

Síntesis de Iminas

Popoca Morales Wendi Lizbeth¹, Carranza Téllez Vladimir², Cortés Cerna Jorge¹, Trujillo García Pilar¹, Peña Rosas Ulises A^{*1}

¹Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ciencias Químicas. Departamento de Química Analítica. Av. San Claudio, Cd. Universitaria, Puebla, Puebla. C.P. 72592. México.

²Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Instituto de Ciencias (ICUAP). Espectrometría de masas. Av. San Claudio, Cd. Universitaria, Puebla, Puebla. C.P. 72592. México.

*Autor para correspondencia: ulises.pena@correo.buap.mx

Recibido:

25/Mayo/2016

Aceptado:

17/Julio/2016

Palabras clave

Imina, amina, aldehído

Keywords

Imine, amine, aldehyde

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objetivo la síntesis de iminas en microondas a partir de 4-aminobifenil con cinamaldehído y 4-aminobifenil con *p*-dimetilbenzaldehído, las reacciones fueron monitoreadas por cromatografía en capa fina, finalmente fueron purificadas y caracterizadas por espectroscopia de rutina.

ABSTRACT

This paper aims at the synthesis of imines in microwave from 4-aminobiphenyl with cinnamaldehyde and 4-aminobiphenyl with *p*-dimethylbenzaldehyde, the reactions were monitored by thin layer chromatography, finally purified and characterized by spectroscopy routine.

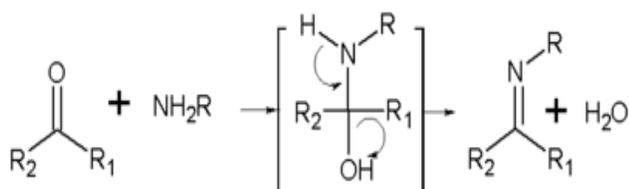
Introducción

Una imina es un grupo funcional o compuesto orgánico con estructura general $RR'C=NR''$.

En condiciones adecuadas una amina primaria reacciona con una cetona o un aldehído para formar una imina. Las iminas son análogos nitrogenados de las cetonas y aldehídos, con un enlace doble carbono-nitrógeno en lugar del enlace doble carbono-oxígeno. Al igual que las aminas, las iminas son básicas. (Bruice, 2008).

La formación de una imina es un ejemplo de un tipo muy amplio de reacciones conocidas como condensaciones, reacciones en las que dos (o más) compuestos orgánicos se combinan, con pérdida de agua o de otra molécula pequeña. La formación de iminas es reversible y la mayoría de las iminas se pueden volver a hidrolizar para obtener la amina y la cetona o aldehído iniciales.

El mecanismo de formación de la imina, de manera simplificada, comienza con la adición nucleofílica de la amina sobre el carbonilo electrofílico del aldehído o cetona, formándose un hemiaminal como intermedio, el cual pierde una molécula de agua para conducir a la imina.



Esquema 1. Síntesis de Iminas

La reacción habitualmente requiere catálisis ácida. Además, al ser una reacción de equilibrio para desplazarla hacia el producto hay que eliminar el agua del medio de reacción azeotrópicamente o mediante agentes deshidratantes.

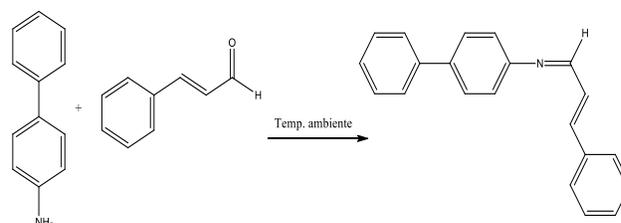
La formación de iminas está favorecida cuando existe conjugación del doble enlace carbono-nitrógeno con algún sustituyente típicamente grupos arilo (J. McMurry, 2008).

Metodología

Las iminas fueron sintetizadas por condensación.

Reacción 1

La reacción se llevó a cabo entre 4-aminobifenil y cinamaldehído para formar la correspondiente imina.



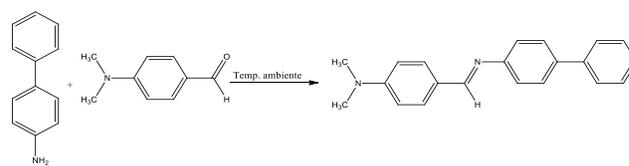
Reacción 1. Síntesis de imina a partir de 4-aminobifenil y cinamaldehído.

Procedimiento:

Se agregó 1 equivalente de 4-aminobifenil y 1 equivalente de cinamaldehído en CH_2Cl_2 , se dejó reaccionar por dos intervalos de diez minutos a una temperatura de $45^\circ C$ en un horno de microondas con agitación constante y potencia de 400 W, transcurrido el tiempo, el compuesto se monitoreo mediante cromatografía en capa fina, finalmente, éste se purificó y se caracterizó mediante técnicas espectroscópicas: IR, RMN 1H y RMN ^{13}C y espectrometría de masas.

Reacción 2

La reacción se llevó a cabo entre 4-aminobifenil y *p*-dimetilaminobenzaldehído para formar la correspondiente imina.



Reacción 2. Síntesis de imina a partir de 4-aminobifenil y *p*-dimetilaminobenzaldehído

Procedimiento:

Se agregó 1 equivalente de 4-aminobifenil y 1 equivalente de *p*-dimetilaminobenzaldehído en CH_2Cl_2 , se dejó reaccionar por dos intervalos de diez minutos en un horno de microondas con potencia de 400W y agitación constante a temperatura de $40^\circ C$, transcurrido el tiempo, el compuesto se monitoreó mediante cromatografía en capa fina, finalmente éste se purificó y se caracterizó mediante técnicas espectroscópicas de rutina.

Resultados y discusión

Reacción 1

En la siguiente tabla se resumen las propiedades del compuesto sintetizado.

Fórmula molecular	Masa molecular	Estado físico, color	PF (°C)	Rendimiento (%)
C ₂₁ H ₁₇ N	283	Cristalino, Amarillo	218	82

El compuesto 1 (Figura 1) es un sólido amarillo. En el espectro de FT-IR se observa una banda de absorción con frecuencia de 1618 cm⁻¹ asignada a la vibración de enlace (C=N).

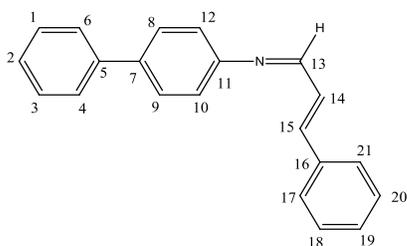


Figura 1. Estructura del compuesto 1

En el espectro de ¹H-RMN (400 MHz, CDCl₃) se observaron el número de señales esperadas para el compuesto 1. Una señal múltiple a 5.65 ppm que integra para 1 hidrógeno que corresponden al hidrógeno de C-14; a 6.80 ppm se observa una señal que integra para 1 hidrógeno asignado a C-15; en la región de 7.18-7.41 ppm se observa una señal múltiple que integra para 14 hidrógenos asignados a los hidrógenos aromáticos C-1, C-2, C-3, C-4, C-6, C-8, C-9, C-10, C-12, C-17, C-18, C-19, C-20, C-21; a 7.73 ppm se observa una señal simple que integra para 1 hidrógeno asignada al hidrógeno del carbono imínico C-13.

En el espectro de ¹³C-RMN (100 MHz, CDCl₃) se observaron el número de señales esperadas para el compuesto 1. Una señal a 108.0 ppm asignada al C-14; una señal a 115.2 ppm asignada al C-15; en el intervalo entre 120.8-151.5 ppm se observan señales asignadas a los carbonos aromáticos C-1, C-2, C-3, C-4, C-5, C-6, C-7, C-8, C-9, C-10, C-11, C-12, C-16, C-17, C-18, C-19, C-20, C-21 y una señal a 161.8 ppm asignada al carbono imínico C-13.

En el espectro de masas permite observar el pico ion molecular del compuesto 1 (m/z 283 M⁺)• y confirma la masa molecular propuesto para C₂₁H₁₇N.

Reacción 2

En la siguiente tabla se resumen las propiedades del compuesto sintetizado.

Fórmula molecular	Masa molecular	Estado físico, color	PF (°C)	Rendimiento (%)
C ₂₁ H ₂₀ N ₂	300	Cristalino, Amarillo	226	82

El compuesto 2 (Figura 2) es un sólido amarillo. En el espectro de infrarrojo se observa una banda de absorción con frecuencia de 1611 cm⁻¹ asignada a la vibración de alargamiento del enlace (C=N).

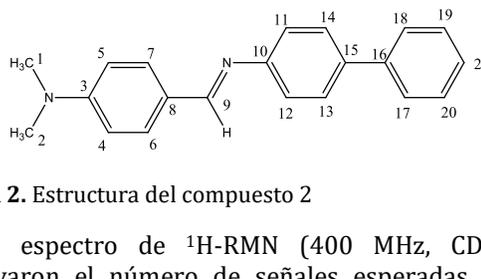


Figura 2. Estructura del compuesto 2

En el espectro de ¹H-RMN (400 MHz, CDCl₃) se observaron el número de señales esperadas para el compuesto 2. Una señal simple a 2.89 ppm que integra para 6 hidrógenos que corresponden a los hidrógenos de C-1 y C-2; en la región de 6.59-7.64 ppm se observa una señal múltiple que integra para 13 hidrógenos asignados a los hidrógenos aromáticos C-4, C-5, C-6, C-7, C-11, C-12, C-13, C-14, C-17, C-18, C-19, C-20, C-21; a 8.25 ppm se observa una señal simple que integra para 1 hidrógeno asignada al hidrógeno del carbono imínico C-9.

En el espectro de ¹³C-RMN (100 MHz, CDCl₃) se observaron el número de señales esperadas para el compuesto 2. Una señal a 40.1 ppm asignada al C-1, C-2; en el intervalo entre 112.3-150.2 ppm se observan señales asignadas a los carbonos aromáticos C-3, C-4, C-5, C-6, C-7, C-8, C-10, C-11, C-12, C-13, C-14, C-15, C-16, C-17, C-18, C-19, C-20, C-21 y una señal a 162.0 ppm asignada al carbono imínico C-9.

En el espectro de masas permite observar el pico ion molecular del compuesto 2 (m/z 300M⁺)• y confirma la masa molecular propuesto para C₂₁H₂₀N₂.

Conclusiones

Se llevó a cabo la síntesis y caracterización de dos bases de Schiff a partir de 4-aminobifenil con cinamaldehído y 4-aminobifenil con *p*-dimetilbenzaldehído en horno de



microondas a una temperatura de 40°C durante periodos de tiempo establecidos en la metodología correspondiente y de esta forma se pudo cumplir con el objetivo antes mencionado que era principalmente el de obtener productos iminicos.

Agradecimientos

A la Vicerrectoría de Investigación y Estudios de Posgrado de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

Al Departamento de Química Analítica de la Facultad de Ciencias Químicas de la BUAP.

Al Dr. Ulises A. Peña Rosas por permitirme colaborar en su equipo de trabajo.

Referencias

Bruice P.Y. (2008). *Química Orgánica*, 5ª Edición, Ed. Pearson Prentice Hall, México.

Ebrahimi H., Hadi J.S., Al-Ansari H.S. (2013). A new series of Schiff bases derived from sulfa drugs and indole-3-carboxaldehyde: Synthesis, characterization, spectral and DFT computational studies. *J. Mol. Struct.* 1039, 37-45.

Hernández R. (1995). *Estudio de la capacidad coordinante de Bases de Schiff derivadas de orto- y meta-fenilendiaminas*. Tesis de grado. Universidad de la Laguna, España.

McMurry J. (2008). *Química Orgánica*, 7ª Edición, Ed. Cengage Learning, México, pag. 768-790.

Pavia D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., Vyvyan, J. R. (2009). *Introduction to spectroscopy*. 4ª Ed. Brooks/Cole Cengage Learning.

Revenge M., (2009). *Síntesis y caracterización de ligandos hidroxilados de bases de Schiff. Aplicación al desarrollo de sensores y biosensores*. Tesis de grado. Universidad Autónoma de Madrid, España.