

## Caracterización por medio de Técnicas Espectroscópicas: FT-IR y RMN1H, de Amidas Aromáticas Empleando Diferentes Fuentes de Activación

Joel O. Ovalle Rodríguez, Aidé Sáenz Galindo, Catalina Pérez Berúmen, Leticia Barajas Bermúdez  
Lluvia I. López López

Facultad de Ciencias Química, Universidad Autónoma de Coahuila,  
Blvd. V. Carraza e Ing. José Cárdenas V., 25280, Coahuila, México.  
aidesaenz@mail.uadec.mx

### RESUMEN

En el presente trabajo se describe la síntesis y caracterización de la bencildiisopropilamida, por tres diferentes métodos de activación: Síntesis Asistida por Microondas (SAM), obteniendo un rendimiento del 78 %, Síntesis Asistida por Ultrasonido (SAU) y Síntesis llevada a cabo con Calentamiento Convencional (SCC), obteniendo de estas dos últimas rendimientos del 60 % y 40 % respectivamente, todas las reacciones fueron llevadas a cabo en ausencia de disolventes. Cabe destacar que se trabajó tomando en cuenta los doce principios de la "Química Verde", con enfoque especial en síntesis orgánica. Los resultados obtenidos demostrando que la SAM y la SAU, presentaron los mejores rendimientos y tiempo de reacción. Todos los productos fueron caracterizados por FT-IR (ATR) y RMN1H observando la presencia de la amida aromática.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las amidas son compuestos orgánicos, consideradas bases muy débiles que presentan excelentes propiedades de solubilidad [1]. Además de presentar importantes aplicaciones en diferentes áreas como la de salud y biológicas [2], química orgánica [3], química de polímeros [4], química supramolecular [5], entre otras.

Específicamente las amidas con sustituyentes aromáticos son de gran interés para la industria farmacéutica debido a las propiedades que le proporcionan los sustituyentes, en el caso de la bencildiisopropilamida, suponemos que al contar con un sustituyente aromático en su estructura deberá de presentar alguna propiedad interesante en el área farmacéutica, esto debido a que dichos sustituyentes le proporcionan gran estabilidad, además de presentar estructuras semejantes a hormonas, proteínas, etc. Sin embargo al tratar de enfocar este tipo de investigación básica hacia la industria farmacéutica, es necesaria e importante la caracterización exhaustiva, así como el uso de referencia para obtener resultados comparables.

El presente trabajo se realizó con el objetivo de la obtención de amidas aromáticas mediante "Química Verde", orientando la aplicación de dichas amidas en un futuro hacia el área farmacéutica. La "Química Verde", hoy en día representa una herramienta para obtener productos sintéticos tomando en cuenta nuestro medio ambiente, entre otras aplicaciones y

enfoques que se le pueden orientar. Actualmente se ha despertado un gran interés en la comunidad científica química por tratar de preservar el medio ambiente, tomando en cuenta el gran problema que existe en nuestro país. Para contribuir a encontrar alternativas que mejoren el proceso de obtención de amidas vía sintética, se ha recurrido a la "Química Verde ó Química sustentable", la cual consiste en el uso de procesos químicos diseñados para reducir o eliminar el impacto ambiental negativo, además del uso y producción de químicos menos tóxicos, los cuales pueden involucrarse en el proceso ó reducir la producción de residuos tóxicos, y el mejoramiento en la eficiencia del mismo.

En nuestro grupo de trabajo enfocamos la "Química Verde" hacia la Química Orgánica, realizando síntesis con diferentes fuentes de activación como son: la síntesis asistida por microondas, síntesis asistidas por ultrasonido, síntesis llevadas a cabo en ausencia de disolventes, así como síntesis lleva a cabo a temperatura y presiones ambiente, entre otras. En este trabajo se discuten los resultados de la síntesis y caracterización de la bencildiisopropilamida obtenida por tres diferentes fuentes de activación: síntesis asistida por microondas (SAM), síntesis asistida por ultrasonido (SAU) "sonoquímica" y síntesis empleado calentamiento convencional (SCC), todas las síntesis fueron llevadas a cabo en ausencia de disolvente.

## 2. DETALLES EXPERIMENTALES

Para la obtención de la bencilidiisopropilamida, (BIsPA) se emplearon tres diferentes métodos de activación Síntesis Asistida por Microondas empleando 10 minutos de irradiación, Síntesis Asistida por Ultrasonido empleando 6h de reacción y Síntesis llevada a cabo por Calentamiento Convencional con un tiempo de reacción de 24h. Los reactivos de partida fueron el ácido benzoico (Sigma-Aldrich 99,5 %) y la diisopropilamina (Aldrich 99,5) con una relación molar 1:1, cabe destacar que todas las reacciones fueron llevadas a cabo en ausencia de disolventes, empleando los reactivos como disolventes.

### 2.1. SAM

Para llevar a cabo la SAM, se trabajó empleando un equipo de microondas focalizada CEM, viales de 5ml, empleando una potencia de 200W y una temperatura de 80 °C, usando 5 min, 10 min y 15 min de irradiación. Cabe destacar que los productos obtenidos por SAM no requirieron purificación, esto debido a que la mayor parte de los reactivos reaccionan en el proceso.

### 2.2. SAU

Para la Síntesis Asistida por Ultrasonido, se empleó un equipo de ultrasonido Modelo BRANSON 5510 reacción llevada a cabo a temperatura ambiente, por 6 h, las amidas obtenidas fueron purificadas por medio de extracción con pentano, y ajustando el pH a 7, con ayuda de una solución de hidróxido de sodio saturada.

### 2.3. SCC

La síntesis llevada a cabo con Calentamiento Convencional, tuvo una duración de 24horas de reflujo, y la amida obtenida fue purificada de igual manera que la SAU.

## 3. RESULTADOS

Los productos de reacción fueron caracterizados por espectroscopia de FT-IR usando un espectrofotómetro Perkin-Elmer Spectrum GX, con aditamento de punta de diamante. Para la obtención de los espectros de RMN1H, (CDCl<sub>3</sub>, 300MHz) se uso un equipo Joel de 300MHz, empleando CDCl<sub>3</sub> como disolvente, y los espectros obtenidos a temperatura ambiente.

### 3.1. SAM

La BIsPA, obtenida por SAM fue caracterizada por FT-IR, (ATR), obteniendo las bandas características

de la amida, 1625 y 1595cm<sup>-1</sup>, (C-C, C=C, O=C-NH, C-H,) 1543 y 1469cm<sup>-1</sup> (N-C=O) (N-C) y 1373cm<sup>-1</sup>, (C-N.) (Fig. 1).

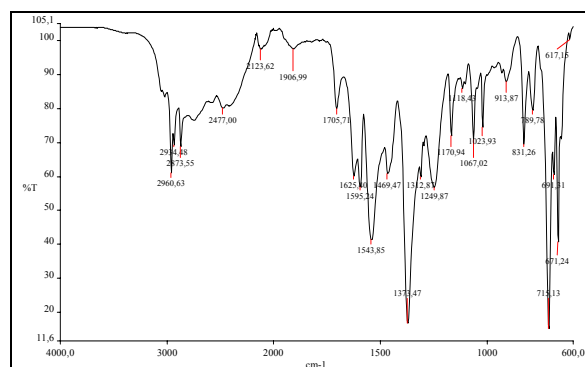


Fig. 1. Espectro de FT-IR, de la bencilisopropilamida, obtenida por SAM.

Presentando excelente solubilidad en CHCl<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> y acetato de etilo. De los resultados RMN-1H, se observan las siguientes señales 7,9 ppm a 7,5 ppm multipletes (H-Aromáticos), 3,5 ppm a 3,8 ppm multipletes (CH-N), 1,4 ppm a 1,8 ppm multipletes (CH<sub>3</sub>). El sólido obtenido fue de color amarillo claro obteniendo un 78 % de rendimiento.

### 3.2. SAU

Los espectros de FT-IR (ATR), de la BIsPA obtenida por SAU mostraron bandas muy similares a las observadas en la SAM, además de evidenciar una banda en 1 725 cm<sup>-1</sup> característica del ácido benzoico sin reaccionar RMN1H, (CDCl<sub>3</sub>, 300MHz) observamos señales correspondientes a la BIsPA además de la presencia de ácido benzoico materia prima aún presente En este tipo de reacción se obtuvo un rendimiento del 60 %, presentando excelente solubilidad en disolventes polares destacando el CHCl<sub>3</sub>.

### 3.3. SCC

La BIsPA obtenida fue un sólido color ambar por SCC, presentando buena solubilidad en disolventes polares, obteniendo un 40 % de rendimiento. De los espectros de FT-IR (ATR) se pudo evidenciar que después de 24horas de reacción que las materias primas aún estaban presentes en el medio de reacción, una vez purificado la BIsPA, observamos las bandas típicas de la amida en estudio, resultados que fueron confirmados por RMN1H (CDCl<sub>3</sub>,300MHz) observando las señales típicas de la BIsPA.

#### 4. DISCUSIÓN

Con los resultados obtenidos se observa que la SAM, fue llevada a cabo de manera concertada, cabe destacar que en este tipo de síntesis no hubo necesidad de proceso de purificación, al ser comparada con los otros métodos de activación SAU y SCC. Consideramos que este tipo de comportamiento se debe a que en la SAU, las ondas de microondas este dirigidas de manera direccionada hacia un solo punto, activando de esta manera todos los sitios activos en menos tiempo y así dirigir la reacción de manera concertada, llevando a cabo síntesis en una sola etapa, suprimiendo en su mayoría los posibles productos secundarios. Para el caso de la SAU, consideramos que es un método alternativo para la síntesis de la BlsPA, tomando en cuenta que los resultados de tiempo y rendimientos superan a los obtenidos por SCC, sin embargo los productos obtenidos por este tipo de fuente de activación requieren de un proceso de purificación, suponemos que esto se debe a los tiempos de reacción involucrados en cada proceso.

#### 5. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos de la presente investigación podemos concluir parcialmente que el mejor método de activación fue la SAM, en cuanto tiempo de reacción, y % de rendimiento al ser

comparado con SAU o SCC, la reacción es llevada a cabo en una sola etapa, apoyando en gran medida Química Verde, en el contexto de realizar síntesis seguras, rápida y procesos libres de disolventes para minimizar la producción de subproductos. Sin embargo consideramos necesario continuar con la caracterización por RMN-13C, espectroscopia de MASAS, análisis elemental y Rayos X.

#### REFERENCIAS

- [1] Wade, L.G., 2004, Química Orgánica, V Edición, Capítulo 19, 836.
- [2] Aakeröy, C. B.; Hussain, I.; Forbes, S.; Desper, J., *Crys. Eng. Comm.*, 9, 46-54, (2007).
- [3] You, C. C., Würthner, F., 2004, *Org. Lett.* 6, 2401-2404.
- [4] Denat, F., Tripier, R., Boschetti, F., Espinosa, E., Guillard, R., *ARKIVOC*, (IV), 212-233, (2006).
- [5] Obata, Y., Okuyama, K., Kurihara, S., Jinda, T., *Macromolecules*, 28, 1547-1551, (1995).
- [6] Ramanatham, T., Fisher, F. T., Ruoff, R. S., Brinso, L. C., *Chem. Mater.*, 17, 1290-1295, (2005).