

ARTICULOS CIENTIFICOS INVITADOS (PROFESIONALES)

**SINTESIS DE N-benzoil-N-bencilidenmeso- 1:2-difeniletildiamina (Aducto),
Una reacción de adición nucleofílica al grupo carbonilo de benzaldehído
y dimerización asistida por microondas**

Synthesis of N-benzoyl-N-Benzylidenemeso- 1-2-diphenylethylenediamine (Adduct), a nucleophilic addition reaction to the carbonyl group of benzaldehyde and microwave-assisted dimerization

Barrios, Franz¹; Ordoñez, Pedro²; Gómez, Edgar².

DOI: <https://doi.org/10.54495/Rev.Cientifica.v12i1.349>

Licencia: CC-BY 4.0

I. SUMARIO

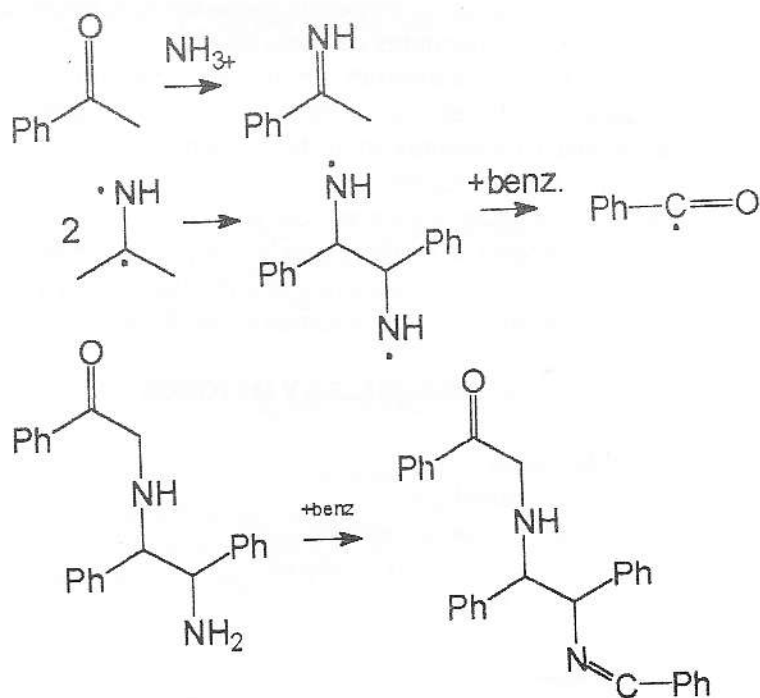
Este trabajo se basa en hacer reaccionar una amina a un substrato carbonílico de aldehído (Acetato de amonio a benzaldehído) mediante la asistencia de energía de microondas y también en ausencia de disolventes para obtener compuestos "imínicos y dimínicos" (N-benzoil-N-bencilidenmeso-1:2-difeniletildiamina) que se utilizan actualmente en la epoxidación selectiva de polímeros olefinicos (1). El procedimiento clásico de obtención de estos compuestos involucra calentamiento y reflujo excesivos (2) por lo que la irradiación de la mezcla reaccionante con energía de microondas (M.O.) representa una forma de obtención menos engorrosa y más rápida.

II. INTRODUCCION

La adición nucleofílica de aminas a aldehídos produce iminas que pueden dimerizarse radicalmente hasta obtener aductos que son precursores de catalíticos estereoselectivos. Concretamente se utilizan en la epoxidación de olefinas (1). El procedimiento tradicional de obtención del aducto (N-benzoil-N-bencilidenmeso-1:2-difeniletildiamina) involucra un tiempo de reacción muy largo (2) y dado el interés sintético que existe en la producción de estos precursores de catalíticos estereoselectivos resulta sumamente útil poder obtenerlos en una forma más sencilla que es a través de la radiación de M.O. Trippett (2). Observó que al reflujo benzaldehído con una solución de una sal de amonio por tres o cuatro horas se obtenía un sólido cristalino neutro (a). El producto así obtenido poseía un punto de fusión 253-255°C. La hidrólisis de este producto con 10 % de ácido sulfúrico durante 3 horas produjo meso-1,2-diamino-1,2-

difeniletano, el cual tiene un interés reciente como precursor de catalizadores para la epoxidación enantiomérica de olefinas (2).

(a) (N-benzoil-N-bencilidenmeso-1:2-difeniletildiamina).



Durante varias décadas se ha observado que un gran número de reacciones en donde intervienen compuestos orgánicos pueden facilitarse mediante el uso de radiación de microondas (3, 4, 5, 6, 7, etc.) y durante la última década la química orgánica asistida por microondas ha recibido una atención casi dramática. El término "facilitar" aquí es usado para sugerir lo

¹Licenciado en Química.

²Estudiante Licenciatura en Química.

Escuela de Química, Departamento de Química Orgánica.



siguiente:

- Menor tiempo de reacción.
- Eliminación de los trabajosos procedimientos clásicos de síntesis orgánica.
- Obtención de mayores rendimientos.
- Eliminación de un porcentaje apreciable de productos laterales.
- Menor contacto con sustancias tóxicas.
- La mayor parte de las reacciones pueden llevarse a cabo en fase sólida, minimizándose la descarga de afluentes ecotóxicos.

Algunos de los mecanismos por los cuales este tipo de energía es tan eficiente parecen ser:

(a) Absorción directa de microondas de los reactivos, lo cual provee una transferencia de calor más eficiente que en sistemas convencionales (13).

(b) En los sistemas de microondas las reacciones pueden ser llevadas a cabo a presiones tan altas como 20 bars y a temperaturas de hasta 200°C (13)

(c) En los sistemas en donde intervienen catalizadores, la habilidad de transmitir energía con gran intensidad y excelente control directamente a los sitios precisos de la reacción catalítica parece ser la clave del éxito de estas reacciones. Sin embargo muy poco es sabido acerca de los efectos de las microondas sobre los sistemas de las reacciones reactivos/catalíticos y aún menos sobre los mecanismos específicos.

III. MATERIALES Y METODOS

•Materiales

- Benzaldehído
- Acetato de amonio silica gel
- Etanol absoluto n-butanol
- Tolueno

•Métodos

La metodología se divide en tres pasos.

(a) Se obtuvo el producto por el método tradicional.

(b) Se determinaron las propiedades del producto para que sirviera como patrón de identificación por comparación del producto obtenido con microondas.

(c) Se efectuó la misma reacción en microondas. Los tiempos de reacción fueron establecidos en una forma muy aleatoria y tratando de no sobrepasar los 5 min.

Método tradicional: Reflujo 3-4 hrs del aldehído con

acetato de amonio-purificación del producto (recristalización de tolueno)-identificación del mismo: El punto de fusión fue determinado en un aparato de platina y el espectro IR se practicó en un espectrofotómetro Perkin Elmer modelo 283, límite alto 400 cm^{-1} límite bajo 200 cm^{-1} , Tiempo de recorrido 6 min, respuesta 2.

En microondas: El aldehído y el acetato de amonio se colocaron en un erlen meyer dentro del horno de microondas donde se irradiaron durante 3 minutos. Luego de enfriar el producto se filtró y se lavó con etanol. Para la irradiación de microondas se utilizó un horno doméstico de microondas. Recristalización de tolueno. Identificación: El punto de fusión fue determinado en un aparato de platina y el espectro IR se practicó en un espectrofotómetro Perkin Elmer modelo 283, límite alto 400 cm^{-1} , límite bajo 200 cm^{-1} , Tiempo de recorrido 6 min, respuesta 2.

IV. RESULTADOS

Se obtuvo un compuesto según el procedimiento reportado por Trippett (2), el producto, un sólido blanco que fue recristalizado de tolueno fundió a la misma temperatura que el aducto de Trippett (255 °C). Seguidamente se obtuvo otro producto que fundió a la misma temperatura por medio de la mezcla de iguales cantidades de benzaldehído y acetato de amonio que las utilizadas por Trippett (2) y se irradió la mezcla durante 3 minutos en un horno de microondas doméstico. Tal producto fue cristalizado también de tolueno. Una comparación de los espectros de infrarrojo de ambos productos demuestra que se trata de un mismo compuesto.

V. DISCUSION

Ante la falta de Instrumental adecuado para elucidar los compuestos obtenidos (Espectrofotometría RMN y de Masas), la metodología acogida incluye la obtención del compuesto por el método tradicional, para que este sea el patrón de comparación del compuesto obtenido por microondas.

VI. CONCLUSIONES

El aducto reportado por Trippett en 1957 (2) como



(N-berizoil-N-bencil;denmeso-1:2-difen;let;len-diamina) puede ser obtenido con una disminución del tiempo de reacción (de 4 horas a 3 minutos) mediante la asistencia a la reacción de energía de microondas.

VI. REFERENCIAS

- (1) W. Zhang, J. L. Loebach. S. R. Wilson and E. N. Jacobsen, J. Am. Chem. Soc. 112, (1990), <https://doi.org/10.1021/ja00163a052>
- (2) S. Trippeff, J. Chem. Soc., (1957), 4407-4408.
- (3) H. M. Kingston, L. B. Jassie, Introduction to Microwave Sample Preparation Theory and Practice. American Chemical Society, Washington D, C, E.E.U.U. 1988.
- (4) Alumina-Mediated Microwave Thermolysis: A New Approach to Deprotection of Benzyl Esters. R.S. Varma y colaboradores: Tetrahedron Lett. 34, 4603 (1993), [https://doi.org/10.1016/S0040-4039\(00\)60635-4](https://doi.org/10.1016/S0040-4039(00)60635-4)
- (5) Selective Oxidation of Sulfides to Sulfoxides or Sulfones on Sodium Periodate uDopedu Silica Surface and Microwave irradiation. R. S. Varma y colaboradores Tetrahedron Lett. 38, 6525 (1997).
- (6) Synthesis of Substituted Diphenylamines. Mark Baush. de: Chemistry and Biochemistry Southern Illinois University at Carbondale (1997), [https://doi.org/10.1016/S0040-4039\(97\)01520-7](https://doi.org/10.1016/S0040-4039(97)01520-7)
- (7) Microwave Thermolysis with Clayfen: Soivent Free Oxidation of Sulfides to Sulfoxides. FL 8. Varma and R. Dahiya: Synth. Commun., 1998-en prensa.

Copyright (c) 1999 Franz Barrios, Pedro Ordoñez y Edgar Goñez



Este texto está protegido por una licencia [Creative Commons 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

Usted es libre para Compartir —copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato— y Adaptar el documento —remezclar, transformar y crear a partir del material— para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

[Resumen del licencia](#) - [Texto completo de la licencia](#)