios de Análisis Instrumental*. México: Cengage Learning
- Spectral Database for Organic Compounds. (2019). *benzaldehyde*. Recuperado de: [https://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi](https://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/direct_frame_top.cgi)
- Thompson, M., Agger, J. y Wong, L. (2015). La reacción de Paternò-Büchi como una demostración de cinética química y fotoquímica sintética utilizando un aparato de diodos emisores de luz. *Revista de Educación Química*, 92 (10), 1716-1720. doi: 10.1021/acs.jchemed.5b00129
- Wade, L. (2011). *Química Orgánica*. México: Pearson Education.

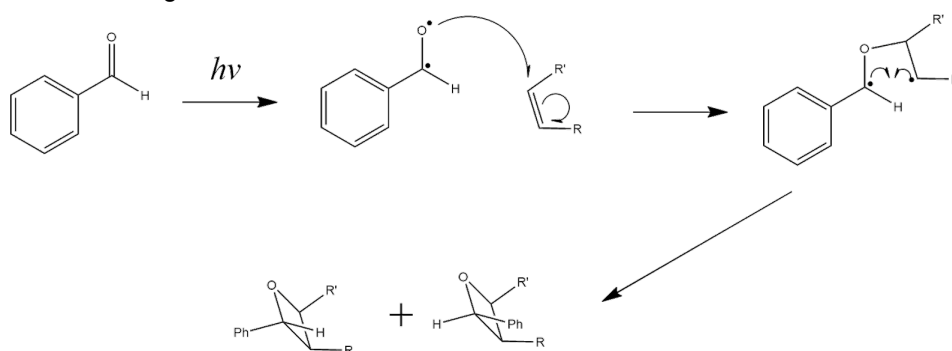
## Anexos

### Anexo 1: ecuación general de las reacciones realizadas



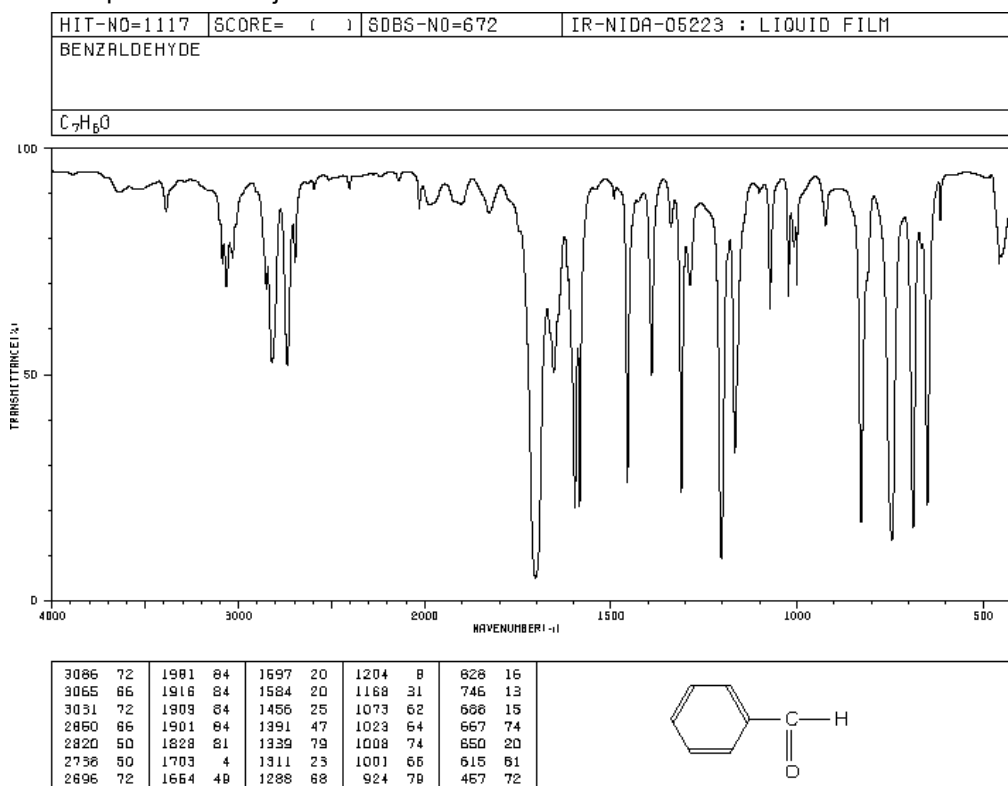
(Thompson et al, 2015; Li, 2014).

### Anexo 2: mecanismo general de las reacciones realizadas



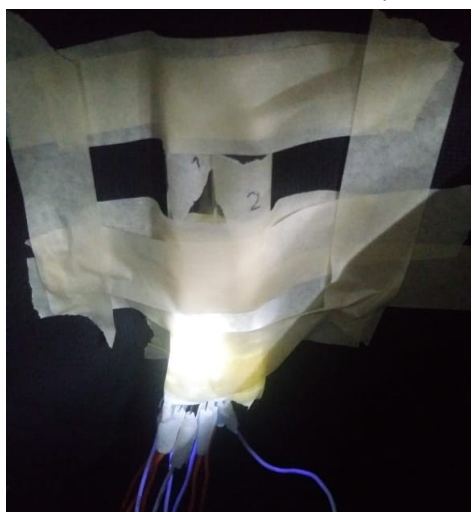
(Thompson et al, 2015; Li, 2014).

### Anexo 3: Espectro Infrarrojo del benzaldehído



(Spectral Database for Organic Compounds, 2019).

Anexo 4: Sistema utilizado para la reacción con leds UV (390 nm).



Fuente: Datos experimentales obtenidos en el Laboratorio 01, Departamento de Química Orgánica, edificio T12. USAC

Anexo 4: Sistema utilizado para la reacción con foco incandescente de 100 W.



Fuente: Datos experimentales obtenidos en el Laboratorio 01, Departamento de Química Orgánica, edificio T12. USAC