



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**REACCIONES DE DIAZOCOMPUESTOS,
BENCENO SELENOL Y SALES DE INDIO.**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

QUÍMICO

PRESENTA

JUAN CARLOS FLORES LÓPEZ



MÉXICO, D.F.

2013



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO.

PRESIDENTE	Profesor: José Manuel Méndez Stivalet
VOCAL	Profesor: Blas Flores Pérez
SECRETARIO	Profesor: Mario Alfredo García Carrillo
PRIMER SUPLENTE	Profesor: Guillermina Yazmín Arellano Salazar
SEGUNDO SUPLENTE	Profesor: Martín Andrés Iglesias Arteaga

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA.

Departamento de Química Orgánica. Laboratorio 1-5 de Síntesis Orgánica.
Instituto de Química. UNAM.

ASESOR.

M. en C. Mario Alfredo García Carrillo

SUPERVISOR TÉCNICO.

Dr. Eduardo Díaz Torres

SUSTENTANTE.

Juan Carlos Flores López

ÍNDICE

ABREVIATURAS.....	V
RESUMEN	VI
INTRODUCCIÓN	VII
1. ANTECEDENTES	1
1.1 Síntesis de selenuros.....	2
1.1.1 Empleo de selenoles para la formación de selenuros.....	2
1.2 Reacciones entre diazocompuestos y organoselenio	3
1.3 Reacciones entre diazocompuestos y sales de Indio (III)	6
1.4 Formación de selenoésteres empleando sales de Indio	6
1.5 Reducción de cloruros de ácido a través del uso de sales de indio e hidruro de tributilestaño.....	7
2. OBJETIVOS	8
2.1 OBJETIVO GENERAL	9
2.1.1 OBJETIVOS PARTICULARES	9
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	10
3.1 Experimentos con α -dialcoésteres.....	12
3.2 Experimentos con diazoalcanos.....	14
3.3 Reacciones con α -diazocetonas	15
CONCLUSIONES.....	19
BIBLIOGRAFÍA	21
APÉNDICES.....	24
A 1. SECCIÓN EXPERIMENTAL.....	25
A 1.1 Reactivos.....	25
A 1.2 Materiales.....	25
A 1.3 Procedimiento general de síntesis.....	25
A 1.4 Caracterización de los productos	26
A 1.5 Productos	26

ÍNDICE

Continuación

A 2. EVIDENCIA EXPERIMENTAL DE LA CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS	30
A 2.1 2-fenilselanil-acetato de etilo	30
A 2.2 trimetil(fenilselanil)metilsilano	36
A 2.3 1-(4-bromofenil)etanona	42
A 2.4 2-fenilselanil-acetato de fenilo	48
A 2.5 2-fenilselanil-acetato de bencilo	52
A 2.6 bencil(fenil)selano.....	54

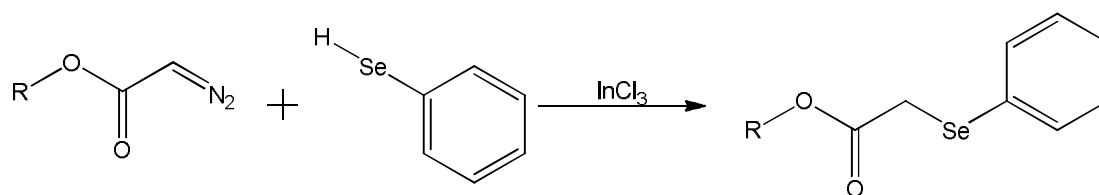
ABREVIATURAS

OAc	Acetato	Cl₂InH	Hidruro de dicloroindio
In(AcO)₃	Acetato de indio (III)	X₂InH	Hidruro de dihalogenoindio
In(acac)₃	Acetilacetato de indio (III)	I.R.	Infrarrojo
ROH	Alcohol	M⁺	Ion molecular
A.E.	Análisis elemental	hν	Irradiación
C₆H₅SeH	Bencenoselenol	SCN	Isocianato o tiocianato
CHCl₃	Cloroformo	mL	mililitro
CDCl₃	Cloroformo deuterado	mmol	milimol
Bu₃SnCl	Cloruro de tributilestaño	min	minuto
InCl₃	Cloruro de indio (III)	RSeR	Selenuro
C₆H₅SeSeC₆H₅	Difenildiselenuro	In(OTf)₃	Triflato de indio (III)
CH₂Cl₂	Diclorometano	t.a.	Temperatura ambiente
H.R.M.S.	Espectroscopía de masas de alta resolución	m/z	Relación masa carga
C₆H₅SeF	Fluoruro de fenilselenio	¹³C R.M.N.	Resonancia magnética nuclear de carbono-13
InF₃	Fluoruro de indio (III)	¹H R.M.N.	Resonancia magnética nuclear de hidrógeno
C₆H₅SeX	Haluro de fenilselenio	InI	Yoduro de Indio (I)
Bu₃SnH	Hidruro de tributilestaño	InI₃	Yoduro de Indio (III)

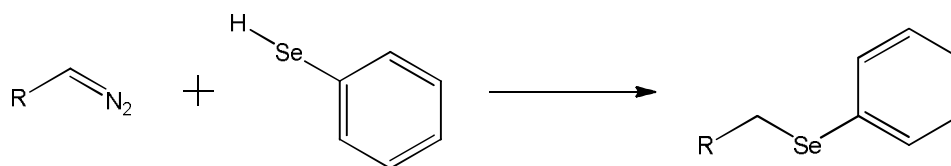
RESUMEN

Este trabajo presenta dos metodologías novedosas. Una de ellas enfocada a la síntesis de selenuros. La otra para la obtención de cetonas. En ambas se parte de diazocompuestos, bencenoselenenol y sales de indio (III). La primera funciona bien para α -diazooésteres y diazoalcanos, la segunda para α -diazocetonas.

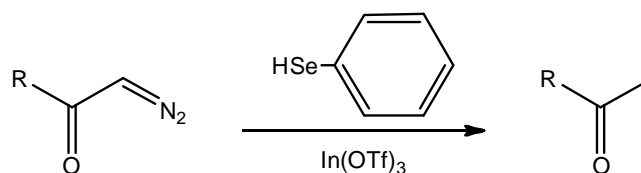
Se describen las características generales y las ventajas de cada metodología.



R: alquilo, bencilo y fenilo



R: alquilo y fenilo



R: bencilo y fenilos sustituidos.

INTRODUCCIÓN

INTRODUCCIÓN

Durante los últimos cincuenta años los compuestos de organoselenio han probado ser de gran versatilidad, ya que han demostrado ser útiles como antibióticos, antiinflamatorios, antioxidantes, antivirales, insecticidas, antimicrobianas, microbicidas, quimioprolácticos contra cáncer, así como materiales semiconductores,¹⁻⁸ además de ser considerados reactivos valiosos en reacciones de cicloadición⁹⁻¹³.

Por otro lado, los diazocompuestos son una materia prima extraordinariamente versátil. Entre las reacciones que continúan siendo útiles están la descomposición catalítica mediante ácidos de Lewis y el ataque nucleofílico de diazocompuestos.¹⁴

En este trabajo se aprovechan las propiedades de los diazoalcanos al actuar como nucleófilos y también las reacciones de descomposición catalítica de los α -diazooésteres en presencia de cloruro de indio (III) para la preparación de selenuros. Además, se demuestra la utilidad del bencenoselenol como un agente de reducción, en combinación con triflato de indio, empleado en la preparación de cetonas a partir de α -diazocetonas.

1. ANTECEDENTES

1. ANTECEDENTES

1.1 Síntesis de selenuros

El auge que ha tenido el desarrollo de metodologías para la obtención de selenuros desde los años setenta hasta nuestros días dificulta poder destacar específicamente alguna de ellas. No obstante, gran parte de estos procesos introducen el grupo selenio en substratos orgánicos a través del ataque nucleofílico de un compuesto de organoselenio sobre un substrato electrofílico. Estos nucleófilos de organoselenio deben ser preparados *in situ* debido a su inestabilidad al medio ambiente.^{15,16} De esta manera, dichos compuestos se pueden preparar a partir de la reacción de diarildiselenuros con agentes reductores, como el borohidruro de sodio,^{17,18} o bien por la metalación de selenio elemental con reactivos de organolitio y de reactivos de Grignard,^{19,20} y finalmente por la reducción de diorganodiselenuros con metales alcalinos^{21,22} o hidruros alcalinos^{23,24}.

1.1.1 Empleo de selenoles para la formación de selenuros

Los selenoles en presencia de una base forman selenolatos. Éstos aductos reaccionan rápidamente con haluros de alquilo y tosilatos para formar selenuros. Cuando reaccionan con epóxidos dan α -hidroxiselenuros (Figura 1, a y b). En contraste con la mayoría de otros nucleófilos, reaccionan con ésteres y lactonas para dar el correspondiente ácido carboxílico y el selenuro, en lugar del grupo acilo, desplazando de esta manera al anión carboxilato²⁵⁻²⁷ (Figura 1, d); empero, la sustitución en el grupo acilo puede llevarse a cabo con metanoselenolato de dimetilaluminio²⁸ para obtener selenoésteres. Los selenoles pueden realizar adiciones tipo Michael con enonas y otros alquenos activados, y también producir selenoacetales con aldehídos y cetonas²⁵⁻²⁷ (Figura 1, e, f). Asimismo, los

selenoles actúan como agentes reductores para dar una gran variedad de grupos funcionales. Se ha descrito que transforman dihaluros vecinales generando alquenos. Los compuestos α -halocarbonílicos producen compuestos deshalogenados. Los grupos nitro, nitroso, azo, azoxy e hidrazo generan aminas primarias, los compuestos imino inducen la formación de aminas secundarias; y los sulfóxidos se reducen a sulfuros.^{29,30}

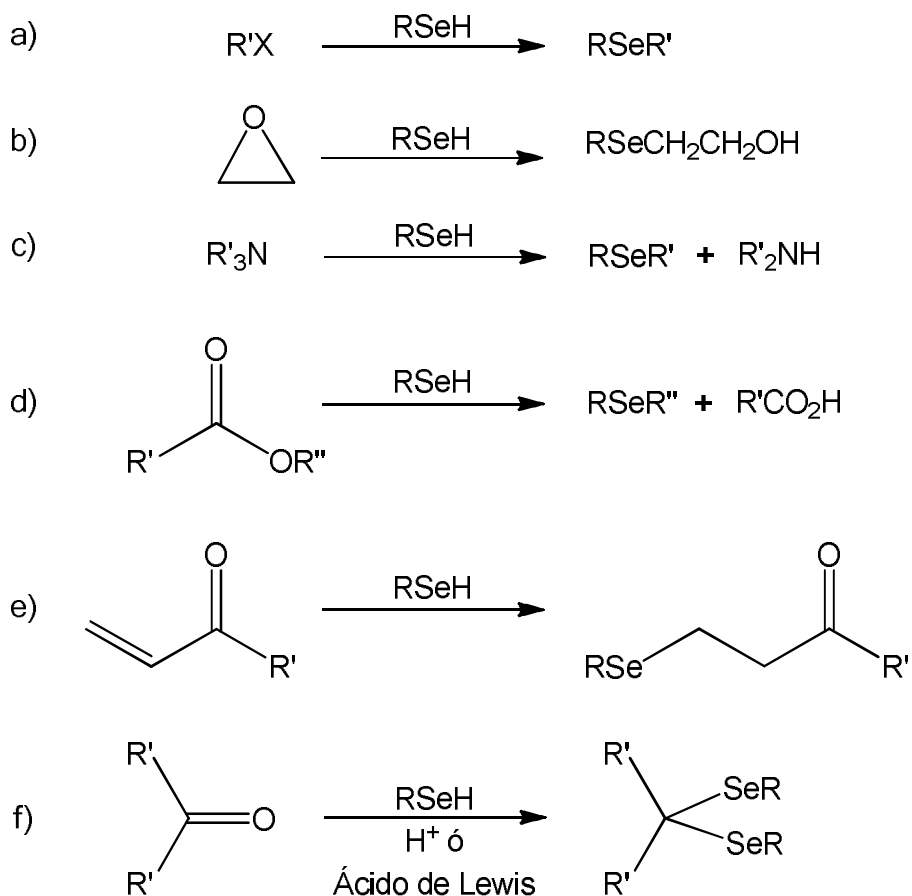


Figura 1. Síntesis de selenuros a partir de selenoles.

1.2 Reacciones entre diazocompuestos y organoselenio

Las metodologías en la cuales se menciona el uso de diazocompuestos como precursores para la obtención de selenuros no son abundantes. Dentro de las metodologías halladas en la literatura están las que insertan un diazocompuesto

en un enlace Se-Se, tal como la reportada por Pellicciari^{31,32} en la que el α -diazocetato de etilo reacciona con difenildiselenuro, en presencia de un metal de transición o trifluoro eterato de boro (Figuras 2 y 3).

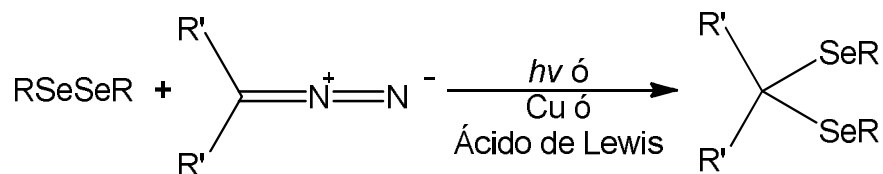


Figura 2. Formación de selenuros por la inserción de un diazocompuesto en el enlace Se-Se.

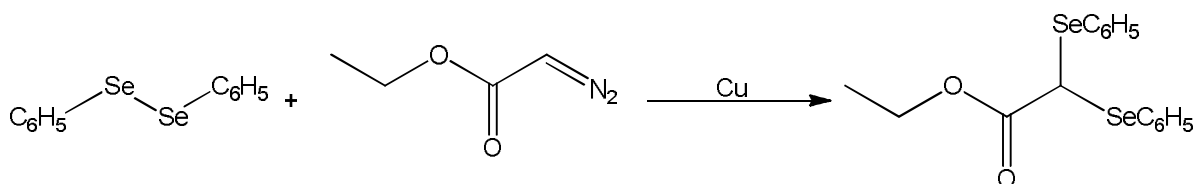


Figura 3. Formación de selenuros por la inserción de α -diazocetato de etilo en el enlace Se-Se del difenildiselenuro.

En otras metodologías descritas se emplean derivados de organoselenio del tipo $\text{C}_6\text{H}_5\text{SeX}$ que reaccionan con compuestos α -diazocarbonílicos. Algunos ejemplos son los reportados por Thomas en los que se hicieron reaccionar 6-diazofenilpenicilانات con alifenílselenuro, cloruro de fenílselenilo, difenil diselenuro y bencenoselenol dando el correspondiente 6,6-penicilانات disustituido³³ (Figura 4).

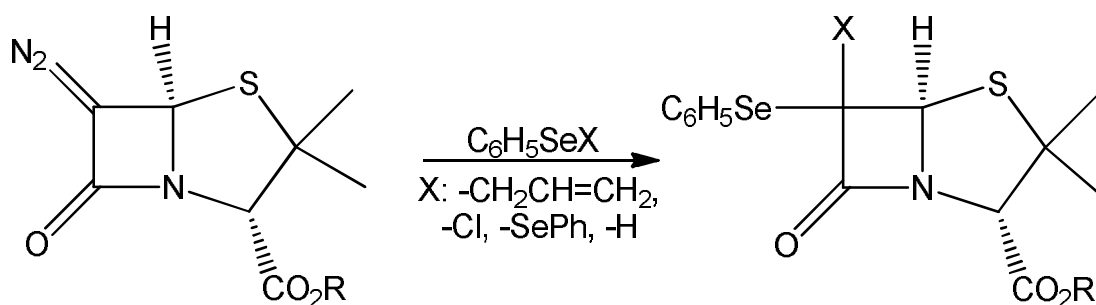


Figura 4. Síntesis de 6,6-penicilانات disustituido.

McKervey también ha utilizado diferentes reactivos (cloruro de fenilselenilo, bromuro de fenilselenilo, tiocianato de fenilselenilo y acetato de fenilselenilo) con α -diazocetonas y un metal de transición para obtener los aductos α -fenilselenilcetona^{34,35} (Figura 5).

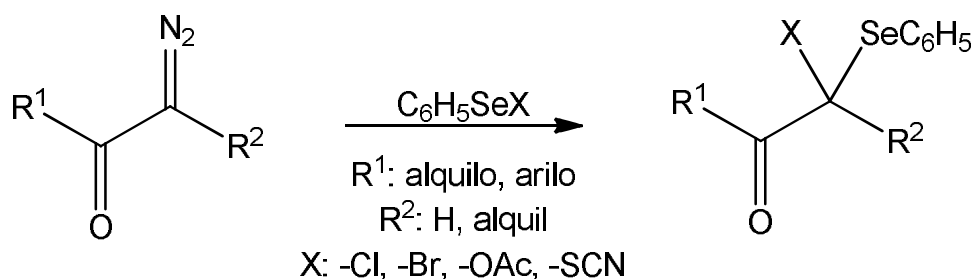


Figura 5. Síntesis de aductos α -fenilselenil- α -X-cetona.

La reacción funciona también para α -diazooésteres, un ejemplo es la reacción reportada por Usuki entre el 2-diazo-3-metilbutanato de metilo y el fluoruro de fenilselenilo en presencia de plata³⁶ (Figura 6).

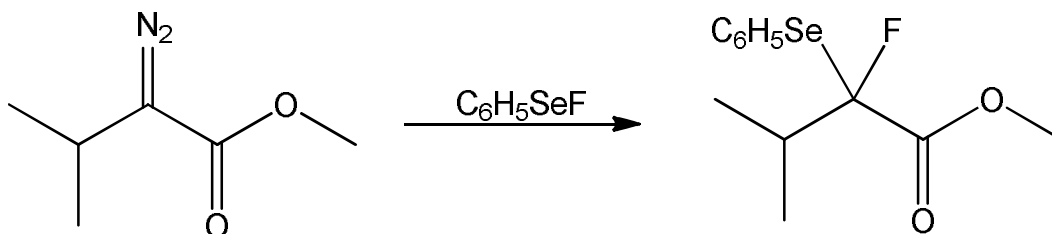


Figura 6. Síntesis de Usuki.

Otra metodología se basa en la cicloadición de selenonas y diazocompuestos para formar ciclos de cinco miembros, los cuales pueden expulsar una molécula de nitrógeno y formar el selenirano correspondiente³⁷ (Figura 7).

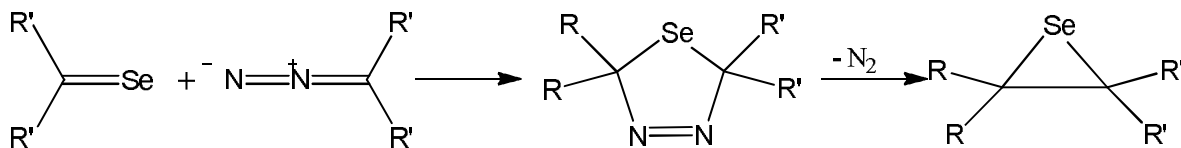


Figura 7. Cicloadición de selenonas y diazocompuestos.

1.5 Reducción de cloruros de ácido a través del uso de sales de indio e hidruro de tributilestaño

Baba⁴⁷ y colaboradores demostraron que con la formación de hidruro de dicloroindio, a partir de hidruro de tributilestaño y cloruro de indio (III), se promueve la reducción de cloruros de ácido (Figura 10)

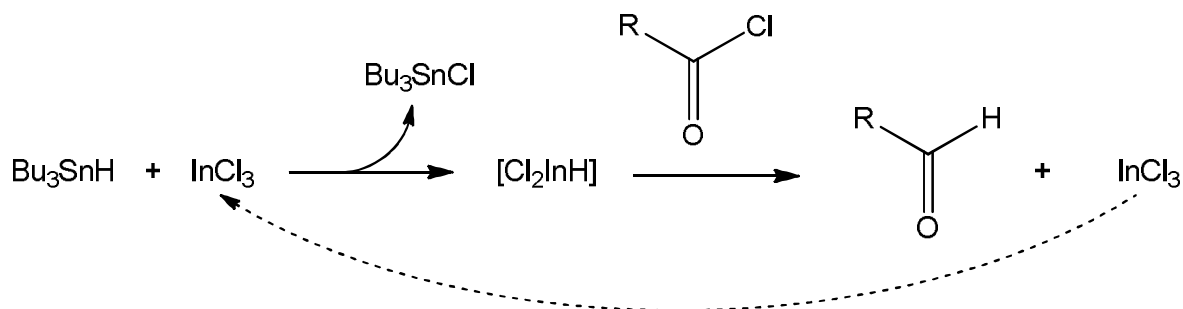


Figura 10. Reducción de cloruros de ácido empleando cloruro de indio (III) e hidruro de tributilestaño.

2. OBJETIVOS

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

- Desarrollar una metodología para obtener selenuros de forma fácil y eficiente, tomando como materiales de partida diazoésteres o diazoalcanos, a través de reacciones de diazocompuestos como nucleófilos o bien por la descomposición catalítica de diazocompuestos empleando sales de indio.
- Desarrollar una metodología para obtener cetonas de forma fácil y eficiente, tomando como materiales de partida α -diazocetonas y sales de indio a través del uso de bencenoselenol como agente de reducción.

2.1.1 OBJETIVOS PARTICULARES

- Determinar condiciones experimentales óptimas que lleven a las síntesis de selenuros y cetonas.
- Utilizar diferentes diazocompuestos (diazoalcano, diazoésteres y diazocetonas) para obtener una atractiva diversidad de selenuros y cetonas.
- Purificar y caracterizar los productos preparados utilizando las técnicas de I.R. ^1H R.M.N., ^{13}C R.M.N., H.R.M.S. y A.E.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Con base en los objetivos propuestos, se estudió a fondo la descomposición catalítica de α -hidroxicetonas por medio de trifluoroeterato de boro, anteriormente reportada por Padwa,⁴⁸ con el fin de convertir α -diazooésteres y bencenoselenol en selenuros, empleando sales de indio como catalizador (Figura 11).

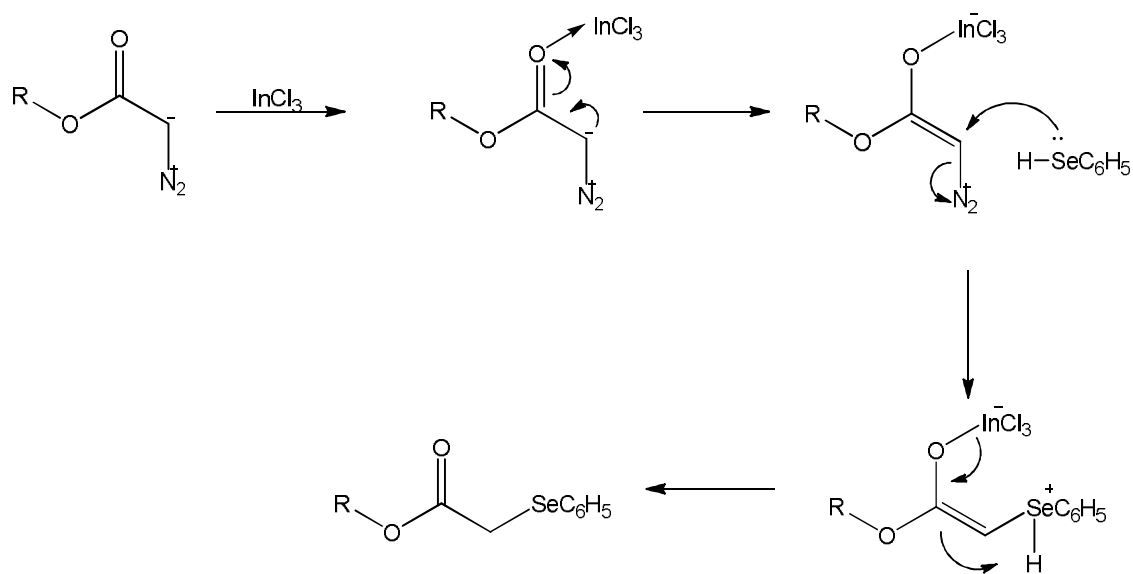


Figura 11. Mecanismo propuesto para la formación de selenuros a partir de α -diazooésteres, bencenoselenol y sales de indio.

Por otro lado, conociendo la alta reactividad que tienen los diazoalcanos y su alta eficiencia como nucleófilos, se propuso la posibilidad de llevar a cabo la reacción sin emplear catalizador (Figura 12).

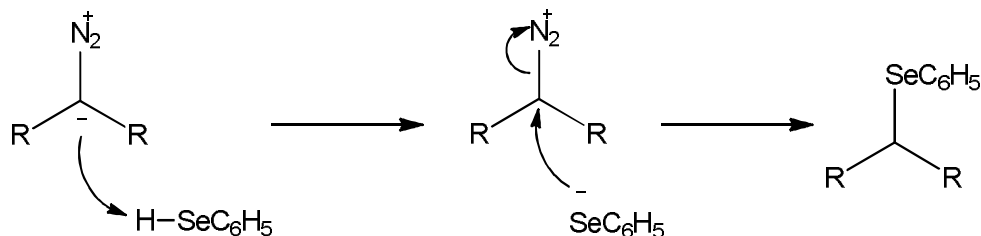


Figura 12. Mecanismo propuesto para la formación de selenuros a partir de diazoalcanos y bencenoselenol.

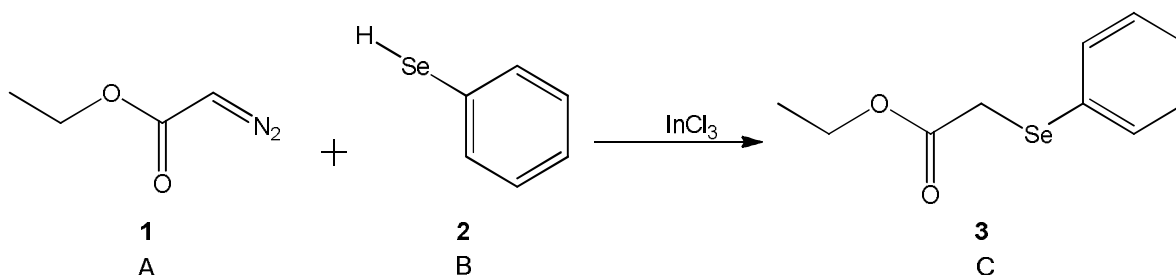


Figura 14. Síntesis de selenuro a partir de diazoacetato de etilo y bencenoselenol en presencia de InCl_3 .

Tabla 1. Condiciones probadas para la síntesis de selenuros a partir de diazoacetato de etilo, bencenoselenol y InCl_3 .

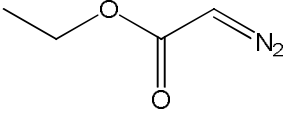
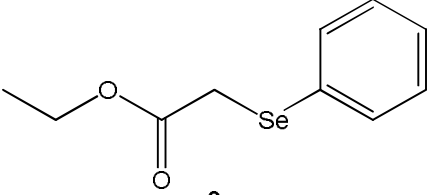
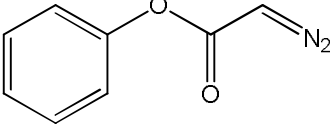
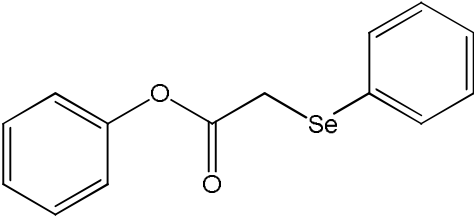
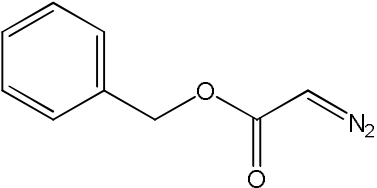
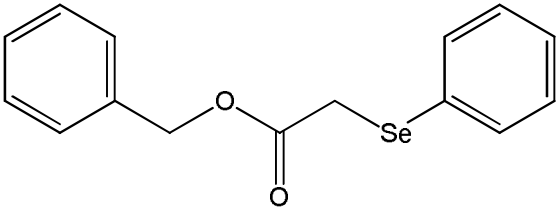
Experimento	Cantidades *mmol			Disolvente (mL)	Rendimiento C (%)
	A	B	InCl_3		
1	1.00	2.00	0.00	5.0 CH_2Cl_2	Sin reacción
2	1.00	2.00	0.20	5.0 CH_2Cl_2	94
3	1.00	2.00	0.20	Ninguno	21
4	0.50	1.00	0.10	5.0 Tolueno	76
5	0.50	1.00	0.05	2.5 CH_2Cl_2	35
6	0.50	1.00	0.05	5.0 CH_2Cl_2	96
7	0.50	1.00	0.03	5.0 CH_2Cl_2	52
8	0.50	0.75	0.05	5.0 CH_2Cl_2	97
9	0.50	0.55	0.05	5.0 CH_2Cl_2	41

A: Diazoacetato de etilo, B: Bencenoselenol, C: 2-fenilselanil-acetato de etilo
Las reacciones se efectuaron a temperatura ambiente bajo atmósfera de Argón en un lapso de 30 minutos.

De los resultados descritos en la tabla I se deduce que el rendimiento sea mayor es necesario efectuar la reacción en disolvente como el diclorometano. Además, debe haber un exceso de bencenoselenol en una proporción 1.5 a 1 y la cantidad de cloruro de indio (III) tiene que ser un 10% en mol, ambas cantidades respecto al diazoéster (experimento 8 de la tabla I). Con esto se conocen ya las condiciones óptimas de reacción.

Las condiciones del experimento 8 de la tabla 1 se utilizaron con diazoacetato de fenilo (**4**) y diazoacetato de bencilo (**5**), en ambas se obtuvo el selenuro correspondiente (**6** y **7**, respectivamente) con un rendimiento moderado. Las estructuras de los productos y los diazoésteres se muestran en la **tabla 2**.

Tabla 2. Diazoéster empleado, selenuro sintetizado y rendimiento de la reacción.

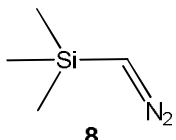
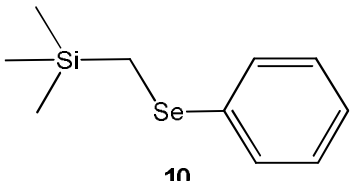
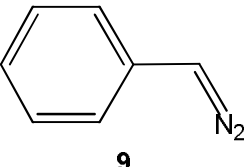
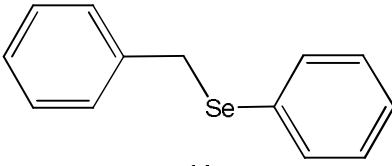
Diazoéster	Producto	Rendimiento %
 1	 3	97
 4	 6	74
 5	 7	77

3.2 Experimentos con diazoalcanos

Dado que la metodología funcionó con diazoésteres se optó por probarla con diazoalcanos. Se planeó montar dos reacciones con trimetilsilildiazometano (**8**) bajo las condiciones óptimas de reacción. En una de las reacciones no se utilizó el cloruro de indio (III). En ambas reacciones se obtuvo el selenuro correspondiente (**10**) y los rendimientos fueron mayores al noventa por ciento por lo que se descartó la necesidad de emplear un catalizador, tal como se sugirió al inicio de este capítulo en la página 11.

El procedimiento sin catalizador también se aplicó con fenildiazometano (**9**) para obtener el selenuro correspondiente (**11**). Las estructuras se muestran en la **tabla 3**.

Tabla 3. Diazoalcanos empleados, selenuros sintetizados y rendimiento de la reacción.

Diazoalcano	Producto	Rendimiento %
 <p>8</p>	 <p>10</p>	95
 <p>9</p>	 <p>11</p>	58

3.3 Reacciones con α -diazocetonas

Por último, se intentó aplicar la metodología con α -diazocetonas. Para ello se realizaron dos reacciones con 1-(4-bromofenil)-2-diazoetanona (**12**) bajo las condiciones óptimas de reacción, salvo que en una de ellas se hizo en ausencia de cloruro de indio (III). El producto mayoritario de la reacción que contenía catalizador fue la cetona correspondiente (**13**), en el otro no hubo reacción y sólo se observaron, por cromatografía en capa fina, las materias primas.

Debido a los resultados poco satisfactorios de la reacción fue necesario encontrar nuevas condiciones de reacción, probándose el efecto de otras sales de indio (III). Los resultados de los experimentos se muestran en la **tabla 4**.

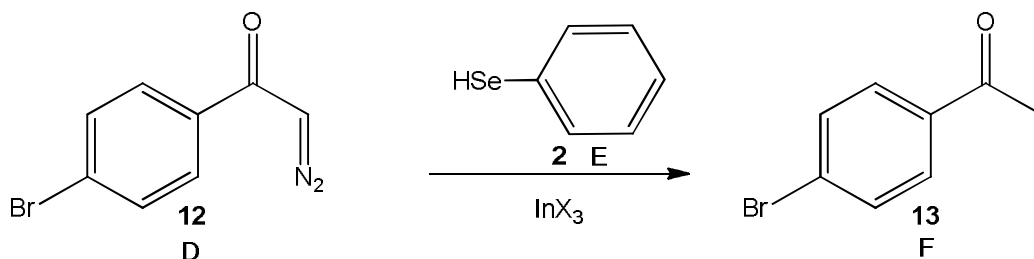


Figura 15. Reducción de 1-(4-bromofenil)-2-diazoetanona.

Tabla 4. Condiciones probadas para la reducción de diazocompuestos a partir de 1-(4bromofenil)-2-diazoetanona, bencenoselenol y InX₃.

Experimento	Cantidades *mmol			InX ₃	Temperatura	Rendimiento F (%)
	D	E	InX ₃			
1	0.50	0.00	0.050	InCl ₃	t.a.	Sin reacción
2	0.50	0.75	0.00	-----	t.a.	Sin reacción
3	0.50	0.75	0.050	InCl ₃	t.a.	65
4	0.50	1.00	0.050	InCl ₃	t.a.	80
5	0.50	1.00	0.075	InCl ₃	t.a.	84
6	0.50	1.00	0.100	InCl ₃	t.a.	83
7	0.50	1.00	0.075	InCl ₃	reflujo	83
8	0.50	1.00	0.100	InBr ₃	t.a.	75
9	0.50	1.00	0.100	InI ₃	t.a.	87
10	0.50	1.00	0.100	In(OTf)₃	t.a.	88
11	0.50	1.00	0.100	In(AcO) ₃	t.a.	70
12	0.50	1.00	0.100	In(acac) ₃	t.a.	70
13	0.50	1.00	0.100	InF ₃	t.a.	Descomposición de los productos

D: 1-(4bromofenil)-2-diazoetanona, E: Bencenoselenol, F: 1-(4-bromofenil)etanona.
Las reacciones se efectuaron a temperatura ambiente bajo atmósfera de Argón en un lapso de 60 minutos y en 5 mL de CH₂Cl₂

De los experimentos descritos en la tabla 4 se deduce que la combinación de bencenoselenol con alguna sal de indio (III) es la responsable de la reducción de la diazocetona y que el rendimiento de esta reacción se mejora cuando se emplea triflato de indio en un 20% mol y con el bencenoselenol en una proporción 2 a 1, ambas cantidades respecto a la diazocetona (experimento 10 de la tabla 4).

Las condiciones óptimas logradas fueron las descritas para el experimento 10 de la tabla 4 y fueron aplicadas a otras α -diazocetonas. En todos los ejemplos se obtuvo la cetona correspondiente con un rendimiento bueno. Las estructuras se muestran en la **tabla 5**.

Tabla 5. Diazocetonas empleados, cetonas obtenidas y rendimiento de la reacción.

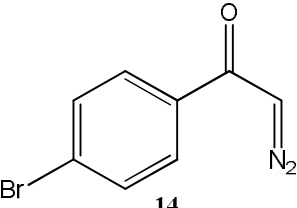
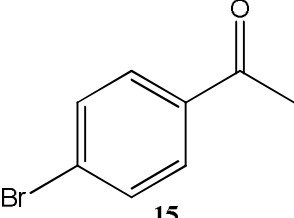
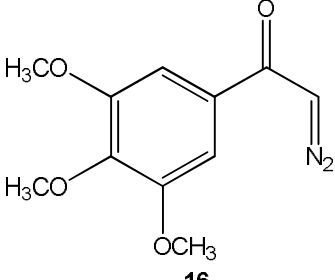
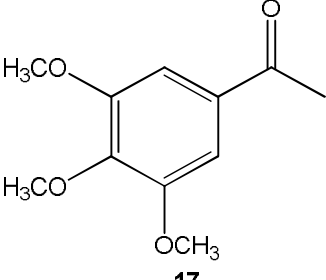
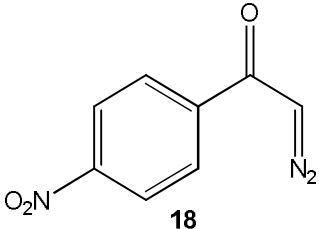
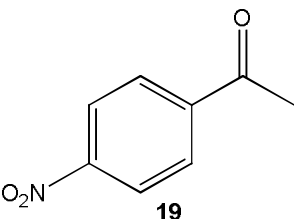
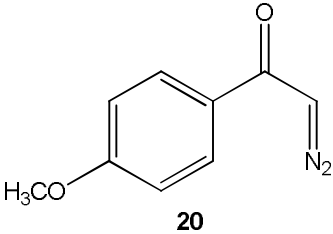
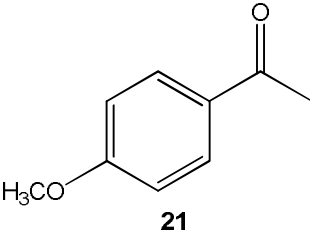
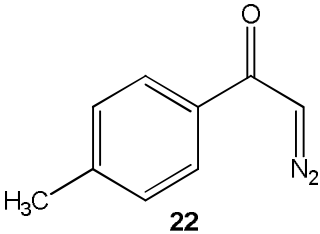
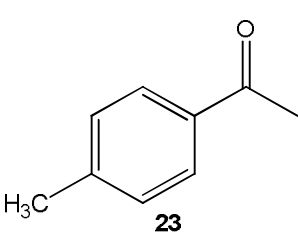
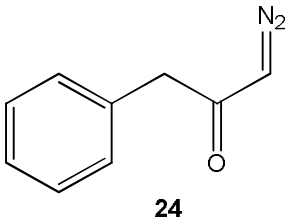
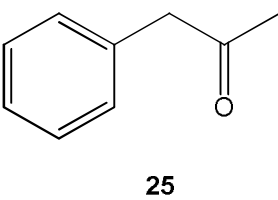
Diazocetona	Producto	Rendimiento %
 14	 15	88
 16	 17	90
 18	 19	70

Tabla 5. Continuación

Diazocetona	Producto	Rendimiento %
 <p style="text-align: center;">20</p>	 <p style="text-align: center;">21</p>	85
 <p style="text-align: center;">22</p>	 <p style="text-align: center;">23</p>	67
 <p style="text-align: center;">24</p>	 <p style="text-align: center;">25</p>	69

Como un experimento de control y para corroborar la participación del bencenoselenol como un agente de reducción, se utilizó hidruro de tributilestaño en lugar de bencenoselenol. Los resultados mostraron la formación de la cetona, tal como ocurre cuando se utiliza benceno selenol (Figura 16)

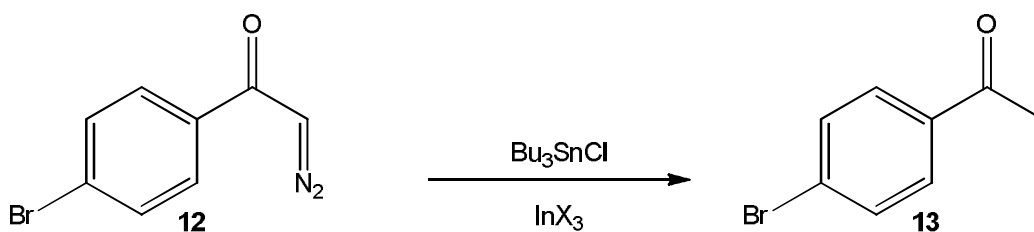


Figura 16. Reducción de 1-(4-bromofenil)-2-diazoetanona empleando hidruro de tributilestaño.

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Se desarrolló una nueva metodología para obtención de selenuros a partir de bencenoselenol y diazoalcanos. La metodología también es útil con diazoésteres, pero funciona mejor empleando cloruro de indio (III) como catalizador. Esta metodología presenta la ventaja de utilizar condiciones suaves de reacción y dar rendimientos de moderados a excelentes.

También se desarrolló una metodología para la obtención de cetonas a partir de la reducción de α -diazocetonas mediante la combinación $\text{InCl}_3/\text{PhSeH}$, se tiene la ventaja de emplear condiciones suaves de reacción con rendimientos razonablemente buenos

Ambas metodologías se probaron con diferentes diazocompuestos con lo que se obtuvo una gran variedad de ejemplos.

Se purificaron y caracterizaron los productos sintetizados mediante I.R. ^1H R.M.N., ^{13}C R.M.N., H.R.M.S. y A.E.

BIBLIOGRAFÍA

BIBLIOGRAFÍA

1. Wendel, A.; Fausel, M.; Safayi, H. *Biochem. Pharmacol.*, **1984**, 33, 3241.
2. Müller, A.; Gabriel, H.; Sies, H. *Biochem. Pharmacol.*, **1984**, 34, 1185.
3. Rossato, J.; Ketzer, L.; Centurião F. *Neurochem. Res.*, **2002**, 3, 297.
4. Rossato, J.; Zeni, G.; Mello, C. *Neurosci. Lett.*, **2002**, 3, 137.
5. Koketsu, M.; Tanaka, K. *Eur. J. Pharm. Sci.*, **2002**, 15, 307.
6. Koketsu, M.; Senda, T. *Chem. Abstr.*, **1999**, 132, 293768.
7. Janzú, S.; Appel, G. *Chem. Abstr.*, **1999**, 131, 32054.
8. Popatov, V. *Russ. J. Org. Chem.*, **2003**, 39, 1449
9. Clive, D. *Tetrahedron*, **1978**, 34, 1049.
10. Marino, J.; McClure, M.; Holub, D. *J. Am. Chem. Soc.*, **2002**, 8, 1664.
11. Zeni, G.; Ludtke, D.; Panatieri, R. *Chem. Rev.*, **2006**, 106, 1032.
12. Litvinov, V.; Dyachenko, V. *Russ. Chem. Rev.*, **1997**, 63, 923.
13. Atanassov, P. *Helv. Chim. Acta*, **2002**, 85, 1102.
14. Zhang, Z.; Wang, J. *Tetrahedron*, **2008**, 64, 6577.
15. Pearson, R. G.; Sobel, H.; Songstad, J. *J. Am. Chem. Soc.*, **1968**, 90, 319.
16. Gosselck, J.; Barth, H. *Z. Naturforsch.*, **1961**, 16, 280.
17. Miyashita, M.; Hoshino, M.; Yoshikoshi, A. *Tetrahedron Lett.*, **1988**, 29, 347.
18. Miyashita, M.; Suzuki, T.; Hoshino, M.; Yoshikoshi, A. *Tetrahedron*, **1997**, 53, 12469.
19. Gould, E. S.; McCullough, J. D. *J. Am. Chem. Soc.*, **1951**, 73, 1109.
20. Reich, H. J.; Renga, J. M.; Reich, I. L. *J. Am. Chem. Soc.*, **1975**, 97, 5434.
21. Liotta, D.; Markiewicz, W.; Santiesteban, H. *Tetrahedron Lett.*, **1977**, 18, 4365.
22. Krief, A.; Trabelsi, M.; Dumont, W. *Synthesis*, **1992**, 933.
23. Krief, A.; Delmotte, C.; Dumont, W. *Tetrahedron Lett.*, **1997**, 38, 3079.
24. Klayman, D. L.; Griffin, T. S. *J. Am. Chem. Soc.*, **1973**, 95, 197.
25. Monahan, R.; Brown, D.; Waykole, L.; Liotta, D. *Organoselenium Chemistry*, ed. D. Liotta, John Wiley & Sons, New York, **1987**, Cap. 4.
26. Engman, L.; Gupta, V. *Organoselenium Chemistry – A Practical Approach*, ed. T. G. Back, Oxford University Press, Oxford, **1999**, Cap. 4.

27. Iwaoka, M.; Tomoda, S. *Organoselenium chemistry modern developments in organic synthesis, Topics in Current Chemistry*, ed. T. Wirth, Springer-Verlag, Berlin, **2000**, Vol. 208.
28. Kozikowski, A.; Ames, A. *J. Org. Chem.*, **1978**, *43*, 2735.
29. Back, T. *The Chemistry of Organic Selenium and Tellurium Compounds*, eds. S. Patai and Z. Rappoport, John Wiley & Sons, Chichester, **1987**, Vol. 2, Cap. 3.
30. Nishiyama, Y.; Sonoda, N. *Organoselenium Chemistry – A Practical Approach*, ed. T. G. Back, Oxford University Press, Oxford, **1999**, Cap. 6.
31. Back, T. *Organoselenium Chemistry*, **1987**, Cap. 1.
32. Pellicciari, R. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1979**, 440.
33. Giddings, P.; Thomas, E. *Tetrahedron Lett.*, **1980**, *21*, 395.
34. Buckley, D.; McKervey, M. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1980**, 506.
35. Buckley, D.; McKervey, M. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, **1985**, 2193.
36. Usuki, Y.; Iwaoka, M. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1992**, 1148.
37. Back, T.; Barton, D. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, **1976**, 2079.
38. Yadav J. *Tetrahedron Letters*, **2007**, *48*, 6641.
39. Frost, C.; Chauhan, K. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, **2000**, 3015.
40. Fringuelli, F.; Pizzo, F.; Vaccaro, L. *Curr. Org. Chem.*, **2003**, *7*, 1661.
41. Frost, C.; Hartley, J. *Mini-Rev. Org. Chem.*, **2004**, *1*, 1.
42. Zhang, Z. *Synlett.*, **2005**, 711.
43. Zhang, Y.; Li, P.; Wang, M.; Wang, L. *J. Org. Chem.*, **2009**, *74*, 4364.
44. Muthusamy, S. *Tetrahedron Lett.*, **2002**, *43*, 3133.
45. Krishna, R. *Tetrahedron Lett.*, **2011**, *52*, 3460.
46. González, L. Tesis de Licenciatura: *Síntesis de sulfuros empleando un proceso de descomposición catalítica de compuestos diazocarbonilos con cloruro de indio como catalizador y un mercaptano*. Facultad de Química, UNAM, 2012.
47. Ranu B. *Org Lett.*, **2003**, *5*, 1439.
48. Baba A. *Tetrahedron Letters*, **2000**, *41*, 113.
49. Pellicciari, R.; Padwa A. *J. Am. Chem. Soc.*, **1996**, *118*, 1.

APÉNDICES

A 1. SECCIÓN EXPERIMENTAL

A 1.1 Reactivos

Todos los disolventes empleados en las reacciones se destilaron al momento de emplearlos. El tolueno usando sodio/benzofenona y el CH_2Cl_2 de hidruro de calcio.

Los diazocompuestos, a excepción del trimetilsilildiazometano, se sintetizaron siguiendo los procedimientos descritos por Doyle⁵⁵.

El trimetilsilildiazometano, el bencenoselenol, las sales de indio (III) y el cloroformo deuterado utilizado en las espectroscopias, se adquirieron de Sigma-Aldrich®.

Los disolventes hexano y acetato de etilo, empleados durante la purificación fueron de grado reactivo.

A 1.2 Materiales

Se utilizaron cromatofolios de aluminio de gel de sílice 60 Merck G. F. -254 para monitorear seguir el curso de las reacciones por cromatografía en capa fina utilizando una lámpara de radiación ultravioleta.

La purificación de los productos se realizó en cromatografía en columna utilizando gel de sílice 0.040-0.063 mm (malla 230-400 ASTM) como fase estacionaria.

A 1.3 Procedimiento general de síntesis

Todas las reacciones se efectuaron dentro de un sistema cerrado y bajo atmósfera inerte, para ello se empleó un tubo Schlenk y una línea doble de vacío/argón. Lo primero en introducir dentro del tubo, si era el caso, fue el catalizador, para asegurar la ausencia de humedad se aplicó una corriente de aire caliente al exterior del tubo durante 5 minutos. En el momento en el que la temperatura del sistema fue igual al del ambiente se inyectaron 5 mL de CH_2Cl_2 (4 mL si había que disolver posteriormente algún reactivo sólido), después se adicionó, mediante una jeringa, la cantidad indicada de bencenoselenol e inmediatamente se agregó el diazocompuesto utilizando una jeringa (si el diazocompuesto era sólido se disolvía en 1 mL de CH_2Cl_2 y luego se inyectaba). La reacción se detenía una vez consumido el diazocompuesto o cuando su cantidad permaneció constante.

Cada producto se purificó mediante cromatografía en columna.

A 1.4 Caracterización de los productos

Los espectros de ^1H R.M.N. y ^{13}C R.M.N. se hicieron a temperatura ambiente, en un espectrómetro marca JEOL modelo Eclipse-300 y en un espectrómetro marca Varian modelo Gemini-200. Los espectros de I.R. se hicieron en solución (CHCl_3) o película en un espectrómetro FT-I.R. marca Nicolet Magna 750. Los espectros de masas se realizaron en un espectrómetro marca JEOL modelo JMS-AX505HA. Para definir los desplazamientos químicos (δ ppm) y describir la multiplicidad se utilizaron las abreviaturas siguientes: s = señal simple. d = señal doble. t = señal triple. c = señal cuádruple. m = señal múltiple.

A 1.5 Productos

2-fenilselanil-acetato de etilo.- El selenuro (**3**) se obtuvo de diazoacetato de etilo (**1**) y bencenoselenol (**2**), con un rendimiento del 97.40 %, como un aceite amarillo. Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 95:5.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 400 MHz) δ (ppm) 1.185-1.220 (t, 3H, CH_3), 3.515 (s, 2H, CH_2), 4.104-4.157(c, 2H, CH_2), 7.280-7.614 (m, 5H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 100 MHz) δ (ppm) 14.02 (CH_3); 27.59, 61.29 (CH_2); 127.83, 129.14, 133.43, 134.96 (Ar); 170.87 (C=O).

E.M. [m/z (a.r.)]: 244 [M^+] (50), 199 [$\text{M}-\text{OCH}_2\text{CH}_5^+$] (10), 171 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}_5^+$] (72), 157 [$\text{M}-\text{CH}_2(\text{C}=\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}_5^+$] (57), 77 [$\text{M}-\text{SeCH}_2(\text{C}=\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}_5^+$] (30).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3075.97-3019.84, 1579.44, 1477.74 (carbonos insaturados aromáticos); 2990.62-2873.09 (carbonos saturados); 1726.18 (C=O); 1268.57, 1109.62 (éster).

H.R.M.S: $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{Se}$ calculado 244.0003, experimental 244.0003.

2-fenilselanil-acetato de fenilo.- El selenuro (**6**) se obtuvo de diazoacetato de fenilo (**4**) y bencenoselenol (**2**), con un rendimiento del 97.40 %, como un aceite amarillo.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 99:1.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 400 MHz) δ (ppm) 3.694 (s, 2H, CH_2), 6.971-7.681(m, 10H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 100 MHz) δ (ppm) 27.39 (CH_2); 121.26, 125.92, 128.17, 128.76, 129.29, 129.37, 133.84, 150.64 (Ar); 169.40 (C=O).

E.M. [m/z (a.r.)]: 292 [M^+] (87), 198 [$\text{M}-\text{OC}_6\text{H}_5^+$] (89), 171 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{OC}_6\text{H}_5^+$] (100), 157 [$\text{M}-\text{CH}_2(\text{C}=\text{O})\text{OC}_6\text{H}_5^+$] (45), 91 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_2\text{SeC}_6\text{H}_5^+$] (65), 77 [$\text{M}-\text{SeCH}_2(\text{C}=\text{O})\text{OC}_6\text{H}_5^+$] (29).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3059.28, 1592.85, 1491.02, 739.22, 691.35 (carbonos insaturados aromáticos); 1748.05 (C=O); 1242.30, 1094.77 (éster).

H.R.M.S: $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{Se}$ calculado 292.0003, experimental 292.0008.

2-fenilselanil-acetato de bencilo.- El selenuro (**7**) se obtuvo de diazoacetato de bencilo (**5**) y bencenoselenol (**2**), con un rendimiento del 77.62 %.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 99:1.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 300 MHz) δ (ppm) 3.544 (s, 2H, CH_2), 5.098 (s, 2H, CH_2), 7.208-7.579(m, 10H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 75 MHz) δ (ppm) 27.688, 67.248 (CH_2); 128.091, 128.473, 128.717, 129.236, 129.389, 133.710, 135.695 (Ar); 170.903 (C=O).

E.M. [m/z (a.r.)]: 306 $[\text{M}]^+$ (61), 229 $[\text{M}-\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (5), 199 $[\text{M}-\text{OCH}_2\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (3), 171 $[\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{OCH}_2\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (25), 157 $[\text{M}-\text{CH}_2(\text{C}=\text{O})\text{OCH}_2\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (10), 105 $[\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_2\text{SeC}_6\text{H}_5]^+$ (10), 91 $[\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_2\text{OSeC}_6\text{H}_5]^+$ (100), 77 $[\text{M}-\text{SeCH}_2(\text{C}=\text{O})\text{OCH}_2\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (9).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3061.30, 3033.26, 1592.85, 1491.02, 737.67, 693.85 (carbonos insaturados aromáticos); 2953.24 (carbonos saturados) 1748.05 (C=O); 1242.30, 1094.77 (éster).

H.R.M.S: $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{Se}$ calculado 306.0159, experimental 306.0159.

trimetil(fenilselanil)metilsilano.- El selenuro (**10**) se obtuvo de trimetilsilildiazometano (**8**) y bencenoselenol (**2**), con un rendimiento del 94.87 %, como un aceite amarillo.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 99:1.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 300 MHz) δ (ppm) 0.135 (s, 9H, CH_3), 2.140 (s, 2H, CH_2) 7.134-7.463(m, 5H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 75 MHz) δ (ppm) -0.973 (CH_3); 12.219 (CH_2); 126.089, 129.096, 130.409, 133.494 (Ar).

E.M. [m/z (a.r.)]: 244 $[\text{M}]^+$ (35), 229 $[\text{M}-\text{CH}_3]^+$ (55), 213 $[\text{M}-2\text{CH}_3]^+$ (36), 199 $[\text{M}-3\text{CH}_3]^+$ (5), 157 $[\text{M}-\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_3]^+$ (10), 73 $[\text{M}-\text{CH}_2\text{SeC}_6\text{H}_5]^+$ (65).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3074.83, 1579.07, 1477.08 (carbonos insaturados aromáticos); 2957.06-2855.32, 1437.71, 1381.44 (carbonos saturados)

H.R.M.S: $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{SiSe}$ calculado 244.0186, experimental 244.0186.

bencil(fenil)selano.- El selenuro (**11**) se obtuvo de diazoacetato de bencilo (**9**) y bencenoselenol (**2**), con un rendimiento del 57.61 %.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 300 MHz) δ (ppm) 4.102 (s, 2H, CH_2) 7.153-7.480 (m, 10H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 75 MHz) δ (ppm) 32.427 (CH_2); 127.044, 127.487, 128.616, 129.044, 129.166, 130.617, 133.747, 138.816(Ar).

E.M. [m/z (a.r.)]: 248 $[\text{M}]^+$ (18), 152 $[\text{M}-\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (7), 91 $[\text{M}-\text{SeC}_6\text{H}_5]^+$ (100), 73 $[\text{M}-\text{SeCH}_2\text{C}_6\text{H}_5]^+$ (65).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3058.84, 3027.55, 1578.64, 1493.55, 736.36, 693.13 (carbonos insaturados aromáticos); 2933.57, 1452.44 (carbonos saturados)

H.R.M.S: $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{Se}$ calculado 248.0104, experimental 248.0100.

1-(4-bromofenil)etanona.- La cetona (**15**) se obtuvo de 1-(4-bromofenil)-2-diazoetanona (**14**) con un rendimiento del 88.29 %, como sólido cristalino de color beige.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 99:1.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 400 MHz) δ (ppm) 2.583 (s, 3H, CH_3) 7.587-7.834 (m, 4H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 75 MHz) δ (ppm) 26.49 (CH_3); 128.27, 129.81, 131.87, 135.82 (Ar); 196.95($\text{C}=\text{O}$).

E.M. [m/z (a.r.)]: 198 $[\text{M}]^+$ (24), 183 $[\text{M}-\text{CH}_3]^+$ (70), 155 $[\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_3]^+$ (21), 119 $[\text{M}-\text{Br}]^+$ (2), 44 $[\text{M}-\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}]^+$ (7).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3100-3000, 1586.43, 1482.02, 824.03 (carbonos insaturados aromáticos); 2922.05, 2852.43, 1360.21 (carbonos saturados); 1674.76 ($\text{C}=\text{O}$).

A.E.: $\text{C}_8\text{H}_7\text{BrO}$ teórico 48.27% C, 3.54% H; experimental 48.22% C, 3.17% H

1-(3,4,5-trimetoxifenil)etanona.- La cetona (**17**) se obtuvo de 1-(3,4,5-trimetoxifenil)-2-diazoetanona (**16**) con un rendimiento del 89.81 %, como sólido cristalino de color blanco.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 8:2.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 400 MHz) δ (ppm) 2.590 (s, 3H, CH_3), 3.925 (s, 9H, CH_3) 7.219 (s, 2H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 100 MHz) δ (ppm) 26.39 (CH_3); 56.27 (CH_3); 60.90 (CH_3); 105.82, 132.42, 142.62, 153.01 (Ar); 196.85($\text{C}=\text{O}$).

E.M. [m/z (a.r.)]: 210 $[\text{M}]^+$ (59), 195 $[\text{M}-\text{CH}_3]^+$ (100), 179 $[\text{M}-\text{OCH}_3]^+$ (4), 167 $[\text{M}-\text{C}=\text{OCH}_3]^+$ (10), 152 $[\text{M}-\text{C}=\text{OCH}_3-\text{CH}_3]^+$ (15), 137 $[\text{M}-\text{C}=\text{OCH}_3-2\text{CH}_3]^+$ (12), 43 $[\text{M}-\text{C}_6\text{H}_2(\text{OCH}_3)_3]^+$ (6).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3094.99-3007.90 (carbonos insaturados); 2967.06-2839.75 (carbonos saturados); 1678.88 ($\text{C}=\text{O}$).

H.R.M.S: $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_4$ calculado 210.0892, experimental 210.0896.

1-(4-nitrofenil)etanona.- La cetona (**19**) se obtuvo de 1-(4-nitrofenil)-2-diazoetanona (**18**) con un rendimiento del 69.61 %, como sólido cristalino de color amarillo claro.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 99:1.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 400 MHz) δ (ppm) 2.692 (s, 3H, CH_3), 8.105-8.338 (m, 4H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 100 MHz) δ (ppm) 26.94 (CH_3); 123.82, 129.27, 141.35, 150.33 (Ar); 196.26 ($\text{C}=\text{O}$).

E.M. [m/z (a.r.)]: 165 $[\text{M}]^+$ (15), 150 $[\text{M}-\text{CH}_3]^+$ (100), 120 $[\text{M}-\text{NO}_2]^+$ (13), 104 $[\text{M}-\text{CH}_3-\text{NO}_2]^+$ (38), 76 $[\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_3-\text{NO}_2]^+$ (12), 43 $[\text{M}-\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2]^+$ (8).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3109.92-3006.12 (carbonos insaturados); 2923.78, 2852.84 (carbonos saturados); 1696.40 ($\text{C}=\text{O}$), 1528.18, 1346.71, 857.44. (NO_2).

A.E.: $\text{C}_8\text{H}_7\text{NO}_3$ teórico 58.18% C, 4.27% H, 8.48% N; experimental 58.01% C, 4.39% H, 8.57% N.

1-(4-metoxifenil)etanona.- La cetona (**21**) se obtuvo de 1-(4-metoxifenil)-2-diazoetanona (**20**) con un rendimiento del 84.54 %, como sólido cristalino de color blanco.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 95:5.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 300 MHz) δ (ppm) 2.553 (s, 3H, CH_3), 3.867 (s, 3H, CH_3), 6.916-7.951 (m, 4H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 75 MHz) δ (ppm) 25.504 (CH_3); 55.636 (CH_3); 113.853, 130.770, 163.673 (Ar); 196.957 (C=O).

E.M. [m/z (a.r.)]: 150 [M] $^+$ (41), 135 [$\text{M}-\text{CH}_3$] $^+$ (100), 121 [$\text{M}-\text{OCH}_3$] $^+$ (3), 107 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_3$] $^+$ (10), 92 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_3-\text{CH}_3$] $^+$ (14), 77 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_3-\text{OCH}_3$] $^+$ (20), 43 [$\text{M}-\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$] $^+$ (4).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3005.63 (carbonos insaturados); 2963.05-2841.63 (carbonos saturados); 1676.13 (C=O).

A.E.: $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2$ teórico 71.98% C, 6.71% H; experimental 71.37% C, 6.19% H.

1-(*p*-tolil)etanona.- La cetona (**23**) se obtuvo de 1-(*p*-tolil)-2-diazoetanona (**22**) con un rendimiento del 67.00 %, como sólido cristalino de color blanco.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 99:1.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 300 MHz) δ (ppm) 2.415 (s, 3H, CH_3), 2.581 (s, 3H, CH_3), 7.248-7.880 (m, 4H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 75 MHz) δ (ppm) 21.853 (CH_3); 26.739 (CH_3); 128.669, 129.463, 134.944, 144.105 (Ar); 198.108 (C=O).

E.M. [m/z (a.r.)]: 134 [M] $^+$ (32), 119 [$\text{M}-\text{CH}_3$] $^+$ (100), 91 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_3$] $^+$ (58).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3032.50, 3003.60 (carbonos insaturados); 2922.67, 2869.91 (carbonos saturados); 1681.66 (C=O).

A.E.: $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$ teórico 80.56% C, 7.51% H; experimental 80.02% C, 7.59% H.

1-fenilpropan-2-ona.- La cetona (**25**) se obtuvo de 1-diazo-3-fenilpropan-2-ona (**24**) con un rendimiento del 69.46 %.

Para la purificación por cromatografía de flash se utilizó un sistema de disolventes hexano/acetato de etilo 95:5.

^1H R.M.N.: (CDCl_3 , 300 MHz) δ (ppm) 2.417 (s, 3H, CH_3), 3.692 (s, 3H, CH_2), 7.179-7.365 (m, 5H, ArH).

^{13}C R.M.N.: (CDCl_3 , 75 MHz) δ (ppm) 29.441 (CH_3); 51.213 (CH_2); 127.248, 128.943, 129.569, 134.440 (Ar); 206.612 (C=O).

E.M. [m/z (a.r.)]: 134 [M] $^+$ (52), 91 [$\text{M}-(\text{C}=\text{O})\text{CH}_3$] $^+$ (100), 43 [$\text{M}-\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$] $^+$ (32).

I.R.: (sol/ CHCl_3 , cm^{-1}) 3062.77, 3030.11, 1601.25, 1495.48, 735.32, 698.81 (carbonos insaturados); 2956.68-2853.45 (carbonos saturados); 1715.70 (C=O).

A.E.: $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$ teórico 80.56% C, 7.51% H; experimental 80.51% C, 7.43% H.

A 2. EVIDENCIA EXPERIMENTAL DE LA CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS

En esta sección se muestran los espectros de ^1H R.M.N., ^{13}C R.M.N., D.E.P.T. e I.R., así como la E.M. y el H.R.M.S (o A.E.) de los productos 3, 10 y 15. Así como los espectros de ^1H R.M.N y ^{13}C R.M.N para los demás selenuros

A 2.1 2-fenilselanyl-acetato de etilo

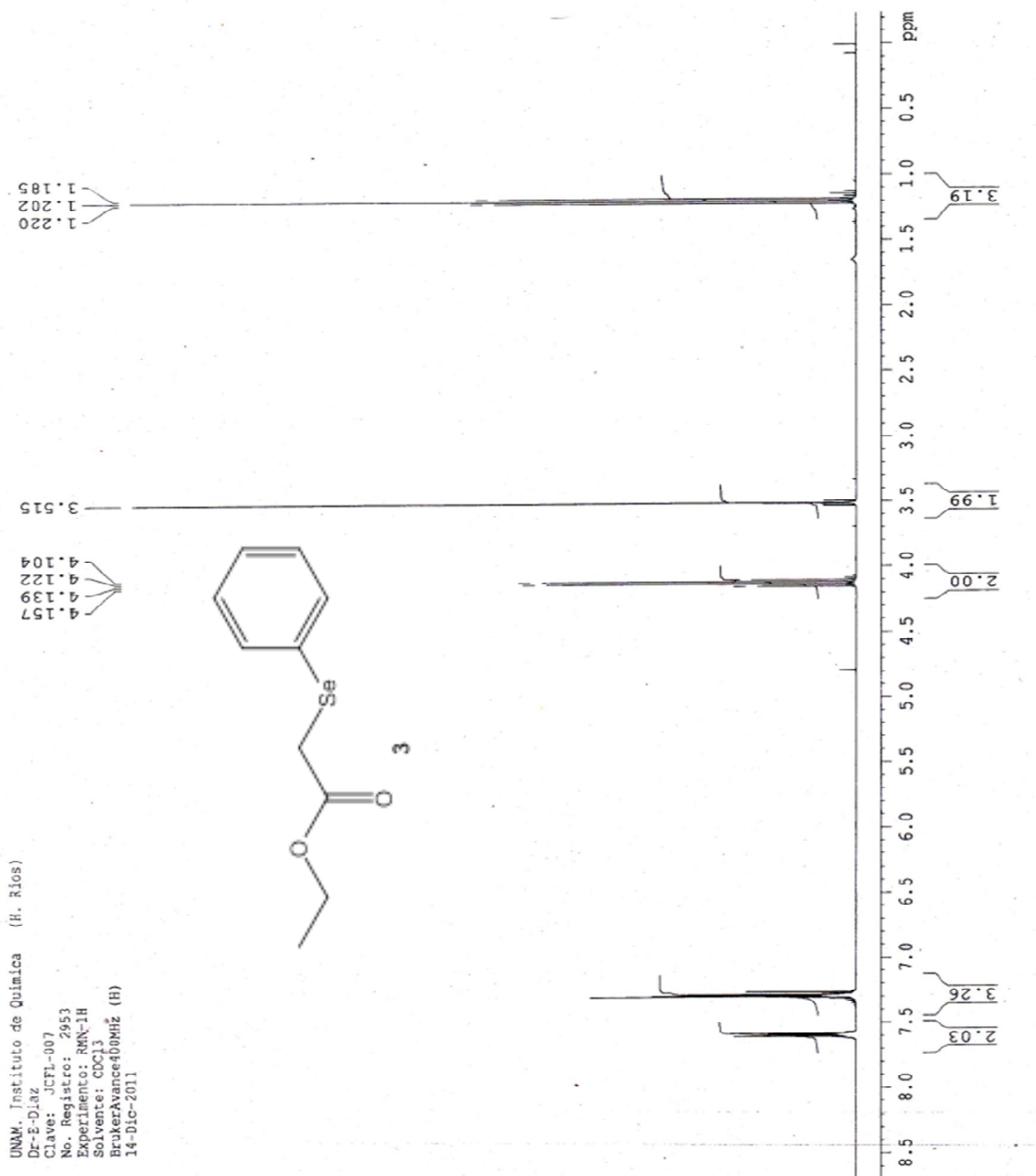


Figura A 1. Espectro de ^1H R.M.N. del selenuro 3.

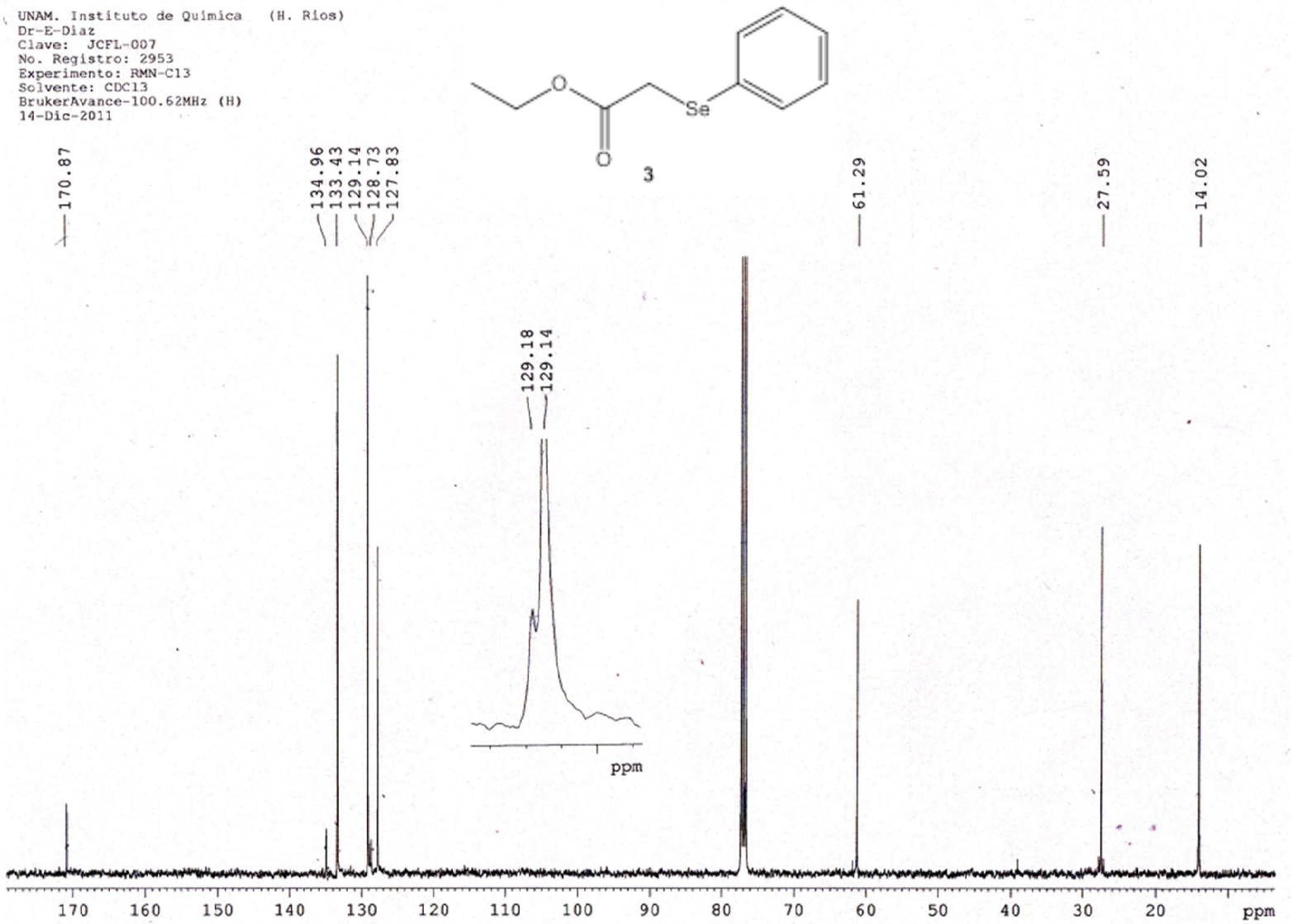


Figura A 2. Espectro de ^{13}C R.M.N. del selenuro 3.

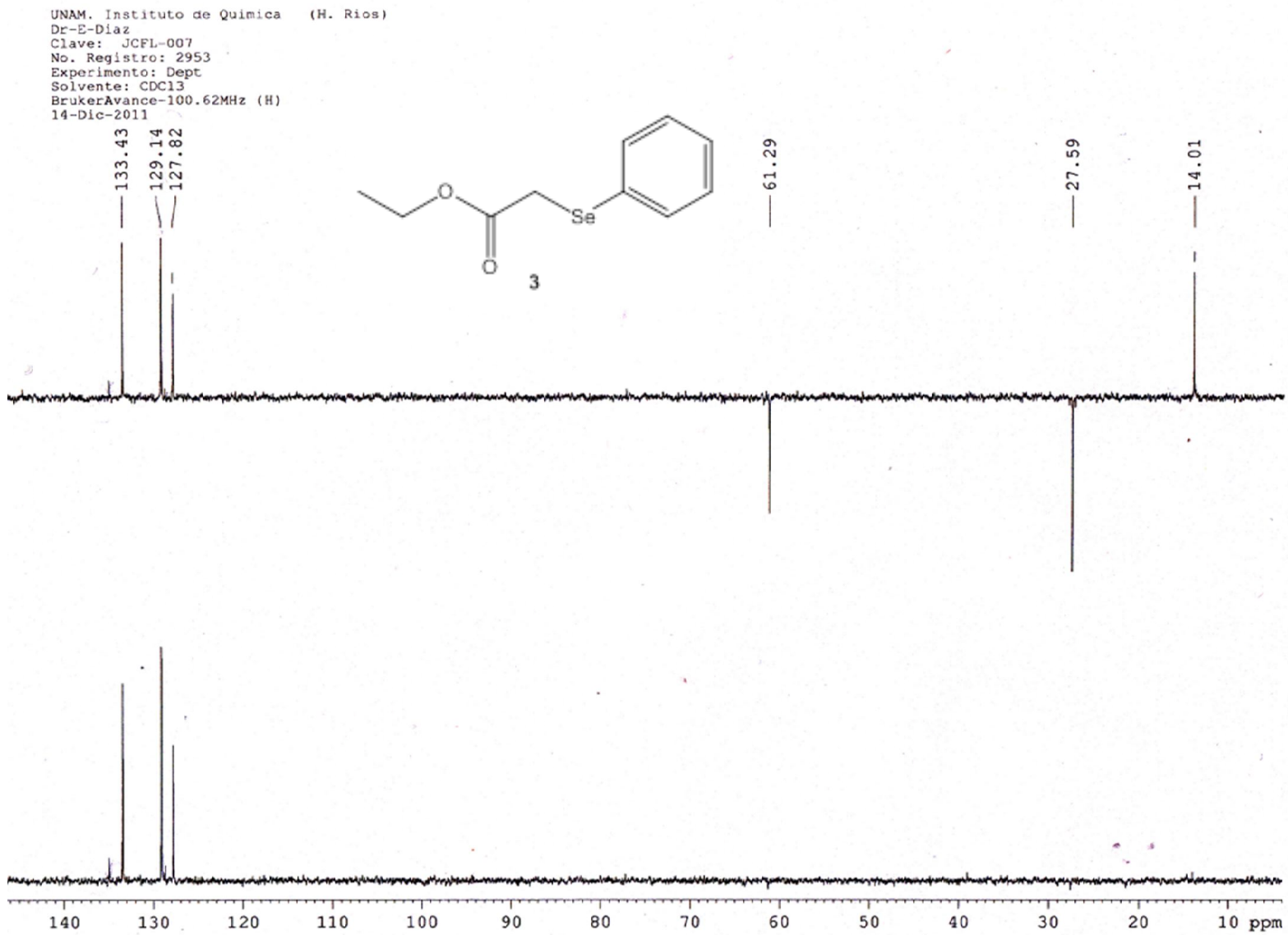
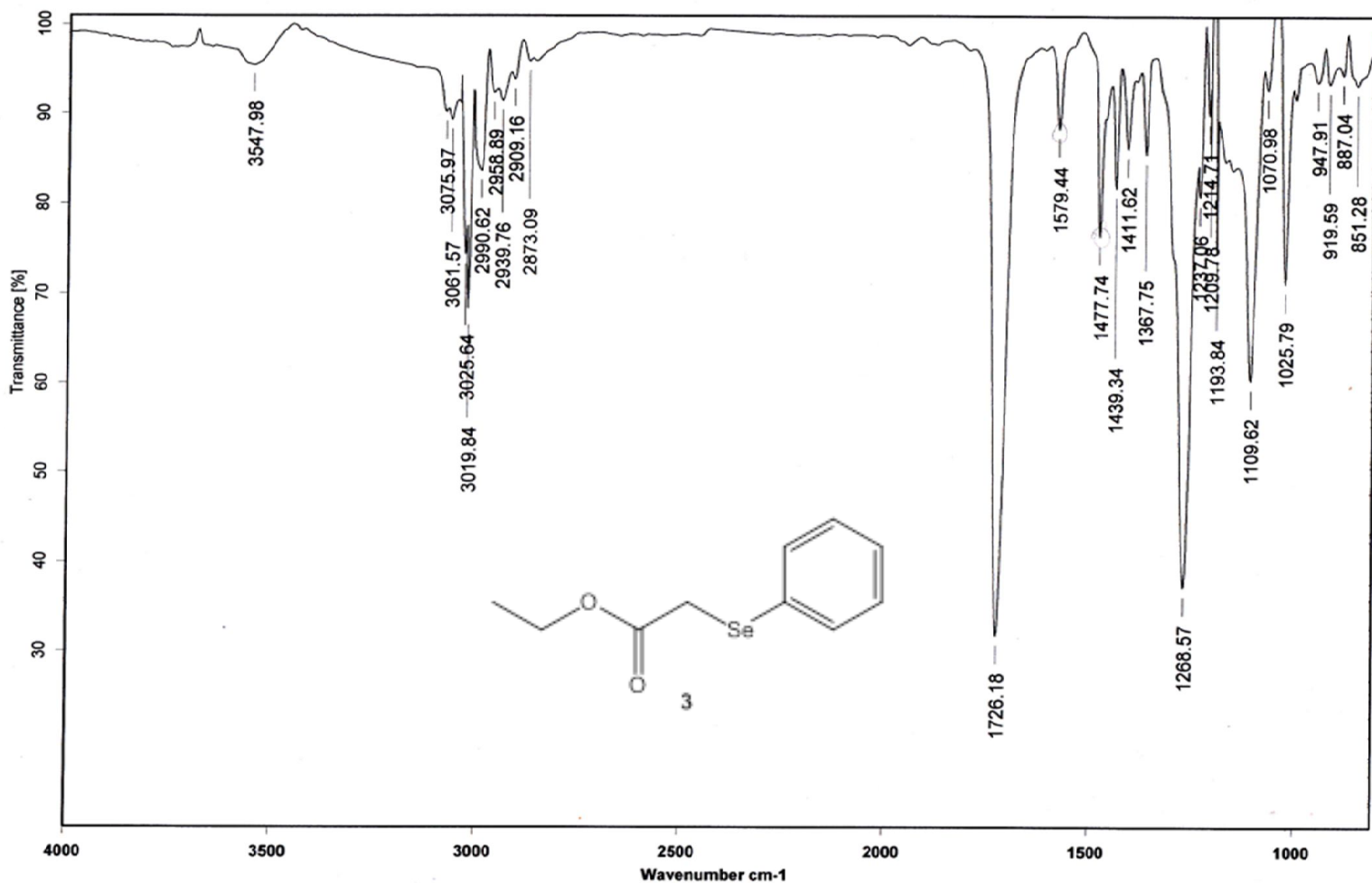


Figura A 3. Espectro D.E.P.T. del selenuro 3.



C:\Infrarrojo\AIR-LEP-IQUI-002_11\2488.0

Dr.E.Diaz

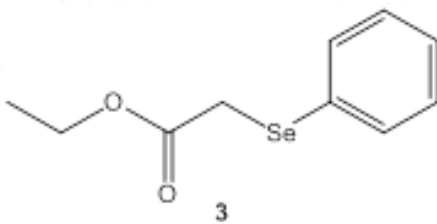
TCFL-007

Sol/CHCl₃

RPM

13/12/2011

Figura A 4. Espectro de I.R. del selenuro 3.



Peso molecular: 243.16

[Mass Spectrum]
 Date : 14-Dec-2011 11:11
 Sample: 2039 JCFL-007 141E Jeol FXS05HR
 Note : Javier Perez
 Inlet : Direct Ion Mode : EI+
 Spectrum Type : Normal Ion [MF-Linear]
 RT : 0.40 min Scan# : (6,14)
 BP : m/z 91.0000 Int. : 36.05
 Output m/z range : 0.0000 to 437.9822

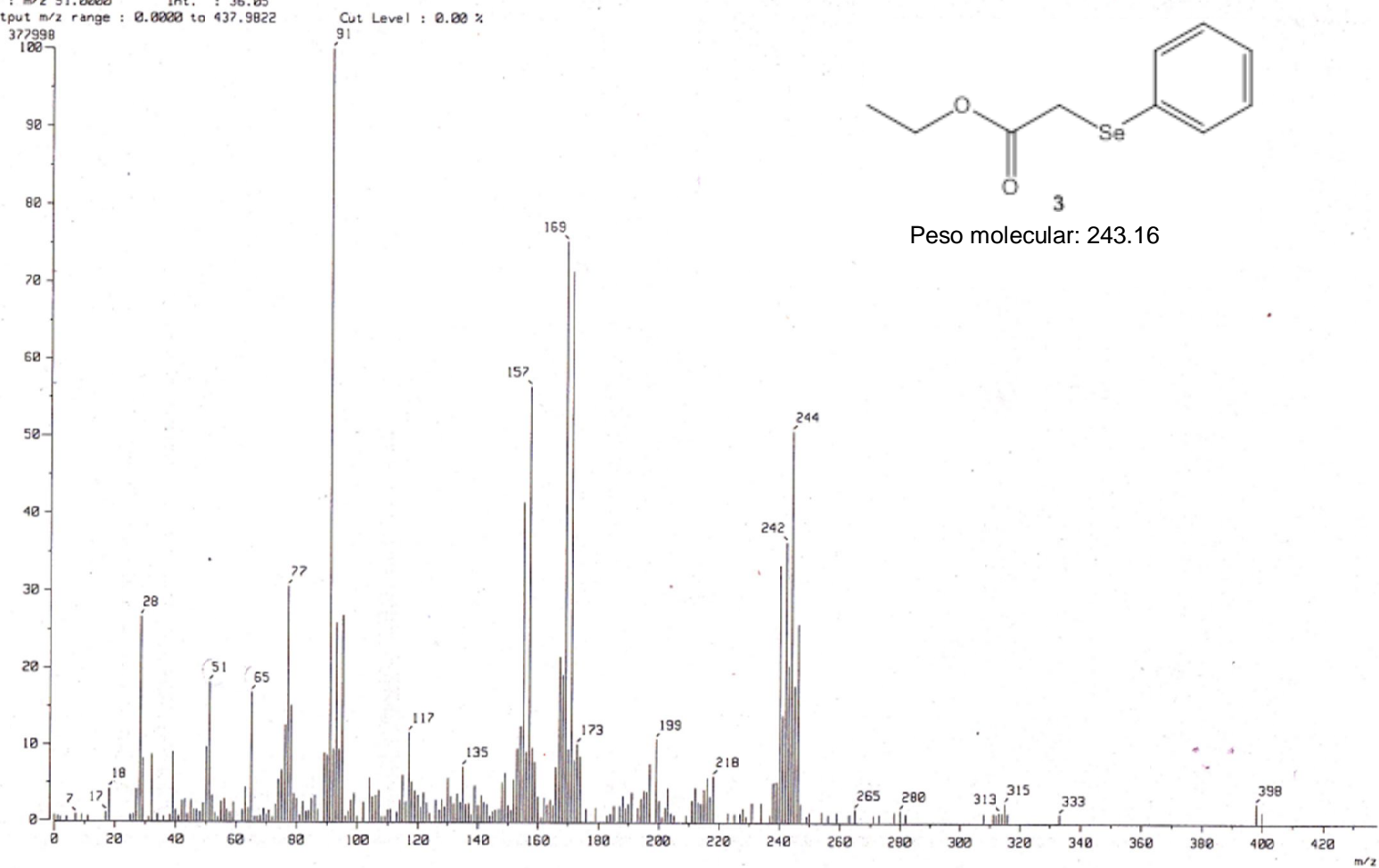


Figura A 5. Espectroscopia de masas del selenuro 3.

[Elemental Composition]

Data : Dr-Eduardo-Diaz021

Date : 21-Feb-2012 12:36

Page: 1

Sample: 066 JCFL-007

Note : Luis-Velasco

Inlet : Direct

Ion Mode : FAB+

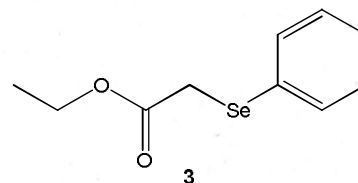
RT : 1.21 min

Scan#: (3,5)

Elements : C 40/0, H 30/0, O 7/0, Se 2/0

Mass Tolerance : 1000ppm, 1mmu if m/z > 1

Unsaturation (U.S.) : 5.0 - 10.0



Observed m/z

Int%

244.0003

23.5

Estimated m/z

Error[ppm]

U.S.

C

H

O

Se

244.0003

+0.2

6.0

10

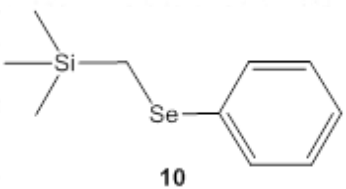
12

2

1

Figura A 6. H.R.M.S del selenuro 3.

A.2.2 trimetil(fenilselaniil)metilsilano



JCFL-023-Hidrogeno-7.jdf
 H RMN, 300 MHz, CDCl3

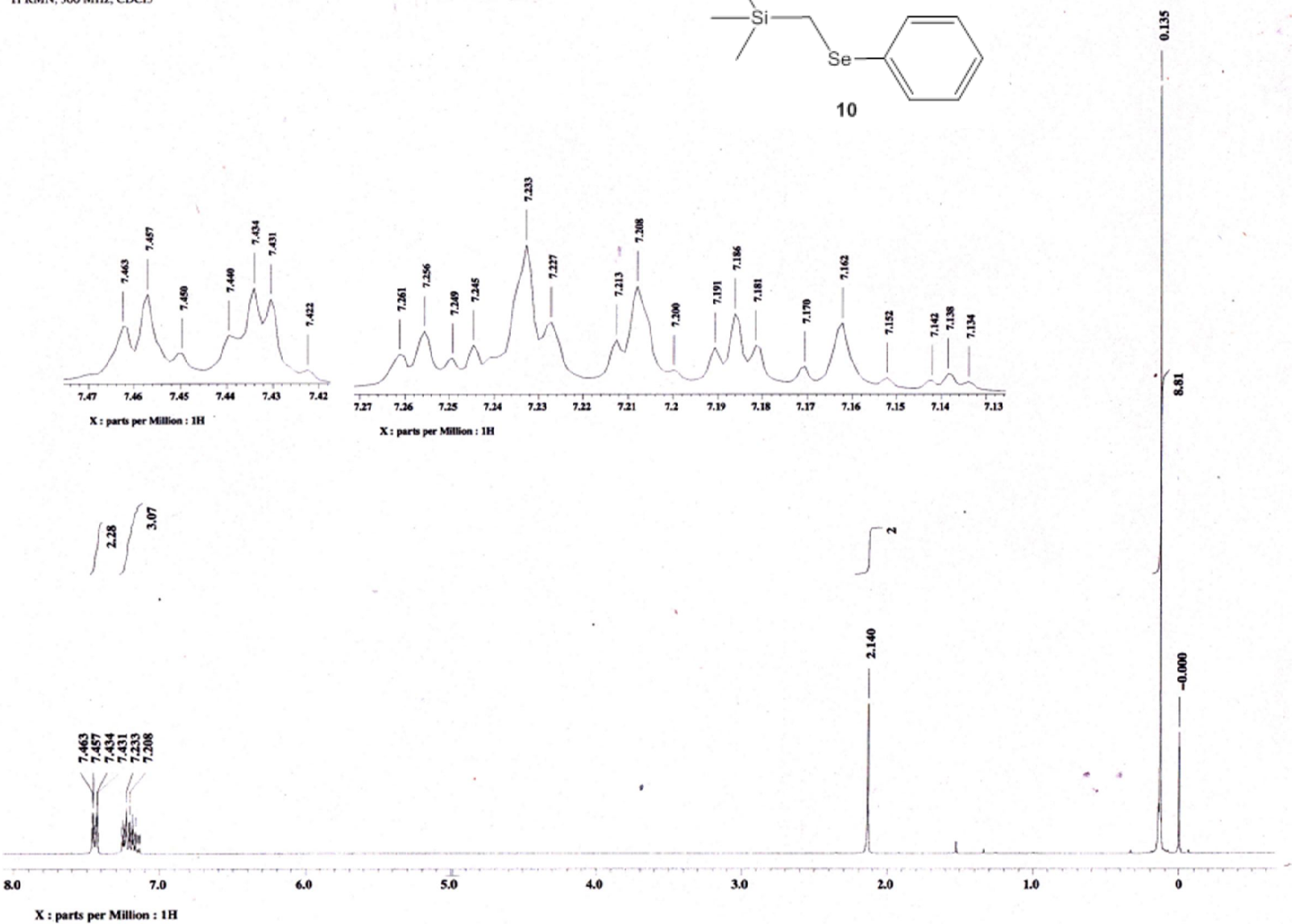


Figura A 7. Espectro de ¹H R.M.N. del selenuro 10.

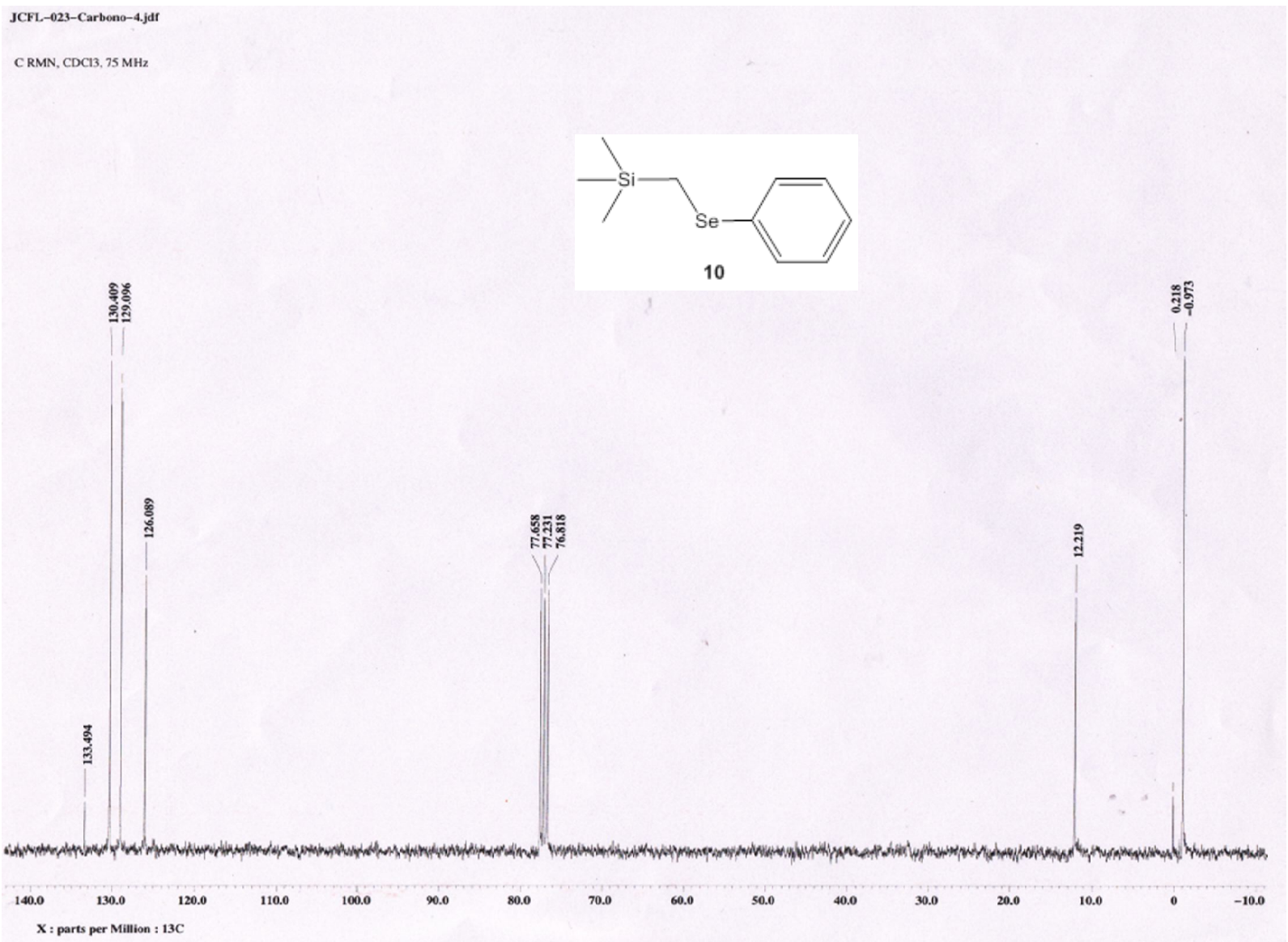


Figura A 8. Espectro de ^{13}C R.M.N. del selenuro 10.

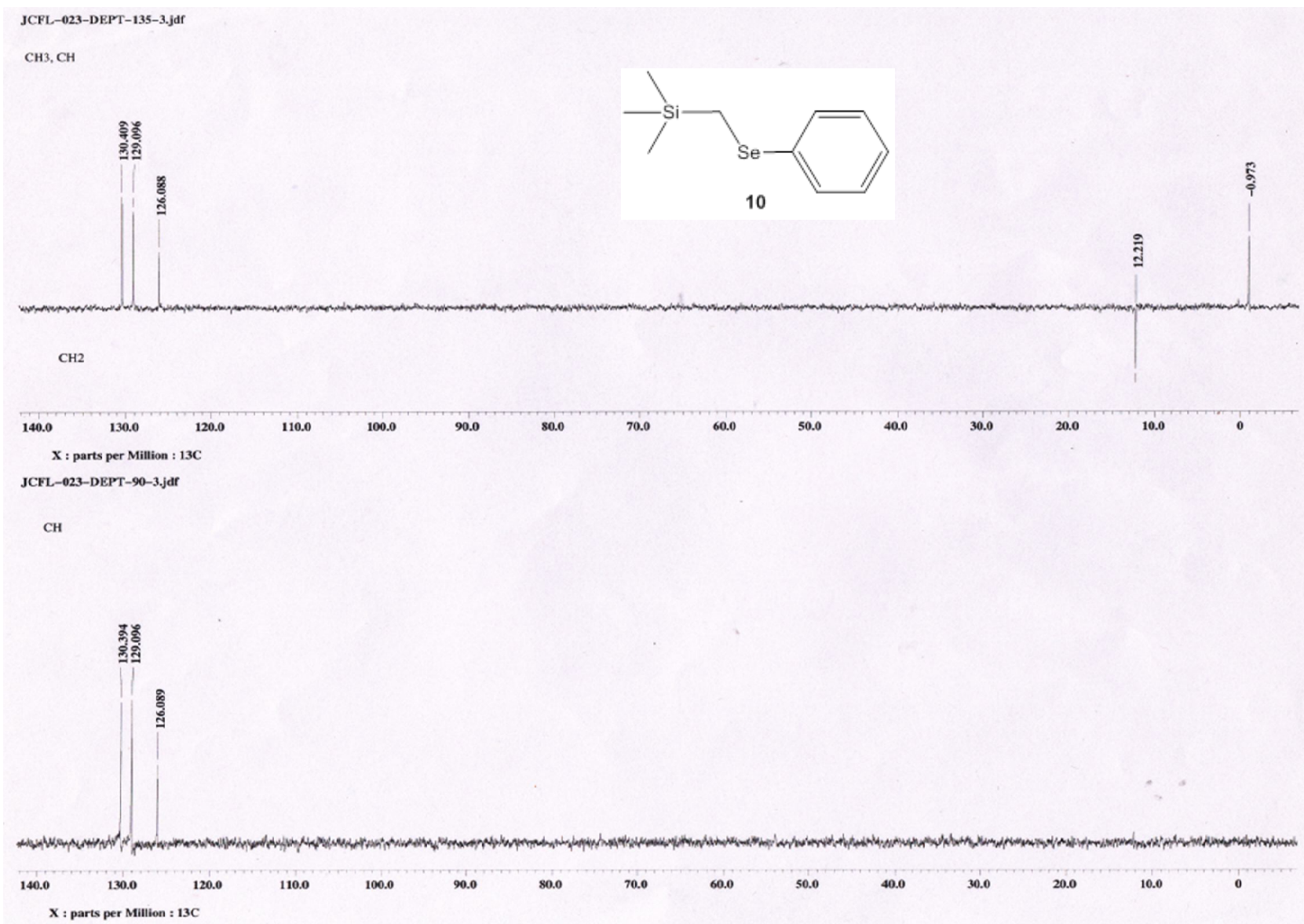
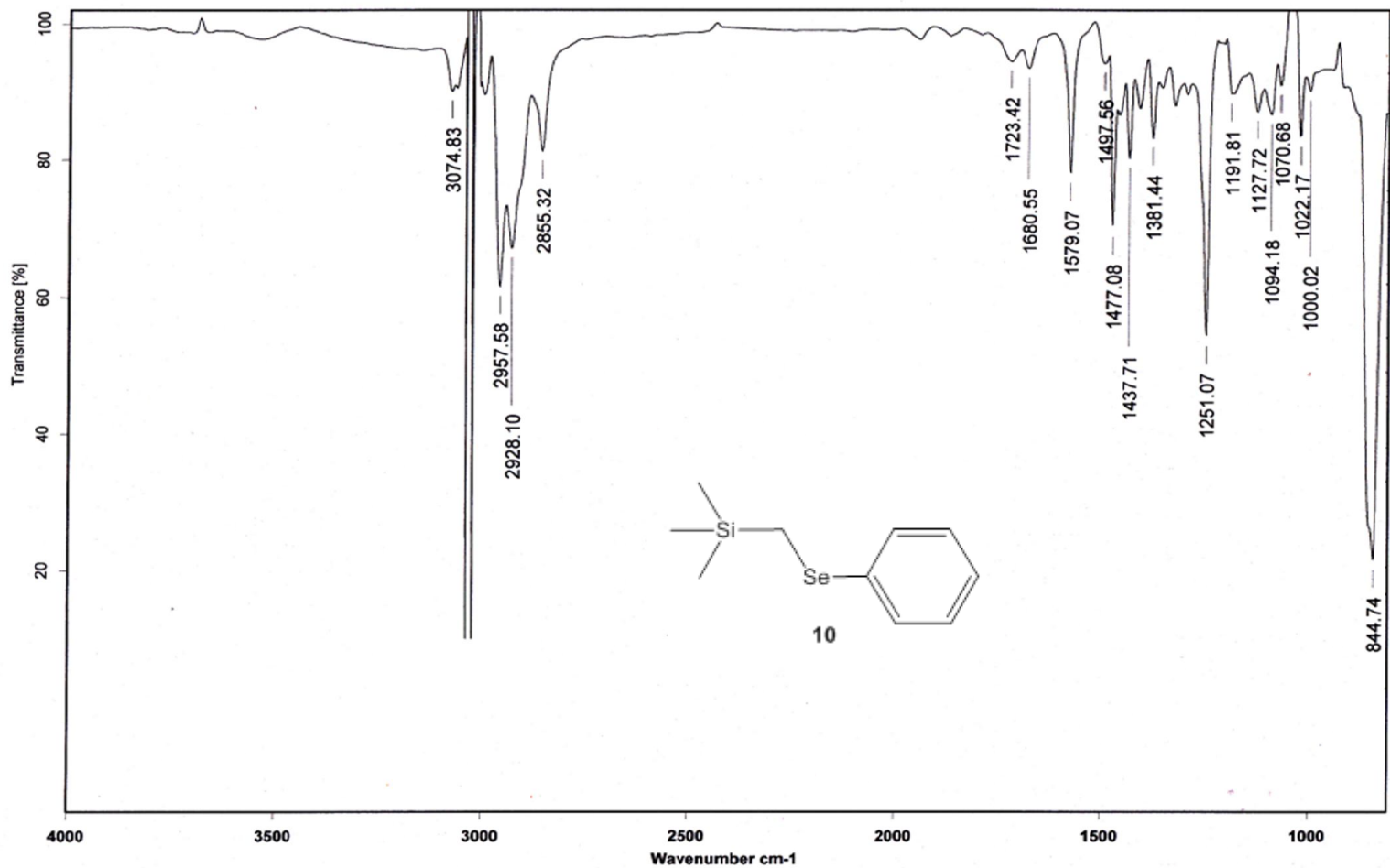


Figura A 9. Espectro D.E.P.T del selenuro 10.



Instituto de Química, UNAM

Laboratorio de Espectroscopía



C:\Infrarrojo\AIR-LEP-IQUI-003_12\514.0

Dr.E.Diaz

JCFL-022

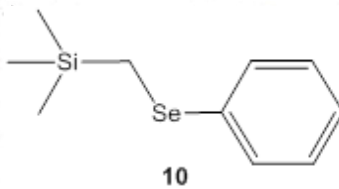
Sol/CHCl₃

RPM

09/03/2012

Figura A 10. Espectro de I.R. del selenuro 10.

[Mass Spectrum]
 Data : Dr-Diaz-Eduardo-037 Date : 14-Mar-2012 16:49
 Sample: 643 JCFL-022 IE18 Jeol FX505HR
 Note : Javier Perez
 Inlet : Direct Ion Mode : EI+
 Spectrum Type : Normal Ion (MF-Linear)
 RT : 0.31 min Scan# : (4,12)
 BP : m/z 135.0000 Int. : 147.54
 Output m/z range : 0.0000 to 436.7953 Cut Level : 0.00 %



Peso molecular: 243.28

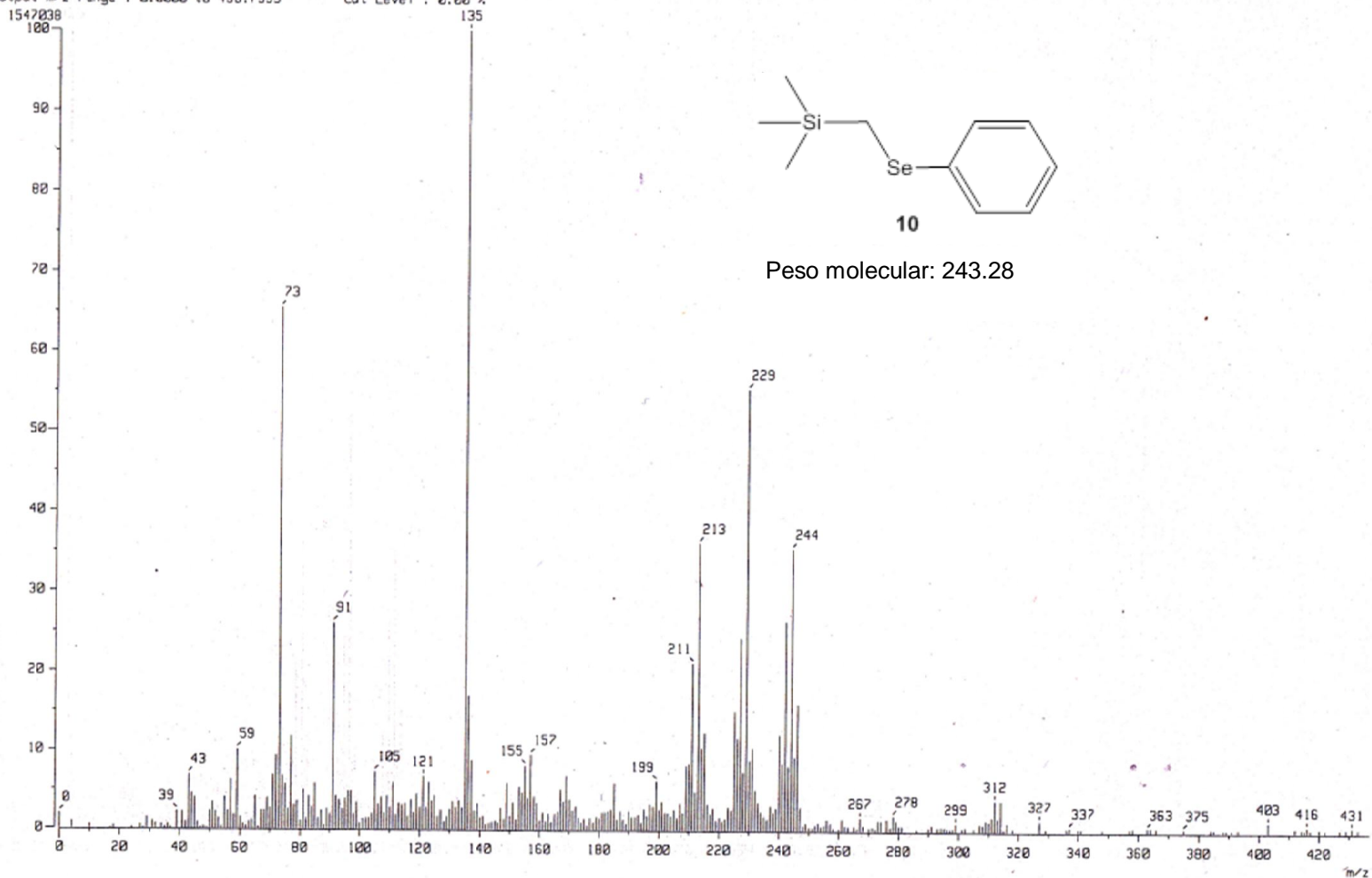


Figura A 11. Espectroscopia de masas del selenuro 10.

[Elemental Composition]

Data : Dr-E-Diaz086

Date : 02-Apr-2012 12:57

Page: 1

Sample: 731

JCFL-022

Note : Luis-Velasco

Inlet : Direct

Ion Mode : FAB+

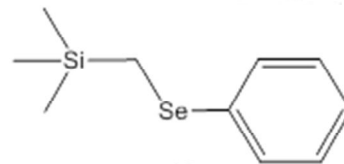
RT : 1.41 min

Scan#: (3,6)

Elements : C 40/0, H 49/0, Si 2/0, Se 2/0

Mass Tolerance : 1000ppm, 4mmu if m/z > 4

Unsaturation (U.S.) : 0.0 - 13.0



Observed m/z	Int%					
244.0187	61.2					
Estimated m/z	Error [ppm]	U.S.	C	H	Si	Se
244.0186	+0.1	5.0	10	16	1	1

Figura A 12. H.R.M.S del selenuro 10.

A.2.3 1-(4-bromofenil)etanon

INSTITUTO DE QUIMICA, UNAM/ E. Huerta
 Dr. E. Diaz
 Clave: JCFL-028
 Disolvente: CDCl₃
 Hidrogeno-1
 Bruker Avance III 400 MHz (H)
 8-05-12
 No. de Registro: 880

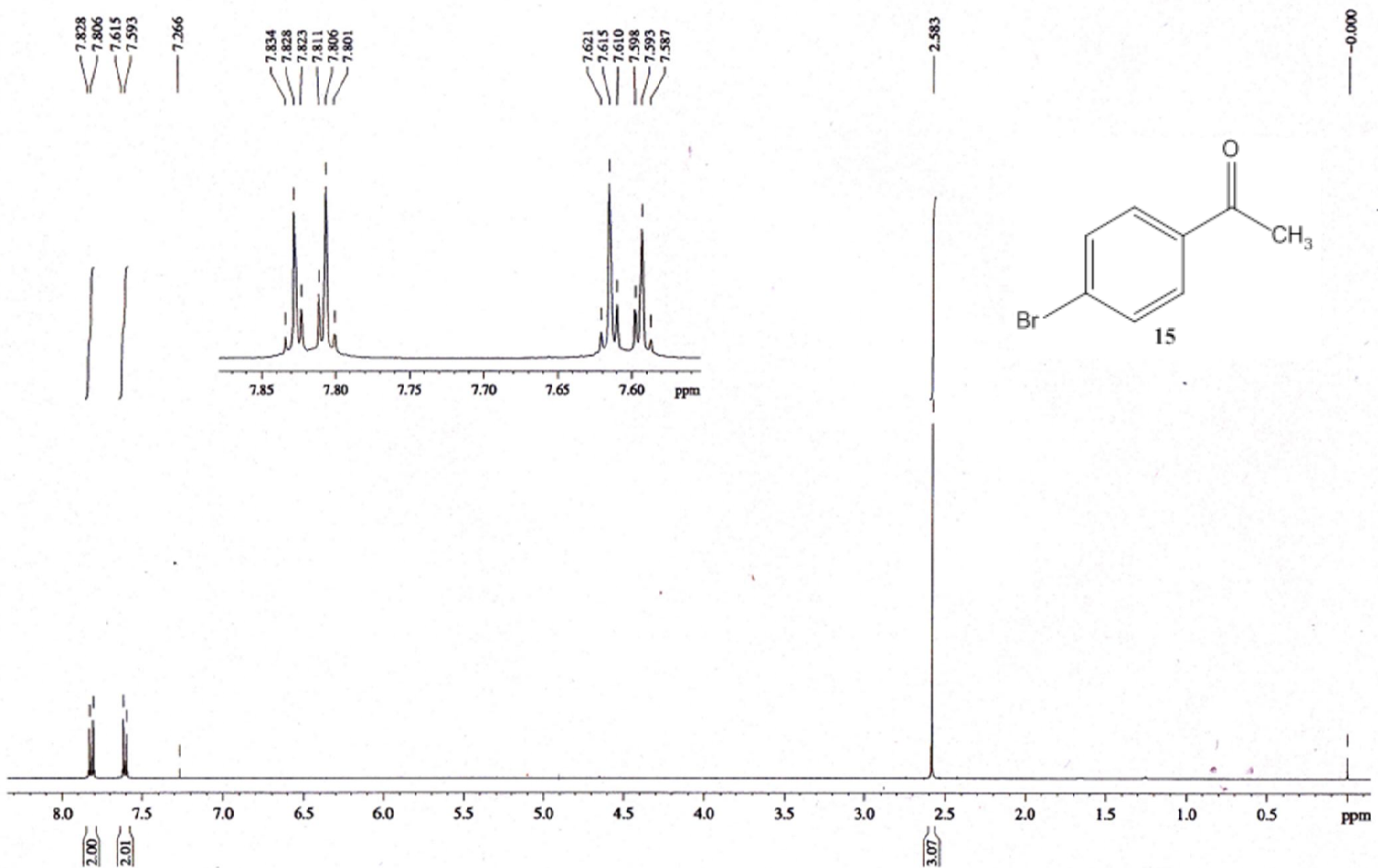


Figura A 13. Espectro de ¹H R.M.N. de la cetona 15.

INSTITUTO DE QUIMICA, UNAM/ E. Huerta
 Dr. E. Diaz
 Clave: JCFL-028
 Disolvente: CDCl₃
 Carbono-13
 Bruker Avance III 400 MHz (H)
 8-05-12
 No. de Registro: 880

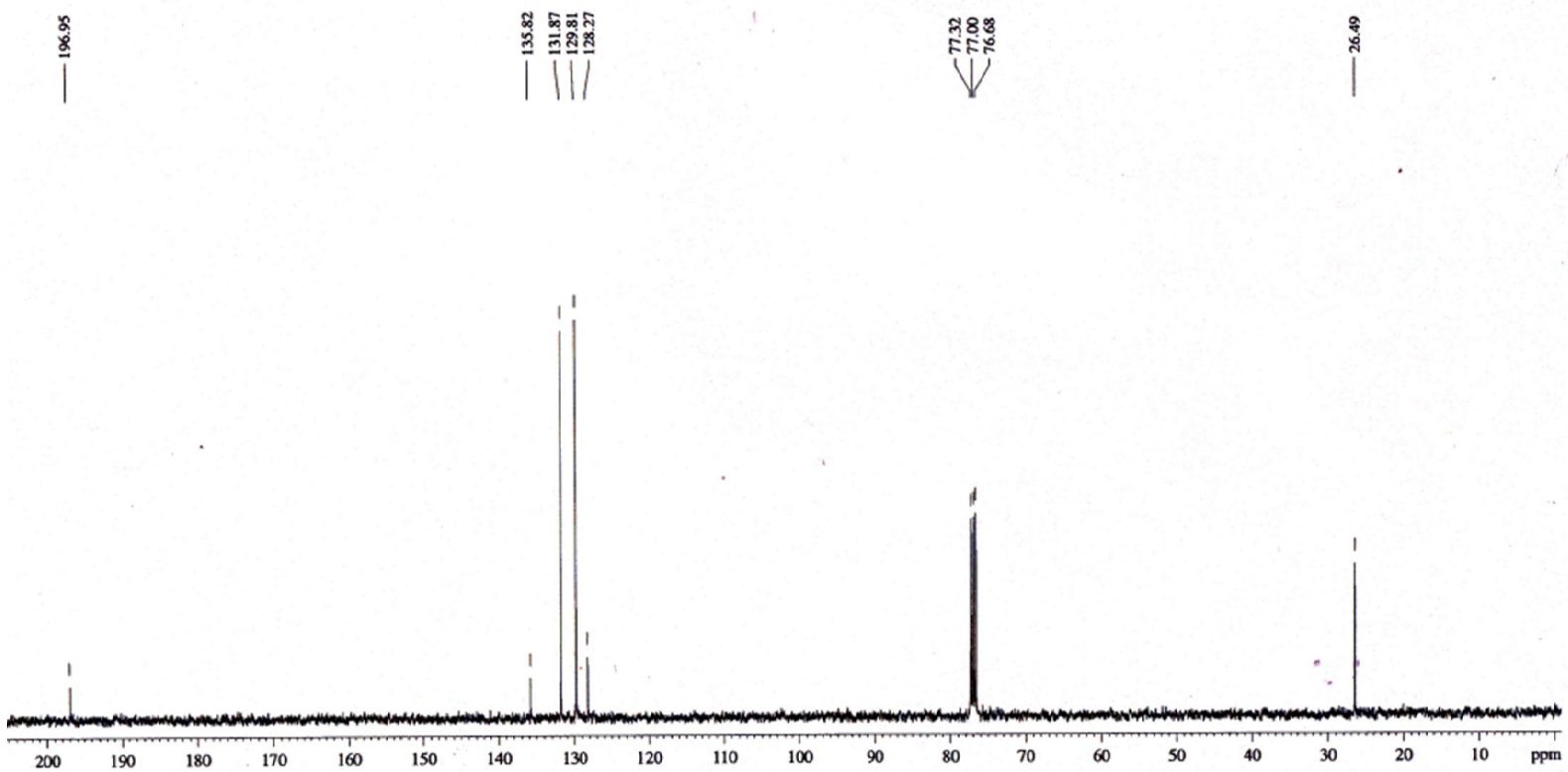
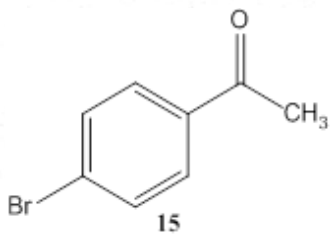


Figura A 14. Espectro de ¹³C R.M.N. de la cetona 15.

INSTITUTO DE QUIMICA, UNAM/ E. Huerta
 Dr. E. Diaz
 Clave: JCFL-028
 Disolvente: CDCl₃
 DEPT135
 Bruker Avance III 400 MHz (H)
 8-05-12
 No. de Registr: 880

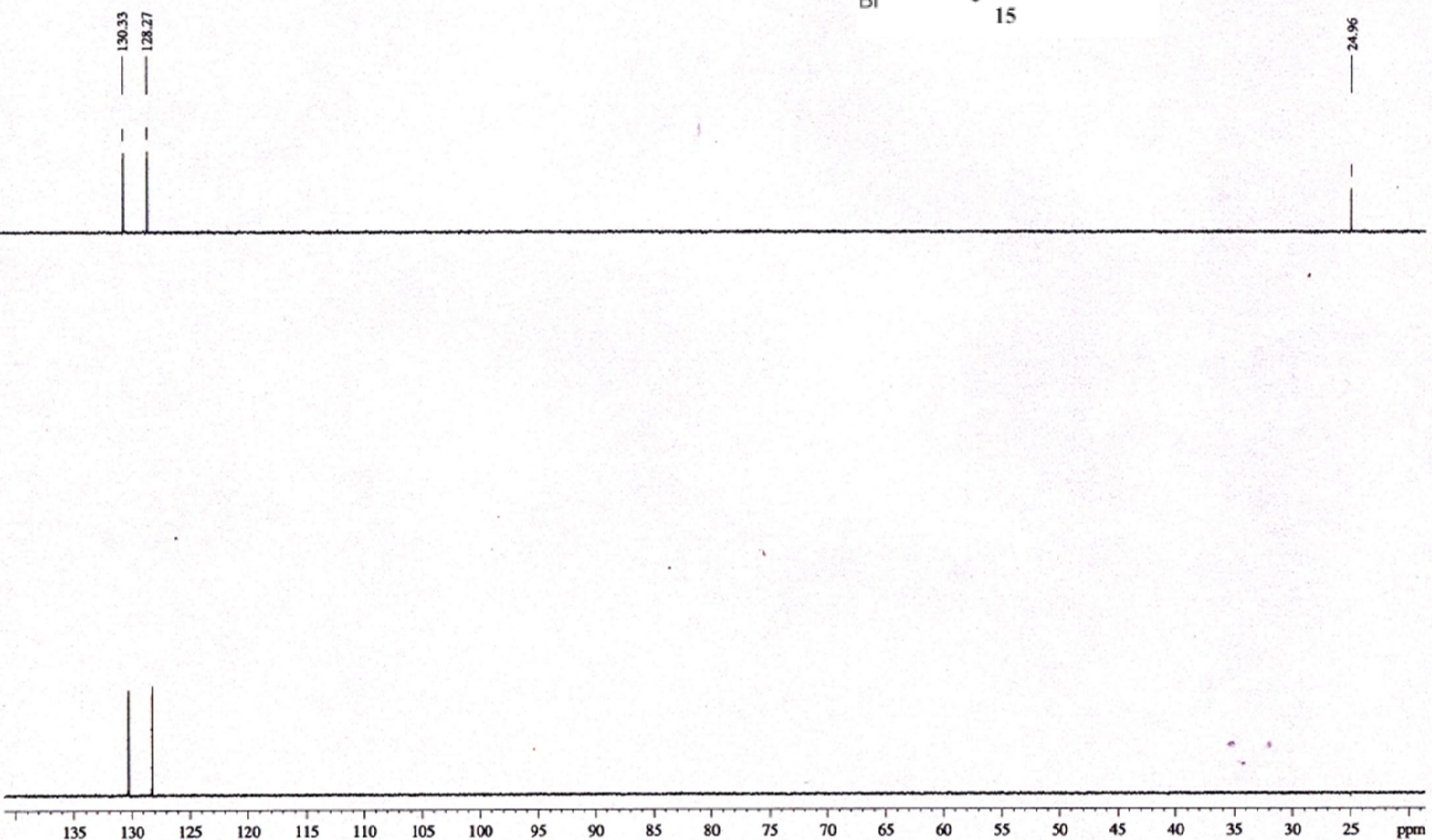
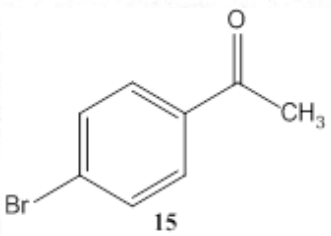
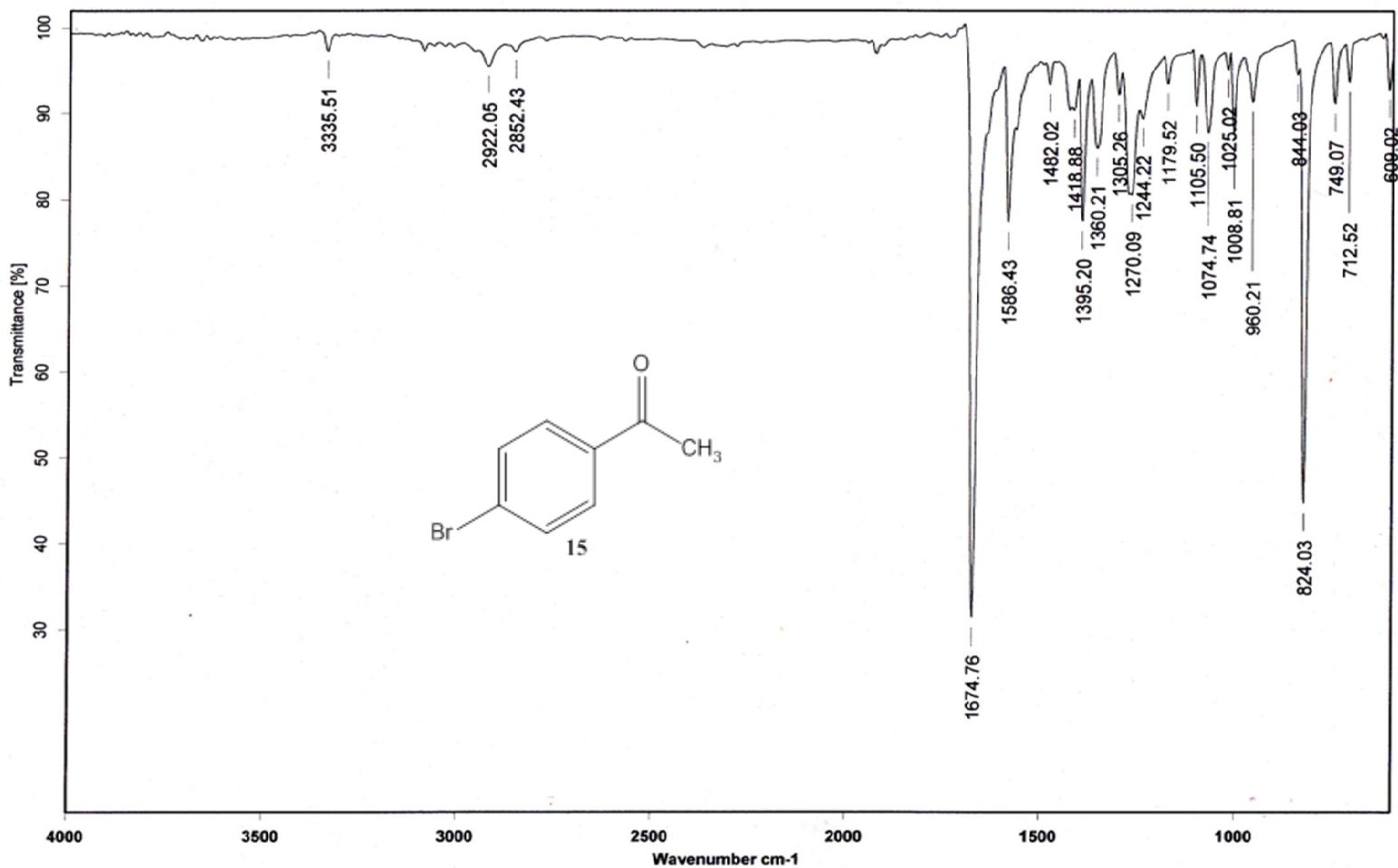


Figura A 15. Espectro D.E.P.T. de la cetona 15.



Instituto de Química, UNAM

Laboratorio de Espectroscopía



C:\Infrarrojo\AIR-LEP-IQUI-003_12\745.0

Dr.E.Diaz

JCFL-028

Película

RPM

18/04/2012

Figura A 16. Espectro de I.R. de la cetona 15.

[Mass Spectrum]
 Date : 19-Apr-2012 18:41
 Sample: 933 JcFL-028 IE19 Jeol FX505HA
 Note : Javier Perez
 Inlet : Direct Ion Mode : EI+
 Spectrum Type : Normal Ion [MF-Linear]
 RT : 0.44 min Scan# : (6,17)
 BP : m/z 185.0000 Int. : 259.86
 Output m/z range : 0.0000 to 267.0623 Cut Level : 0.00 %

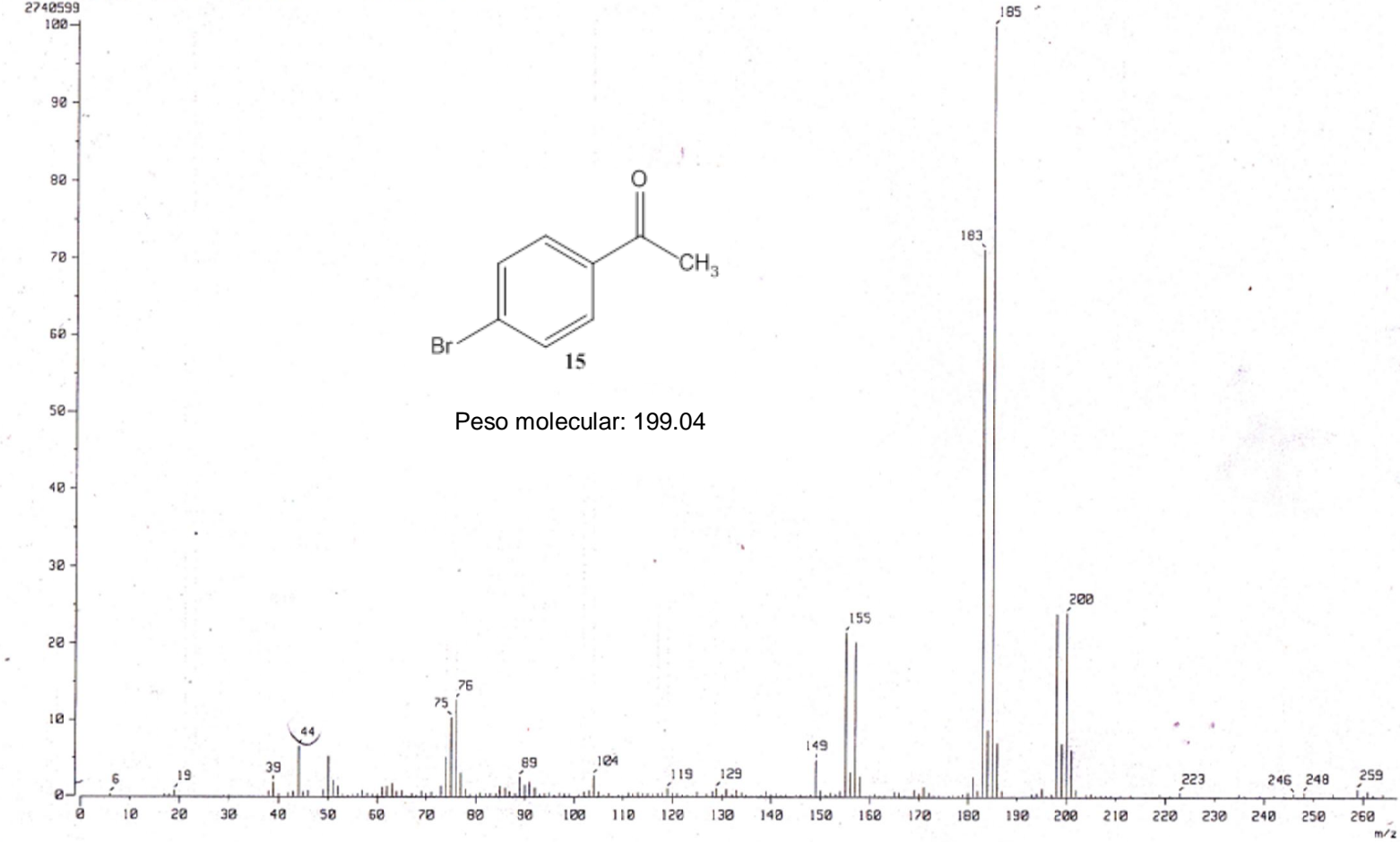


Figura A 17. Espectroscopia de masas de la cetona 15.

Document: 20-06-2012 (VarioMICRO) from: 20/06/2012 18:34:09

Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable

Mtra: 151 JCFL 028 No.reg.227 Realizó: M.P Orta/A. Núñez

Teóricos: 48.27%C 3.54%H

Text report

No.	Name	C [%]	H [%]
32	151 JCFL 028	48.22	3.17

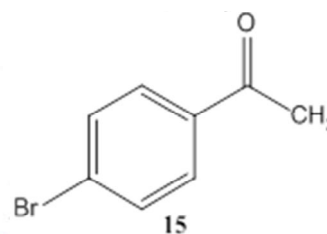


Figura A 18. A.E. de la cetona 15.

A.2.4 2-fenilselenanil-acetato de fenilo

UNAM. Instituto de Química (H. Ríos)
 Dr-EDíaz
 Clave: JCF1-071
 No. Registro: 2205
 Experimento: RMN-1H
 Solvente: CDCl3
 BrukerAvance400MHz (H)
 27-09-2012

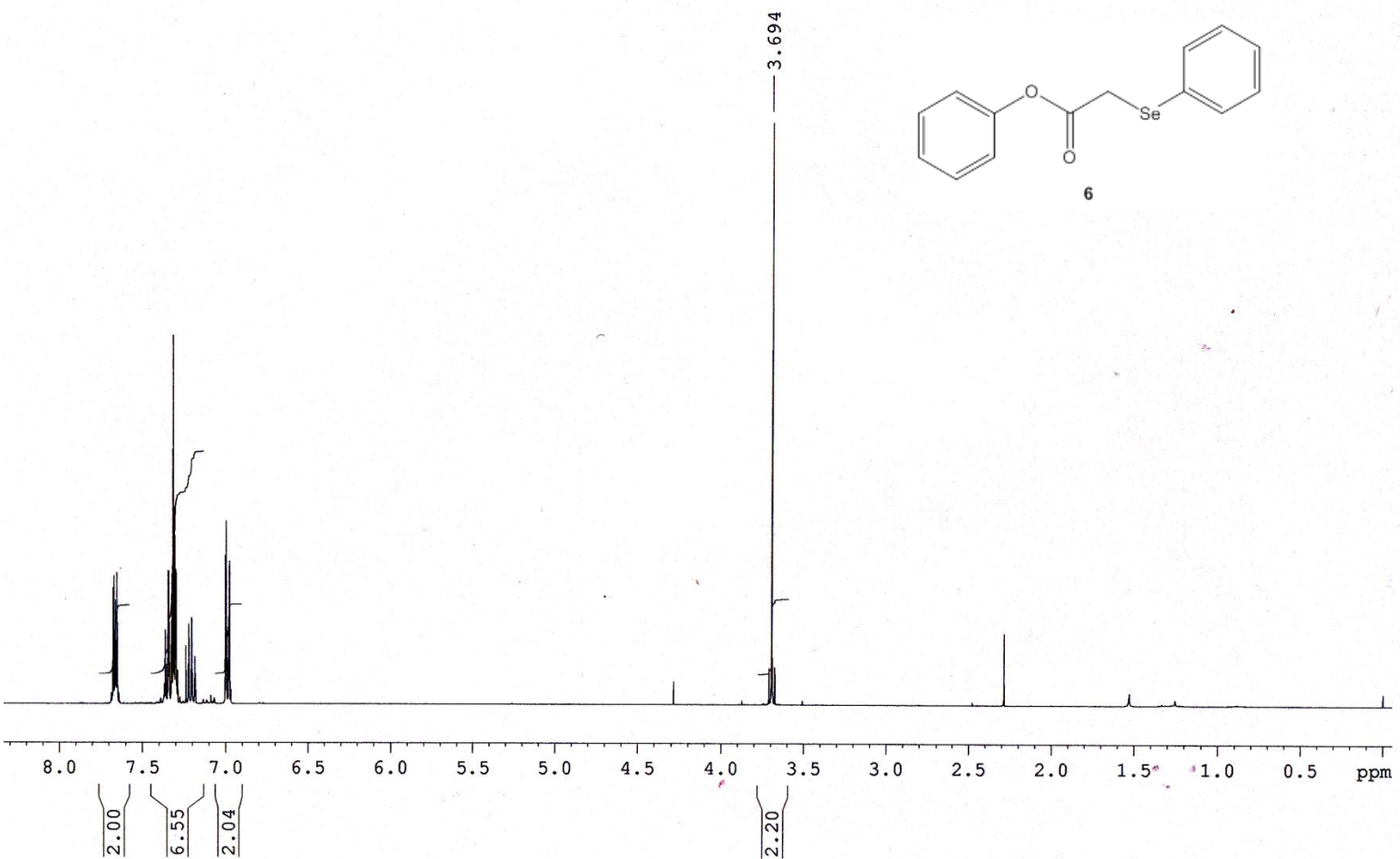


Figura A 19. Espectro de ¹H R.M.N. del selenuro 6.

UNAM. Instituto de Química (H. Rios)
 Dr-EDiaz
 Clave: JCFl-071
 No. Registro: 2205
 Experimento: RMN-1H
 Solvente: CDC13
 BrukerAvance400MHz (H)
 27-09-2012

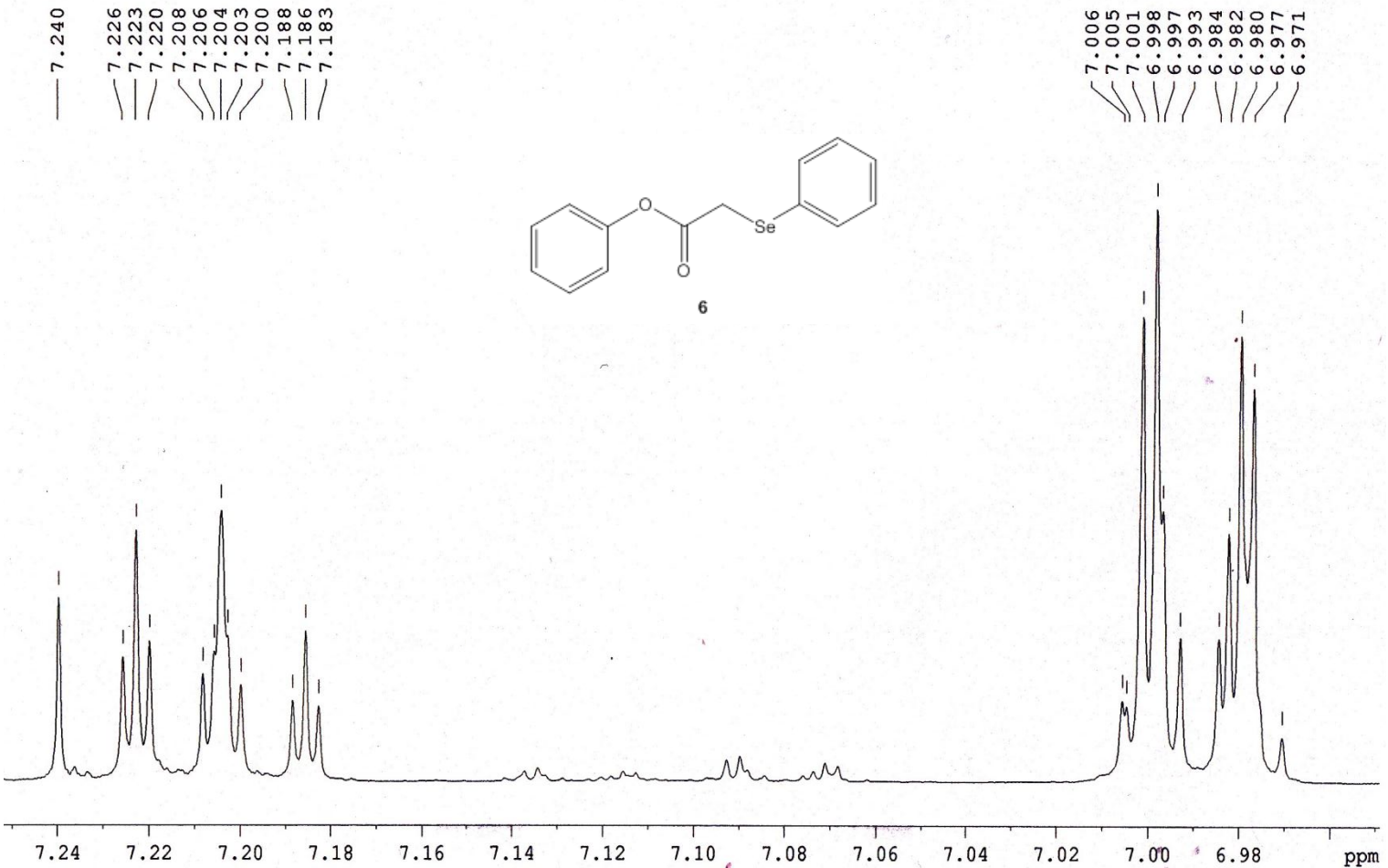
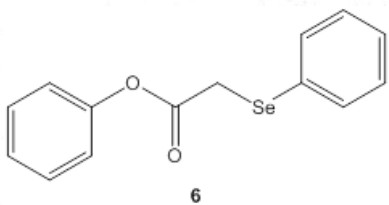


Figura A 20. Espectro de ¹H R.M.N. del selenuro **6** (ampliación en la zona de 7.24-6.98 ppm).

UNAM. Instituto de Química (H. Ríos)
 Dr-EDiaz
 Clave: JCF1-071
 No. Registro: 2205
 Experimento: RMN-1H
 Solvente: CDCl3
 BrukerAvance400MHz (H)
 27-09-2012

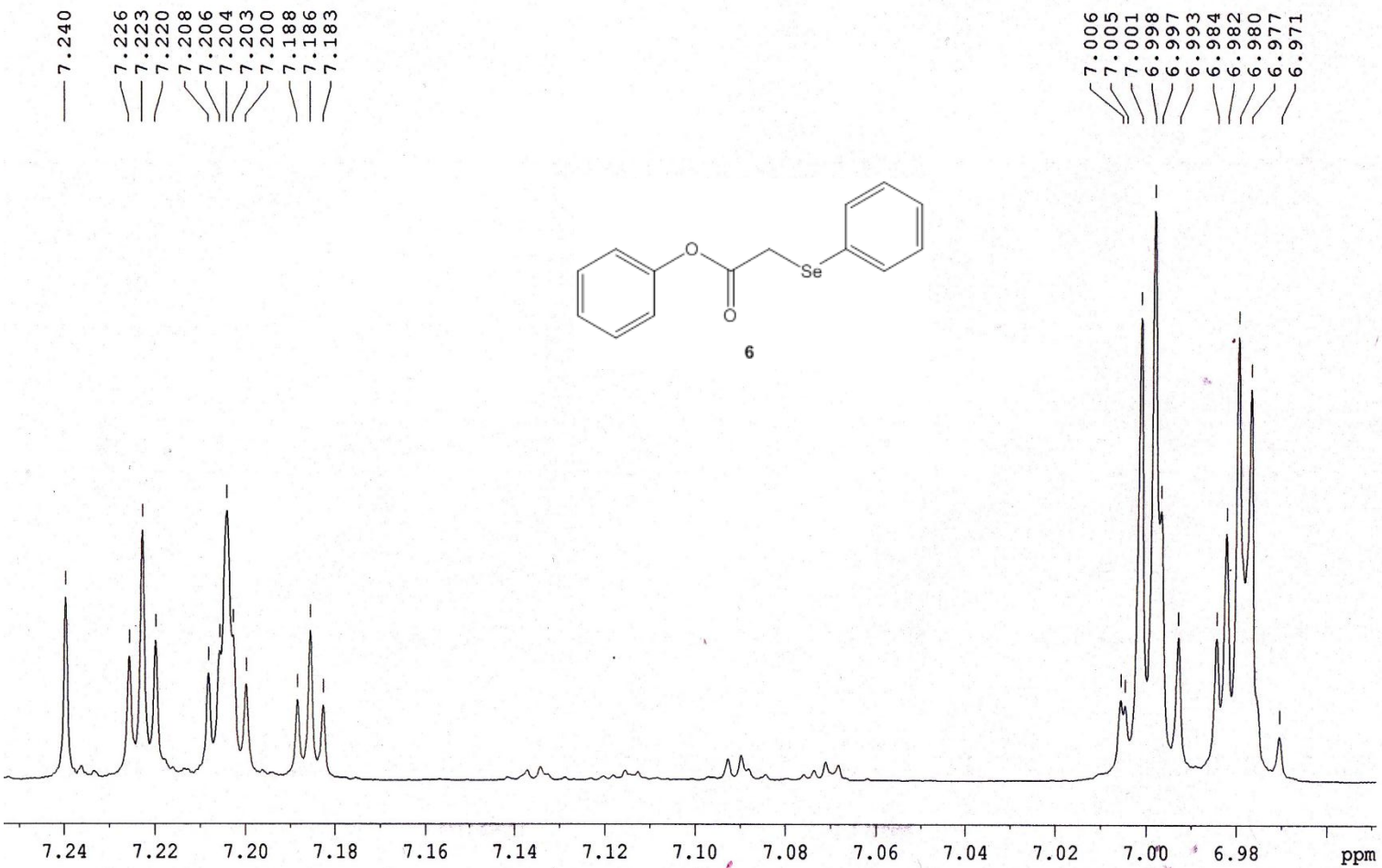


Figura A 21. Espectro de ¹H R.M.N. del selenuro **6** (ampliación en la zona de 7.70-7.30 ppm).

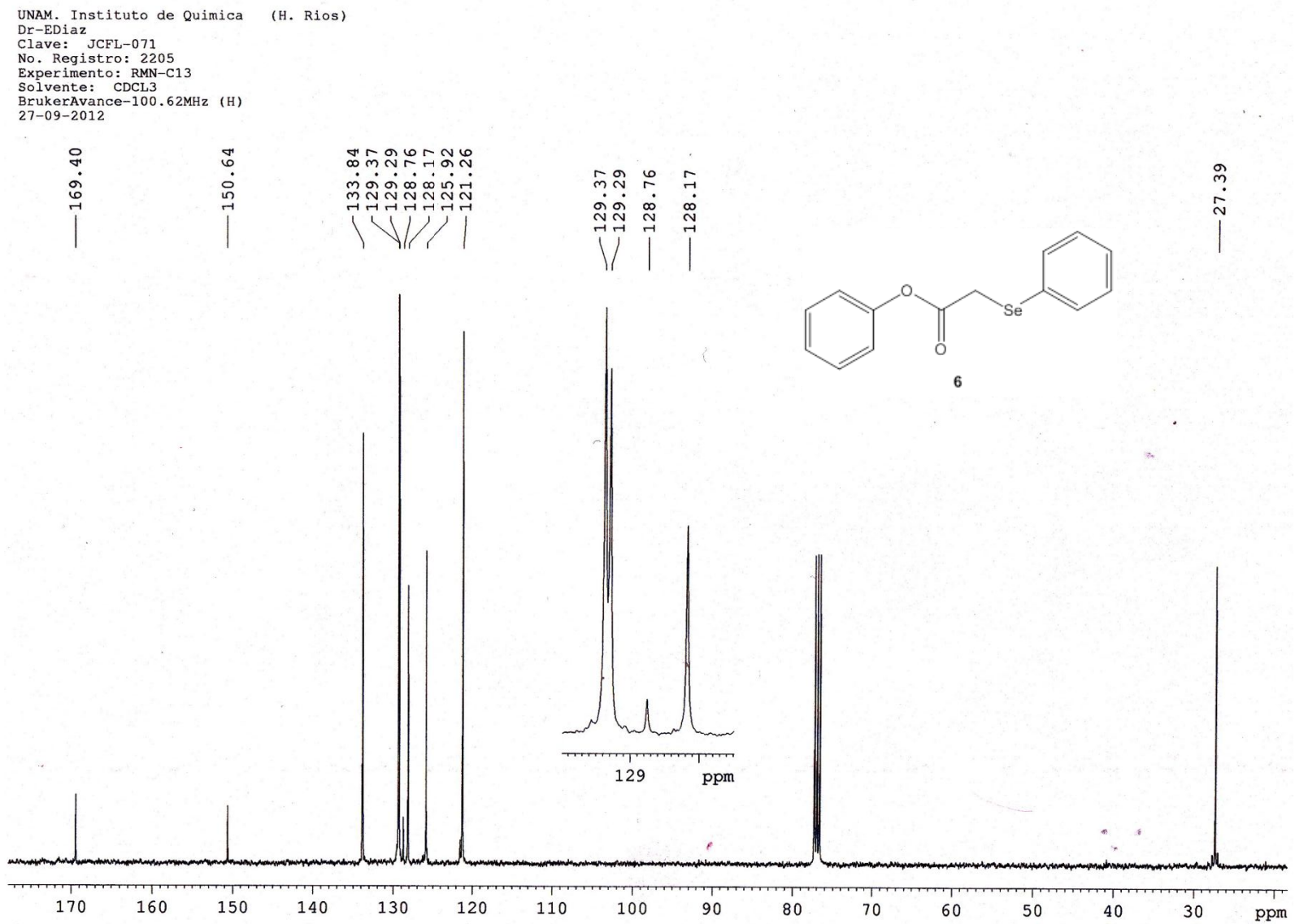


Figura A 22. Espectro de ^{13}C R.M.N. del selenuro 6.

A.2.5 2-fenilselenanil-acetato de bencilo

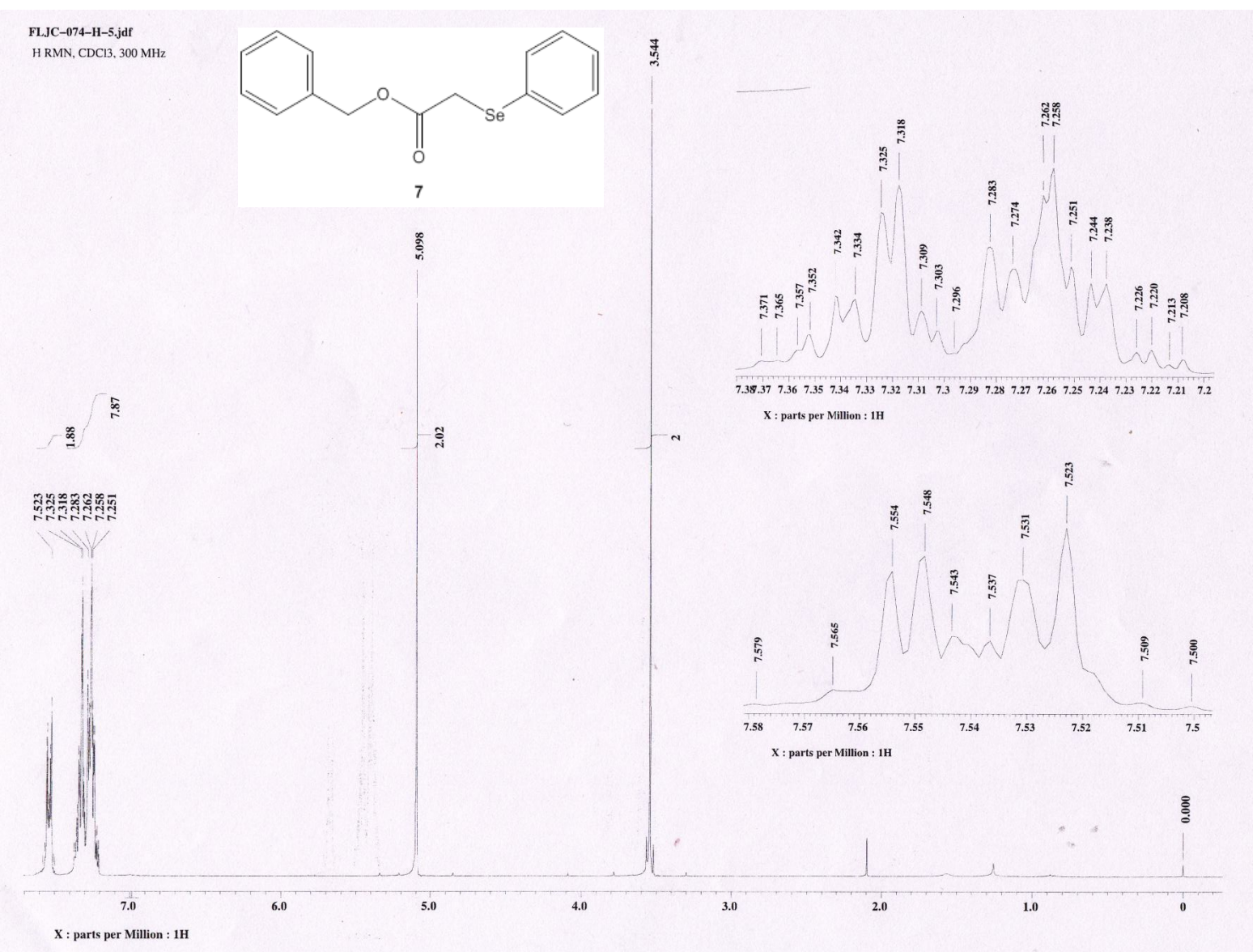


Figura A 23. Espectro de ¹H R.M.N. del selenuro 7.

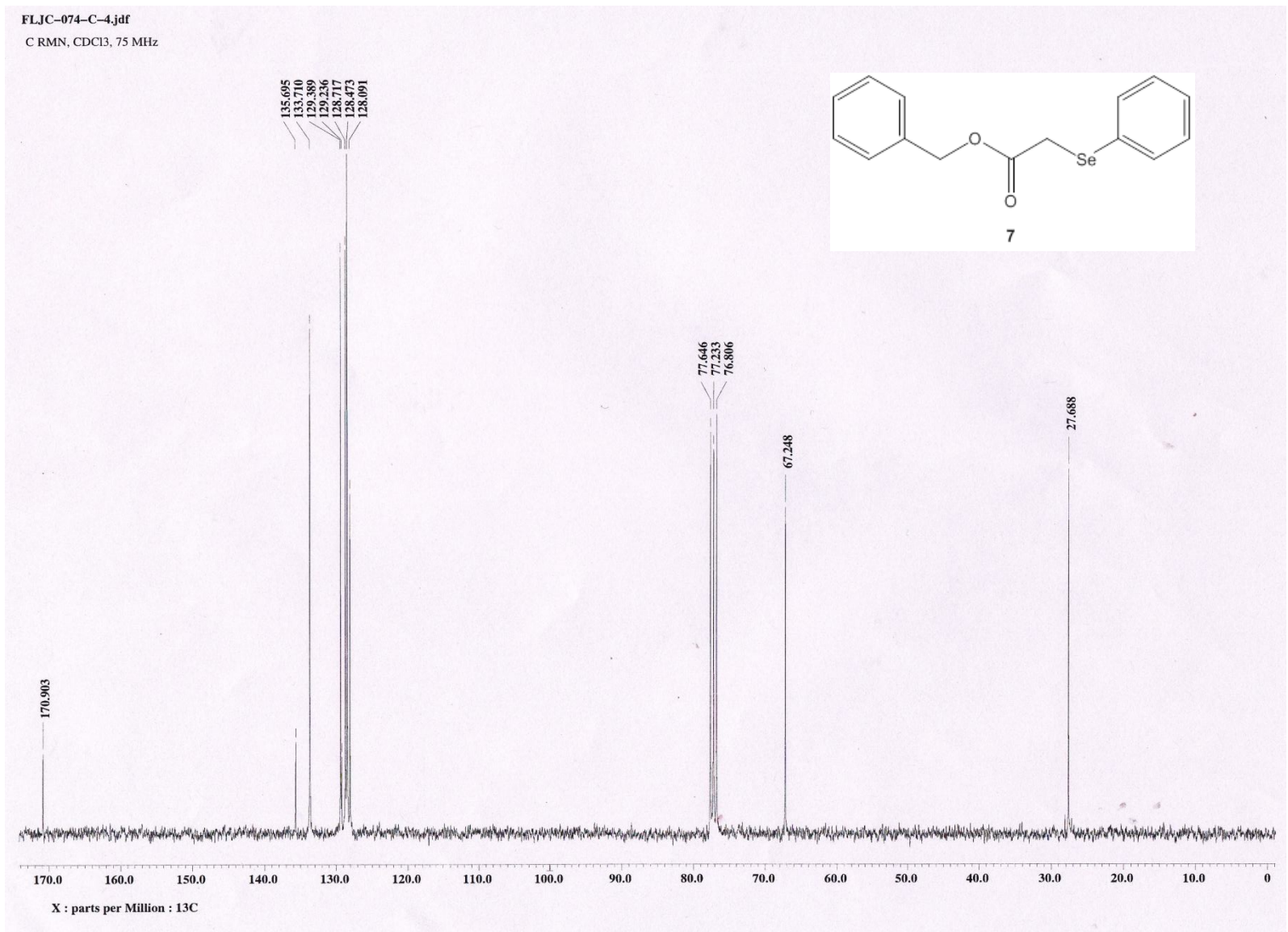


Figura A 24. Espectro de ¹³C R.M.N. del selenuro 7.

A.2.6 bencil(fenil)selano

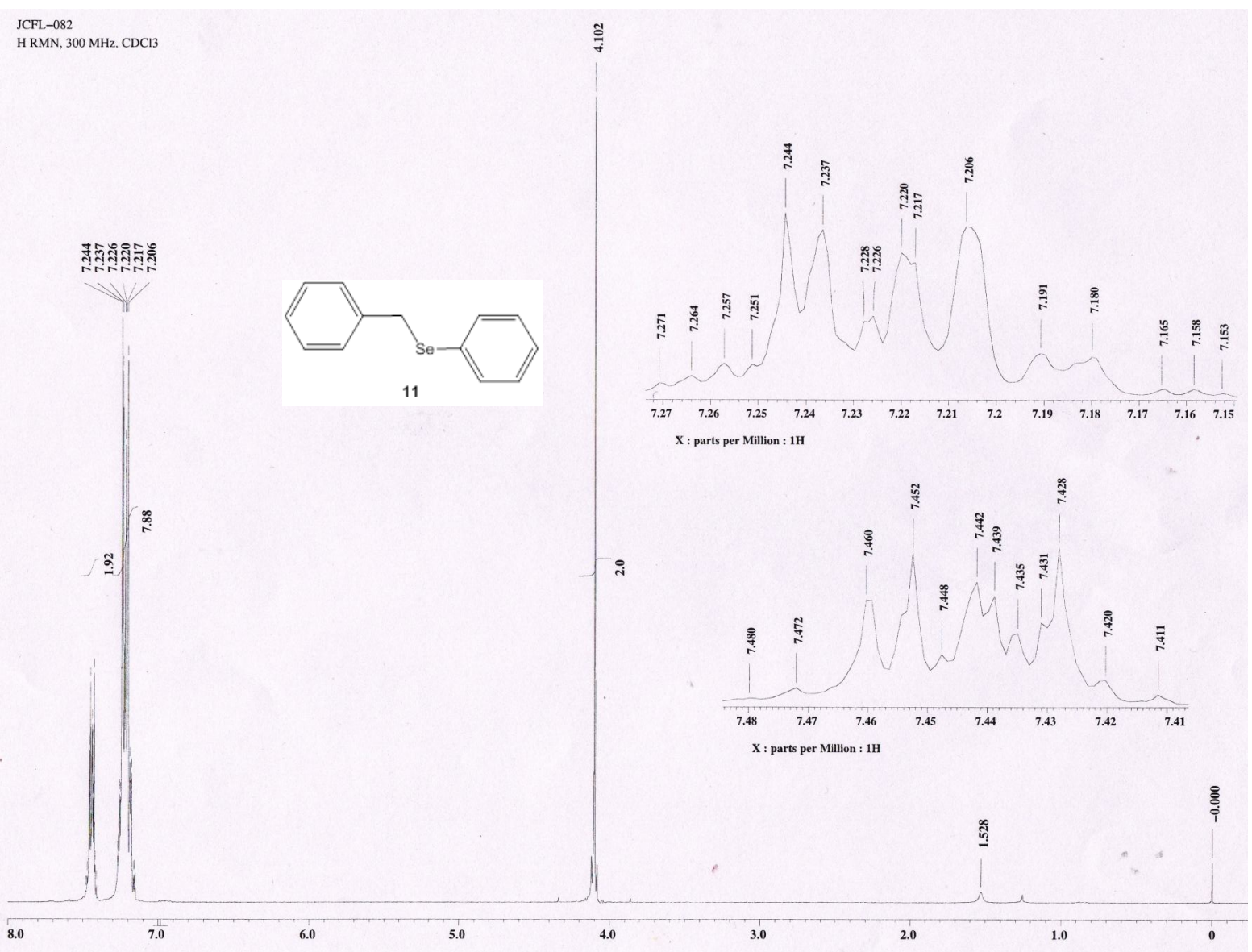


Figura A.25. Espectro de ¹H R.M.N. del selenuro 11.

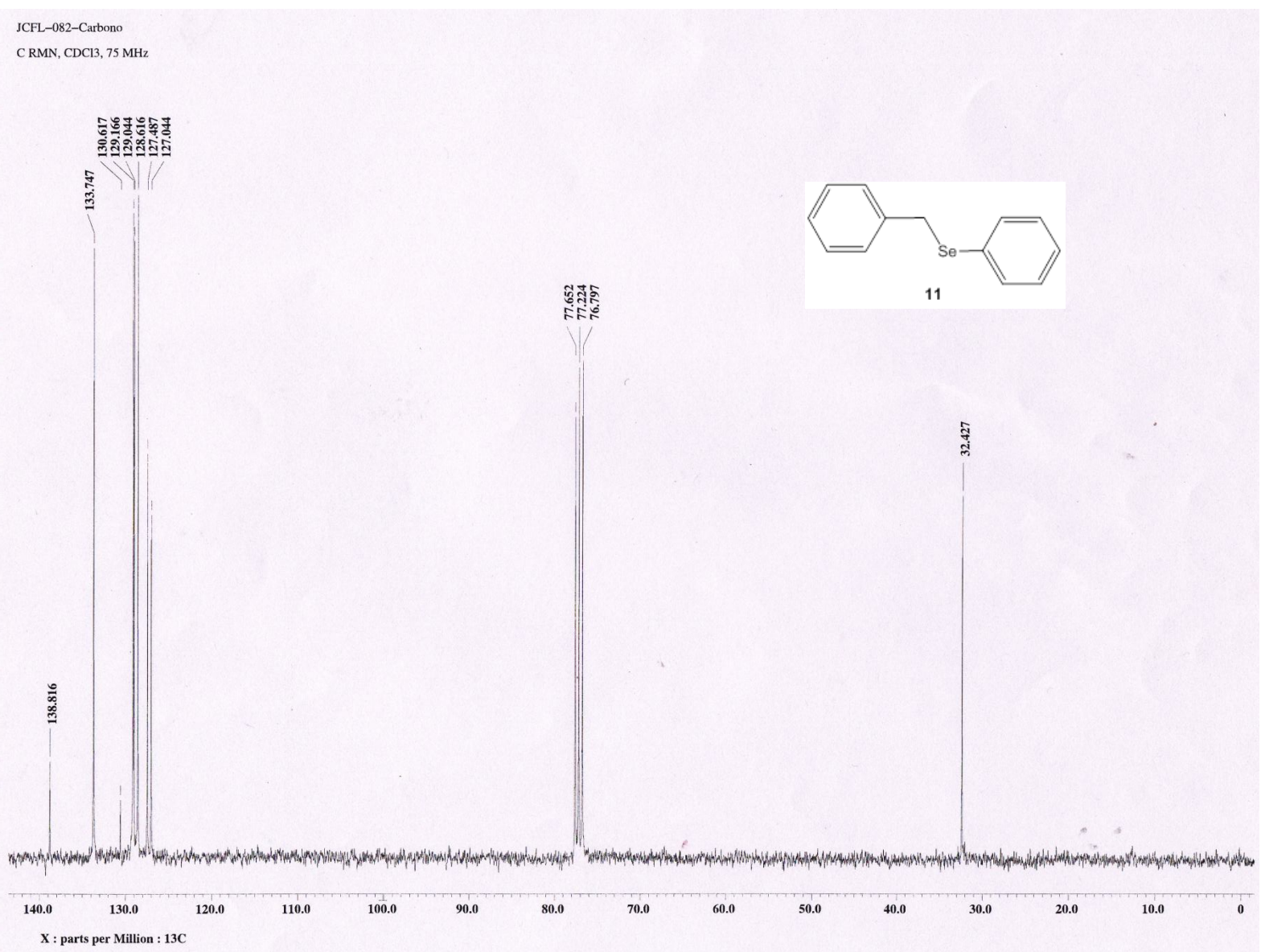


Figura A 26. Espectro de ¹³C R.M.N. del selenuro 11.