

UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE MÉXICO

---



FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLÁN

“Estudio de la reacción del 2-acetiltiofeno con 5-bromoindol en  
medio heterogéneo y en ausencia de disolvente”

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

QUÍMICA

PRESENTA:

BETEL NOEMÍ PACHECO HERNÁNDEZ

Asesor: Dr. José Guillermo Penieres Carrillo



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

Este trabajo se realizó en las instalaciones de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán UNAM en la sección de Investigación de Química Orgánica en el laboratorio L-121, bajo la asesoría del Dr. José Guillermo Penieres Carrillo.

Por el apoyo brindado a la realización de esta Tesis ya que sin su ayuda no hubiese sido posible, agradezco:

A la UNAM.

A la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.

A los sinodales:

Dr. René Miranda Ruvalcaba

Dr. José Guillermo Penieres Carrillo

MC. Rubén Sanabria Tzintzun

MC. Eva Hernández Godínez

Dr. Fernando Ortega Jiménez

A todos ellos por sus valiosas aportaciones y consejos que me brindaron durante la revisión de este trabajo.

A mi asesor el Dr. José Guillermo Penieres Carrillo por el apoyo en todo momento para realizar este trabajo.

A todos los que forman parte del equipo del área de Investigación de Química Orgánica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.

A todos aquellos profesores quienes ayudaron en mi formación académica, especialmente a los profesores Q. Porfirio García Estrada, Dra. Ana María Velázquez Sánchez, por su apoyo. Gracias.

A todos mis compañeros del laboratorio L-121 Guadalupe, muy especialmente a César, Josefina, Eugenia y Ernesto. A todos ustedes además de la compañía les agradezco lo más valioso, su amistad.

Al maestro José Guadalupe García Estrada por la colaboración y aportación a este proyecto.

A la coordinadora de la carrera de Química, MC. Ofelia Vega, por su accesibilidad como persona y por el apoyo que otorga a todos los alumnos.

A todos ustedes, las piezas fundamentales para que este proyecto saliera a flote. Mi agradecimiento y admiración.

*Necesitamos un gran conocimiento  
para darnos cuenta de nuestra ignorancia.*

*Los pequeños detalles  
hacen la perfección. (Miguel Ángel).*

Agradezco y dedico principalmente a Dios porque sin él simplemente esto no estaría sucediendo.

A mis abuelitos: Guillermo, Ma. Luisa, Manuel y Cenobia porque sin ellos no tendría la parte mas importante de mi vida MIS PADRES.

A mis padres Sonia y Alberto que sin su apoyo, comprensión, desvelos, trabajo, amistad, cariño, regaños y sacrificios nada de esto fuese posible, y agradezco a ustedes infinitamente cada uno de estos actos. Para quienes la mayor satisfacción es ver la conclusión de esta etapa. Con todo mi corazón y amor gracias.

A mi hermano Israel Alberto, por ser mas que un compañero de juegos, pues mucho o poco has dedicado tiempo y esfuerzo, en ayudarme y apoyarme en mi formación personal. Mil gracias.

A ti Jorge que has sido mi apoyo incondicional en tiempo y espacio a lo largo de estos 9 años que han sido maravillosos. Gracias por esperar y caminar a mi lado, por ser mi otra mitad. Porque este año empezamos algo junto que espero sea eterno. Te Amo.

A mis primos Sandy, Ana, Bertha, Félix, Diego, Carlos, Luis Carlos Salas, Roberto Mejía, Nashelly Cabrera y Sandra García. A mis tíos, Olivia, Carmen, Carlos y Manuel, porque siempre están ahí y han colaborado aun y con la mas minima palabra o frase en mis actos. Gracias.

Para mi sobrinita María Fernanda Salas Larrinua por ser mi amiguita y compañera de juegos y sonrisas. Porque para hacerme reír o entendernos no es necesario hablar de nada. Gracias aquí también a tus papis que me dieron la oportunidad.

A mi sobrinita Elizabeth Pacheco García, porque llegas a una gran familia donde todos te queremos.

Al más reciente miembro de la familia, mi sobrinito Juan Manuel Pacheco Cabrera. Que aunque tienes poco en la familia se te quiere igual que a todos.

A mis tíos (as): Maricarmen, María Eugenia, Marisa, Isaac, Alejandro, Edgar Israel; porque cuanto han tenido la oportunidad me han ayudado y apoyado. Muchas gracias.

Para mi amiga de toda la vida Patricia Hernández, porque aunque no estés a mi lado se que cuento contigo siempre y pase lo que pase. Te estimo y te quiero mucho. Simplemente gracias por tu amistad incondicional.

A mi amiga Idania Salazar, porque me has mostrado que el significado amistad es lo mas fuerte y preciado que existe, porque aunque no estemos juntas siempre tienes tiempo para una amiga, por escucharme y ser una persona extraordinaria. Y esto también es para tu nena hermosa Daniela.

A la antigua banda Israel Posadas, Pilar Flores, Roberto Ocampo y Darío Carbajal.

Isra por simplemente ser quien eres, mi hermanito y mi mejor amigo T.Q.M. A Pilar por estar siempre que la necesite, por tenerme paciencia y apoyarme en cada cosa que estuvo en tus manos, mil gracias. Robert por ser un amigo sin condiciones y sin tiempos, gracias por tenderme la mano. A ti Darío por tu apoyo sin importar nada, por los viajes incomparables en el eterno vocho, fue genial. A todos ustedes gracias por ser durante 5 años más que mis compañeros de banca, por ser mi familia. Siempre los llevare conmigo.

A mis compañeros de la generación 30 de Química: Abigail, Hilda, Vladimir, Elizabeth, Ángeles, Carmen, Tania, Marysol.

Muy especialmente a mis amigos que los recuerdo con muchísimo cariño y muy especialmente: Abigail, porque fueron muchos o pocos los momentos que compartimos y los recuerdo siempre, y que llevaré conmigo todos los días. Hilda, por hacer de mis días toda una sonrisa y porque deseo que siempre conserves tu optimismo que contagias por donde vayas. Y a Vladimir, por ser siempre un súper amigo.

A quienes más que compañeros o conocidos se convirtieron en otra familia para mi y a todos los quiero: Yesica (Q 31), César (Q 31), Juan Manuel (Q 31), Josefina (Q 31), Eugenia (Q 31), Ernesto, Karla (Q 32), Jesús (Q 31) , Lupita (Q32) y Alex (Q 31). A todos ustedes por haberme adoptado cuando estuve sola muchas gracias.

Yesi y César muy especialmente los recuerdo y los quiero muchísimo porque son grandes personas y están hay con algún consejo o simplemente con su compañía. El mayor de mis agradecimientos. Porque como personas valen muchísimo.

Para Joy, no tengo palabras para decir las gracias que te doy por tu amistad, eres una persona súper, como pocas en mi vida. Gracias por este tiempo que has dedicado a esta amistad, por tu paciencia y la gran ayuda hacia mí. Pero sobre todo por tu complicidad y compañía en este tiempo, que aunque ha sido cortó (6 meses....) ha sido genial, te quiero mucho.

A ti Güido aunque también a sido poco el tiempo que hemos convivido (5 meses....), han sido muy divertidos y provechosos, puesto que tu amistad ha sido tan valiosa. Gracias por reír conmigo, charlar y tan solo por pasar unos momentos juntas, por tu ayuda y comprensión. T.Q.M.



Y a ustedes con el cariño más grande que tengo y deseando conservar su amistad por mucho tiempo: muy especialmente Josefina y Eugenia por mostrarme que una buena amistad no depende de cuanto tiempo tengamos de conocernos, cuando que importa viajar juntas a semanas de tratarnos, cuando se prefiere reír de la nada hasta que duela la panza que trabajar por un día, cuando lo bueno del día es vernos aunque nos ignoremos.

Las quiero mucho. Porque a lo largo de estos dos años han hecho por mi lo que nadie antes. Han valorado mi amistad como nadie y nunca me dejaron, por ser mi apoyo, en todo momento y porque simplemente sola no hubiera podido hacerlo, por compartir absolutamente todo, estaré eternamente agradecida.

Al buen amigo MC. J. Ernesto Valdez, por la ayuda y la accesibilidad que tienes como profesionista y aún más lo que te hace ser un persona valiosa. Desde el momento que regresaste a trabajar al labo, llegaste sencillo y humilde en tu trato para con cada uno de los compañeros. Por la contribución a cada uno de los proyectos de este equipo de trabajo. Muchas gracias.

A la familia Murillo Ochoa por esperar algo de mí, apoyándome siempre aun en la más mínima de las circunstancias.

Al Dr. José Guillermo Penieres Carrillo por su apoyo en el transcurso de la realización de este trabajo y el haberme permitido trabajar con él. Por el interés, la paciencia y dedicación a cada uno de sus proyectos. Muchas gracias.

Al profesor Q. Porfirio García Estrada, por confiar y esperar muchas cosas de nosotras.

Para una amiga que se que aunque estés un poco lejos no impedirá que te recuerde con cariño. Gracias Q. Noelia Ceballos porque aunque fue poco el tiempo que estuviste aquí créeme que aprendí mucho de ti. Que aun y alejadas siempre ofreciste tu ayuda hasta donde pudieras. Y espero siempre estar en contacto contigo. Además se que Argentina no esta muy alejado. Eres una de las mejores personas que e conocido en mi vida.

Esto es con cariño para todas estas personas fundamentales en mi vida. Mil gracias.

	PÁGINA
1. Introducción	1
2. Hipótesis	4
3. Objetivos	
3.1 Objetivo General.	5
3.2 Objetivos Particulares.	5
4. Generalidades	
4.1 Antecedentes de la Química Verde.	6
4.2 Bentonita	9
4.3 Estructura de la bentonita (TAFB) y su composición química.	10
4.4 Cinética, velocidad de reacción, energía de activación y estado de transición.	16
4.5 Tiofeno.	17
4.6 Indol.	20
4.7 Reacciones de condensación aldólica y similares.	21
4.8 Reacciones de SEA	24
4.9 Espectro eletromagnético	26
4.10 Irradiación infrarroja.	28
4.11 Irradiación por microondas	30
4.12 Cálculos semiempíricos	36

5. Metodología Experimental.	
5.1 Materiales y equipo	39
5.2 Método para la síntesis	42
6. Resultados	44
6.1 Discusión.	61
7. Conclusiones.	72
8. Perspectivas.	73
9. Referencias.	74

## LISTA DE ABREVIATURAS

DIM	Diindolilmetano
DIA	Diindolilalcano
TAFF	Tonsil Actisil FF
RMN	Resonancia magnética nuclear
EMIE	Espectrometría de masas por impacto electrónico
ppm	Partes por millón
MHz	Megahertz
M <sup>+</sup>	Ión molecular
m/z	Relación masa/carga
KV	Kilovolts
V	Volts
eV	Electrónvolts
MO	Microondas
IR	Infrarrojo
US	Ultrasonido
SEA	Sustitución electrofílica aromática
$\lambda$	Longitud de onda
Å	Angstroms
$\Delta G$	Energía libre
AM1	Austin model 1

# **INTRODUCCIÓN**

## 1. INTRODUCCIÓN

En particular, la Química Verde es el diseño de productos o procesos que reducen o eliminan el uso y/o la producción de sustancias peligrosas.

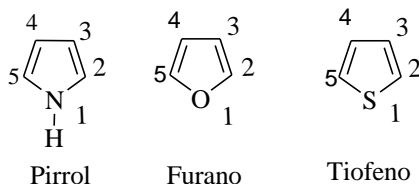
Las áreas de enfoque de la química verde son las siguientes:

- La utilización de rutas sintéticas alternativas.
- La utilización de condiciones de reacción alternativas.
- El diseño de sustancias químicas que sean, por ejemplo, menos tóxicas que las disponibles actualmente o inherentemente más seguras con respecto a su potencial de accidentes.

La introducción de estas nuevas formas de trabajo experimental ha impulsado muchas investigaciones en síntesis orgánica que continúa día a día, esto se debe principalmente a que las síntesis suelen ser de bajo costo y de menor impacto en la contaminación.

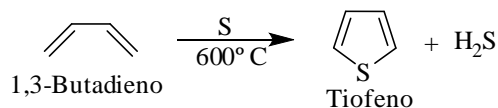
Por otro lado, los compuestos heterocíclicos son comunes en química orgánica y muchos tienen propiedades biológicas importantes.

El pirrol, el furano y el tiofeno son los heterociclos insaturados de cinco miembros más comunes (**Figura 1**). Cada uno tiene dos dobles enlaces y un heteroátomo (N, O ó S).<sup>1</sup>



**Figura 1.** Estructuras de pirrol, furano y tiofeno.

Los tiofenos se hallan en cantidades pequeñas en el alquitrán de la hulla y se sintetizan en la industria por medio de la ciclación de butano o butadieno con azufre a 600° C (**Figura 2**).

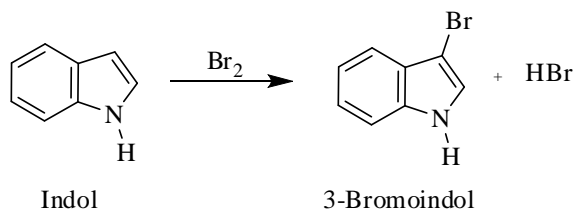


**Figura 2.** Síntesis industrial del Tiofeno.

La química del tiofeno es similar a la de los anillos activados del benceno; sin embargo, el tiofeno es más reactivo hacia los electrófilos que los anillos de benceno y a menudo se precisa baja temperatura para regular las reacciones.

Por lo general, una sustitución electrofílica ocurre en el carbono-2, la posición vecina al heteroátomo, ya que esta posición conduce a un catión intermediario más estable que tiene tres formas de resonancia, mientras que el ataque en el carbono-3 origina al catión menos estable con sólo dos formas en resonancia.

El indol tiene un nitrógeno no básico, semejante al del pirrol, y presenta reacciones de sustitución electrofílica con más facilidad que el benceno.<sup>1</sup> La sustitución se efectúa en el C3 del anillo del pirrol, rico en electrones, en lugar del anillo de benceno (**Figura 3**).



**Figura 3.** Ejemplo de la reacción SEA en el indol.



La idea principal de este trabajo fue la formación de un diindolilmetano (DIM), empleando como reactivos el 2-acetiltiofeno y el 5-bromoindol, siguiendo la línea de investigación que se presenta en nuestro equipo de laboratorio y de acuerdo a estudios anteriores.

Sin embargo, al purificar el crudo de la reacción y llevar a cabo la caracterización de los productos obtenidos sorpresivamente nos dimos cuenta que no se trataba del compuesto deseado. De tal forma que la reacción dio como resultado la formación del dímero de 2-acetiltiofeno.

Teniendo estos resultados se decidió realizar una prueba con el 5-bromoindol para estudiar su comportamiento, y saber si presentaría el mismo camino en su formación que el primer caso del 2-acetiltiofeno.

Así, en el presente trabajo se buscó estar en equilibrio con los principios de la Química Verde, enfocándose en la síntesis de dos compuestos con aplicaciones importantes dentro de la química orgánica, que permitiesen la formación de productos novedosos ocupando una arcilla bentonítica de origen nacional y fuentes alternas de energía, cuidando así el medio ambiente.

# **HIPÓTESIS**

## **2. HIPÓTESIS**

Dado que es conocido que el indol y derivados de él llevan a cabo reacciones de SEA con aldehídos y cetonas, se espera que se formen los correspondientes productos entre el 2-acetiltiofeno y el indol.

# **OBJETIVOS**

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1 OBJETIVO GENERAL**

Realizar la reacción de síntesis de derivados de tiofeno con indol utilizando una arcilla bentonítica de origen nacional como catalizador, soporte de reactivos y medio de reacción, empleando diversas fuentes de energía alternas como son la radiación infrarroja y las frecuencias de microondas en ausencia de disolventes, a efecto de una contribución al estudio de este tipo de reacciones para la química verde.

#### **3.2 OBJETIVOS PARTICULARES**

- ° Realizar la reacción del 2-acetiltiofeno con 5-bromoindol para estudiar el comportamiento de está.
- ° Utilizar energías alternas como fuente de activación de reacciones químicas.
- ° Purificar y caracterizar los productos de reacción obtenidos mediante técnicas espectroscópicas convencionales.
- ° Buscar el bajo impacto ambiental para la formación de compuestos heterocíclicos y economizar en tiempo, reactivos y energía.
- ° Justificar la formación de los productos obtenidos mediante cálculos computacionales.

# **GENERALIDADES**

## 4. GENERALIDADES

### 4.1 ANTECEDENTES DE LA QUÍMICA VERDE

Los químicos tienen como responsabilidad profesional servir al interés público, al bienestar y al avance del conocimiento científico, preocuparse de la salud y la comunidad, comprender y anticiparse a las consecuencias del medio ambiente y protegerlo.

La industria química que durante mucho tiempo fue considerada proveedora de innovaciones, ha recorrido un complejo camino que la llevó a ser vista actualmente como una de las principales responsables de la contaminación del planeta. De hecho es una de las industrias que libera mayor cantidad y variedad de sustancias tóxicas al medio ambiente.

Es innegable que las industrias de la química, con la tecnología actual que emplean, han contribuido sustancialmente a contaminar el mundo. Pero no es menos cierto que los químicos también participan activamente en la búsqueda de soluciones para los problemas ambientales, ya sea a nivel preventivo o remedial.

El objetivo de la prevención de la contaminación es reemplazar los procesos que producen consecuencias ambientales negativas por otros menos contaminantes.

La Química Verde se ocupa del diseño de productos y procesos químicos que reducen o eliminan el uso y producción de sustancias peligrosas.

La Química Verde se rige principalmente por doce principios fundamentales que son partidarios al medio ambiente<sup>2</sup>, siendo los siguientes:

*1. Prevención de desechos*

Es preferible evitar la producción de un residuo que tratar de limpiarlo una vez que se haya formado.

*2. Economía atómica*

Las síntesis químicas deben ser diseñadas para maximizar la incorporación de los átomos usados en el producto final, evitando el uso de disolventes, de sustancias auxiliares y subproductos de reacción.

*3. Síntesis químicas menos peligrosas*

Los métodos de síntesis deberán diseñarse para utilizar y generar sustancias que tengan poca o ninguna toxicidad, tanto para el hombre como para el medio ambiente.

*4. Generar productos eficaces pero no tóxicos*

Se propone la formación de productos químicos diseñados de manera que mantengan la eficacia a la vez que reduzcan su toxicidad.

*5. Menor uso de sustancias auxiliares*

Evitar, en lo posible, el uso de sustancias que no sean necesarias (disolventes, reactivos para llevar a cabo separaciones, etc.), y en el caso de que se utilicen que sean lo más inocuos posible.

*6. Disminuir el impacto de las fuentes de energía*

Los requerimientos energéticos serán catalogados por su impacto medioambiental y económico, reduciéndose todo lo posible. Se intentará llevar a cabo los métodos de síntesis a temperatura y presión ambiente.



*7. Uso de materias primas renovables*

La materia prima ha de ser preferiblemente renovable en vez de agotable, siempre que sea técnica y económicamente viable.

*8. Evitar el uso de derivados*

Se evitará en lo posible la formación de derivados (grupos de bloqueo, de protección/desprotección, modificación temporal de procesos físicos/químicos).

*9. Uso de catalizadores*

Se emplearán catalizadores (lo más selectivos posible), reutilizables en lo posible, en lugar de reactivos estequiométricos.

El catalizador provee de caminos alternos para llevar a cabo la reacción, reduciendo las barreras energéticas, disminuyendo el impacto de las fuentes de energía.

*10. Diseño de productos degradables*

Los productos químicos se diseñarán de tal manera que al finalizar su función no persistan en el medio ambiente, sino que se transformen en productos de degradación inocuos.

*11. Análisis en tiempo real de proceso*

Las metodologías analíticas serán desarrolladas para permitir una monitorización y control en tiempo real del proceso, previo a la formación de sustancias peligrosas.

*12. Minimizar el potencial de accidentes químicos.*

Se elegirán las sustancias empleadas en los procesos químicos de forma que se minimice el riesgo de accidentes químicos, incluidas las emanaciones, explosiones e incendios.

En México, se han realizado diversas actividades para el desarrollo de tecnología, así como para la optimización de procesos mediante el uso de sustancias químicas amigables con el ambiente, tanto por instituciones de investigación pública como privada. En el sector industrial también se han desarrollado programas para la mejora de procesos o sustitución de sustancias peligrosas, con la finalidad de reducir la generación de residuos peligrosos, mejorar el rendimiento de los procesos, y eliminar gastos por el manejo de residuos y optimizar el consumo de materias primas.

#### **4.2 BENTONITA**

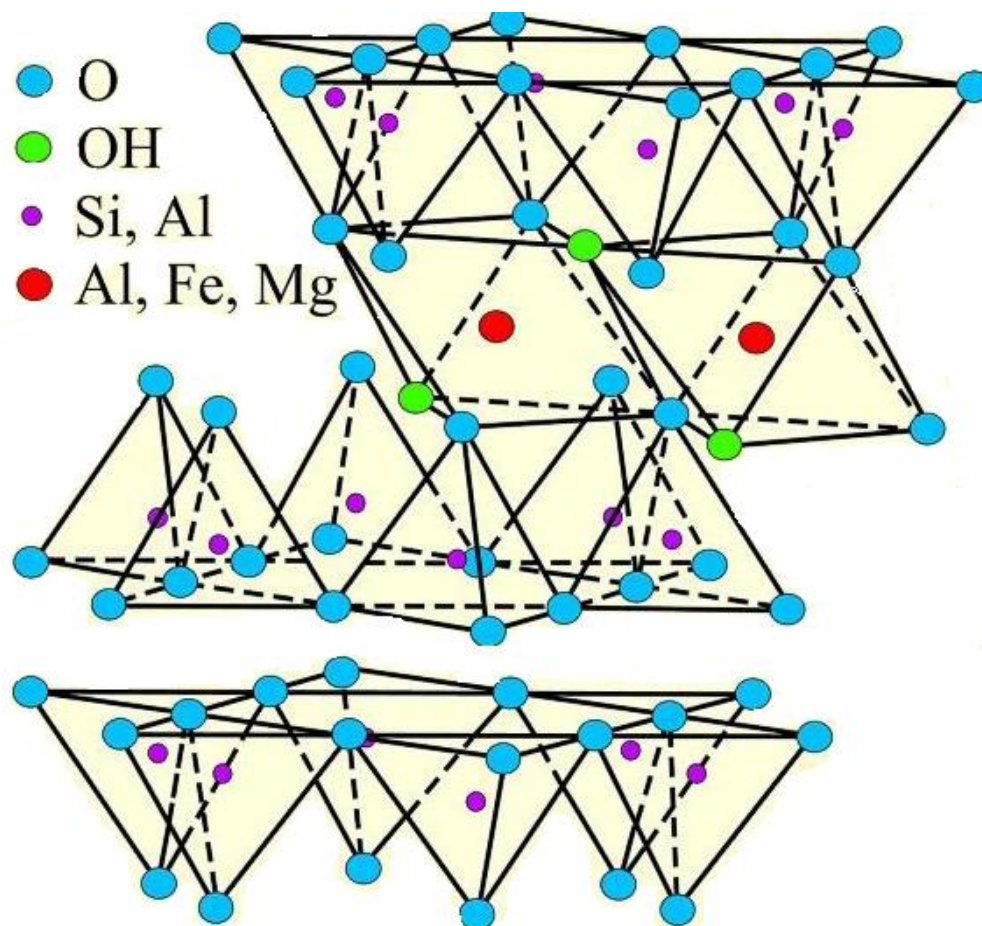
La arcilla conocida con el nombre de bentonita se define actualmente como un aluminosilicato que contiene al menos el 50% de montmorillonita en su composición, encontrándose con otros materiales arcillosos en menor proporción.<sup>3-5</sup>

Las arcillas son cualquier sedimento o depósito mineral que es plástico cuando se humedece y que consiste de un material granuloso muy fino, formado por partículas muy pequeñas cuyo tamaño es inferior a 4 micras, y que se componen principalmente de silicatos de aluminio hidratados.

El nombre "bentonita" proviene de Fort Benton, situado en el estado de Wyoming, EEUU, lugar en que fue descubierta por primera vez en 1888.

### 4.3 ESTRUCTURA DE LA BENTONITA (TAFF) Y SU COMPOSICIÓN QUÍMICA

Los minerales arcillosos del tipo montmorillonita (**Figura 4**), comunes en suelos y sedimentos, se presentan con iones sodio, calcio, magnesio o combinación de éstos. En Durango (México), la especie dominante es la montmorillonita sódica baja en calcio y muy expansible.<sup>6</sup> Las propiedades catalíticas de las montmorillonitas se incrementan con los tratamientos ácidos y varían dependiendo de la fuerza ácida, de los cambios en la estructura del aluminosilicato y de las propiedades superficiales.



**Figura 4.** Estructura parcial de la Montmorillonita.

❖ *Composición química de la bentonita.*

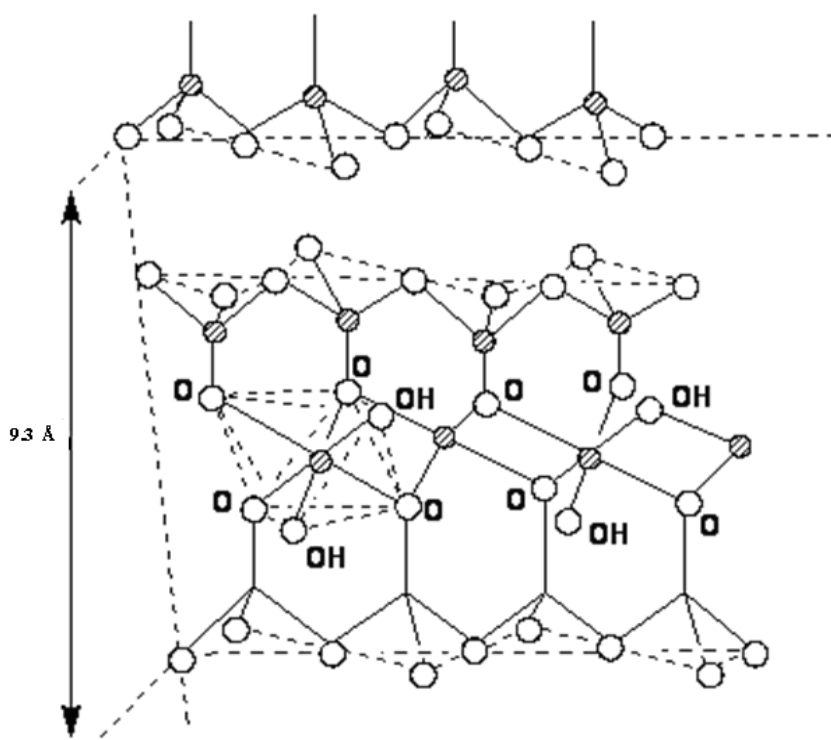
La composición química de estos minerales se suele expresar en términos de óxidos básicos: SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, MgO, CaO, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O y TiO<sub>2</sub>, entre otros, además de H<sub>2</sub>O; sin embargo, una descripción más significativa es la fórmula estructural en la que se precisa el grado de sustitución catiónica de las capas.<sup>7</sup>

En 1999 Penieres<sup>3</sup> llevó a cabo la caracterización de la arcilla bentonítica (TAFF) mexicana (nombre comercial, Tonsil Actilsil FF) para establecer la composición química de la misma mediante la técnica de fluorescencia de rayos X. Los datos obtenidos se presentan en la **Tabla 1**.

**Tabla 1.** Composición química del TAFF (bentonita).

Componente	%
Si <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	63.49
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.70
MgO	3.14
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.93
CaO	1.53
K <sub>2</sub> O	3.16
TiO <sub>2</sub>	0.59
MnO	0.03
Na <sub>2</sub> O	0.82
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.13
H <sub>2</sub> O	9.48

También se determinaron algunas propiedades texturales importantes, como son las siguientes. El área superficial específica de esta arcilla es de  $161.074 \text{ m}^2/\text{g}$ , presenta un volumen promedio de poro de  $0.3235 \text{ cm}^3/\text{g}$  y un diámetro promedio de poro de  $77.0873 \text{ \AA}$ , determinada mediante una isoterma de BET con nitrógeno; además, tiene una acidez total calculada por termodesorción de amoníaco de  $12.107 \text{ \mu m/mg}$ , así como un tamaño de partícula de 325 mallas (**Figura 5**).<sup>7</sup>



**Figura 5.** Estructura parcial de una montmorillonita

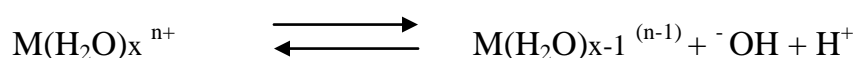
#### *Uso de la bentonita como catalizador*

El uso de aluminosilicatos en diferentes campos de la catálisis es tan antiguo como el propio concepto de catálisis. Son muchas las aplicaciones de las arcillas como catalizadores o soporte de catalizadores en diferentes procesos químicos.

Las propiedades catalíticas de las bentonitas son resultado directo de su elevada superficie específica y tipo de centros activos.<sup>8</sup>

*Acidez de la Bentonita*

Un factor importante en catálisis por sólidos inorgánicos es la presencia de sitios ácidos de Lewis y de Brönsted en su superficie o interior poroso. Para el caso particular de las arcillas, se ha explicado su actividad como catalizadores en reacciones en base a la acidez de Brönsted, otorgada por los iones  $H^+$  ubicados en la zona de intercapas, o más comúnmente por la disociación del agua relacionada con los cationes metálicos intercambiables, según el equilibrio que se muestra en la siguiente ecuación:



donde este equilibrio depende de la naturaleza del ion metálico. Se establece que a mayor radio de carga del ión, éste estará más hidratado y, por lo tanto, se tendrá un ácido más fuerte. Así, una arcilla con  $Al^{+3}$  como ion intercambiable es más fuerte como ácido de Brönsted que una arcilla con  $Na^+$ .<sup>9</sup>

Por otro lado, se pueden encontrar sitios ácidos de Lewis en los cationes metálicos estructurales expuestos y capaces de aceptar electrones de un ligante, aunque también los cationes metálicos intercambiables pueden funcionar como ácidos de Lewis. En este caso, las moléculas de agua son un factor que afecta la acidez de Lewis, ya que solvatan o están coordinadas con aceptores potenciales de electrones, de tal manera que si una arcilla puede actuar como ácido de Lewis para una molécula de agua, ésta puede ser removida para dejar esos sitios disponibles.

Una característica estructural de los aluminosilicatos es la existencia de grupos silanol ( $SiO_4$ ). Con la deshidratación de una arcilla a temperaturas entre 200-400 °C, se llega a la formación de grupos siloxano ( $O_3Si-O-SiO_3$ ) y también de radicales sililoxi ( $O_3Si-O\cdot$ ) y de dímeros ( $O_3Si-O-O-SiO_3$ ). En ambos casos, el enlace silicio-oxígeno es excepcionalmente fuerte y los radicales sililoxilo son especies oxidantes altamente reactivas.

Por otro lado, el estudio sistematizado sobre transformaciones químicas mediante el empleo de reactivos soportados o intercalados en sistemas inorgánicos insolubles ha permitido que la química preparativa contemple nuevas alternativas de síntesis. Esta modalidad de reacción se basa en cambios en fase heterogénea.

Las conversiones de sustratos involucra la participación de los átomos de la arcilla uniformemente distribuidos en los espacios interlaminares de ella, ya que se conoce que solamente cuando una misma muestra de arcilla ha sido usada en repetidas ocasiones, y por un tiempo prolongado, entonces ésta se colapsa y sólo la superficie exterior es catalíticamente activa.

Así, con esta visión de la adsorción de sustratos y reactivos se propone que se induce una reducción en la dimensionalidad del espacio de la reacción, manifestándose la siguiente secuencia:<sup>9</sup>

adsorción de los reactivos→activación y reacción de los mismos→ desorción de los productos.

#### *Propiedades de un catalizador*

La velocidad de una reacción puede aumentar notablemente por la presencia de una pequeña cantidad de otra sustancia que no se consume durante la reacción. Esta sustancia recibe el nombre de catalizador, el cual presenta las siguientes propiedades:

- ◆ Aumenta la velocidad de reacción cuando se halla presente en pequeñas cantidades.
- ◆ Al final de la reacción, conserva sus propiedades químicas iniciales, aun cuando participa cíclicamente en la reacción y, por lo tanto, se regenera continuamente. Sin embargo, la forma física de un catalizador sólido puede ser distinta al final de una reacción.

- ◆ Puede ser específico para una reacción en particular.
- ◆ No puede modificar los cambios de entalpía y energía libre o la constante de equilibrio de la reacción. En consecuencia, debe aumentar la velocidad de la reacción mediante una ruta alternativa con menor energía de activación.

En algunas reacciones químicas, incluso algunas de importancia industrial, la reacción se efectúa sobre una superficie sólida, y no en una fase uniforme a través del gas o líquido que rodea al sólido. Estas reacciones se llaman heterogéneas.

La característica más sobresaliente de las reacciones heterogéneas es la especificidad química de la fase sólida (catalizador). Los diferentes sólidos no sólo producen velocidades de reacción que difieren en muchos órdenes de magnitud, sino que pueden dar origen a distintos productos a partir del mismo compuesto inicial.

### *Catálisis*

La catálisis como rama de la ciencia, se encarga del estudio del fenómeno que se presenta en un sistema reaccionante al introducir una sustancia denominada catalizador, que da lugar a un camino alterno al proceso de transformación química, tal alternativa lleva consigo una modificación en la velocidad de la reacción.<sup>9</sup>



#### 4.4 CINÉTICA, VELOCIDAD DE REACCIÓN, ENERGÍA DE ACTIVACIÓN Y ESTADO DE TRANSICIÓN

##### ❖ *Cinética y Velocidad de reacción*

La cinética es el estudio de las velocidades de reacción. La manera en cómo progresa una reacción es tan importante como la posición de su equilibrio. El hecho de que la termodinámica favorezca una reacción ( $\Delta G^\circ$ ) no necesariamente significa que el realidad vaya a tener lugar.

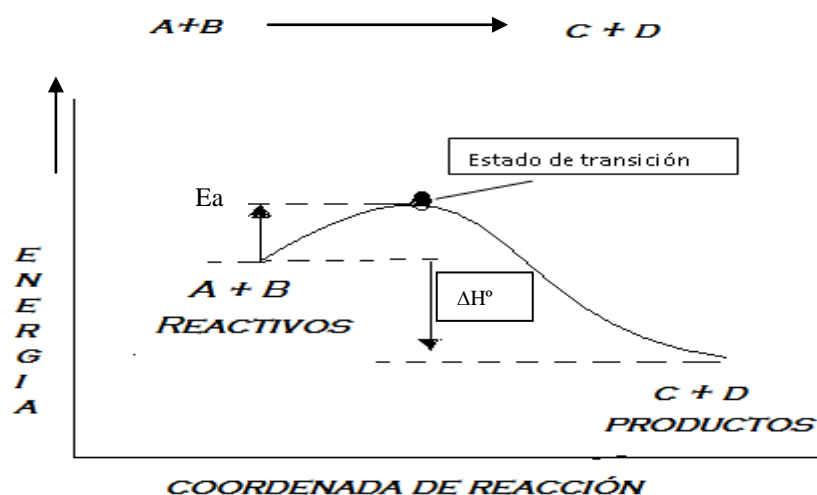
La velocidad de una reacción se refiere a qué tan rápido aparecen los productos y desaparecen los reactivos. Podemos determinar la velocidad midiendo el aumento en las concentraciones de los productos, o la disminución de las concentraciones de los reactivos a través del tiempo.<sup>10</sup>

##### ❖ *Energía de Activación*

Es la energía cinética mínima que deben poseer las moléculas para vencer las repulsiones entre sus nubes electrónicas cuando chocan, representa la diferencia de energía entre los reactivos y el estado de transición, que es el estado de mayor energía en el curso de la reacción.

En efecto, la energía de activación es la barrera de energía que se debe superar para que se lleve a cabo la reacción. El valor de la energía de activación siempre es positivo, y su magnitud depende de la energía relativa del estado de transición. El término estado de transición implica que esta configuración es el tránsito entre los reactivos y los productos, y que las moléculas pueden ir hacia los productos, o regresar hacia los reactivos.<sup>10</sup>

Los conceptos de estado de transición y de energía de activación se comprenden con mayor facilidad gráficamente (**Figura 6**).



**Figura 6.** Perfil de energía para una reacción exotérmica en una etapa. Los reactivos están hacia la izquierda y los productos hacia la derecha. El eje vertical representa la energía total. El estado de transición es el punto más alto de la gráfica, y la energía de activación es la diferencia de energía entre los reactivos y el estado de transición.

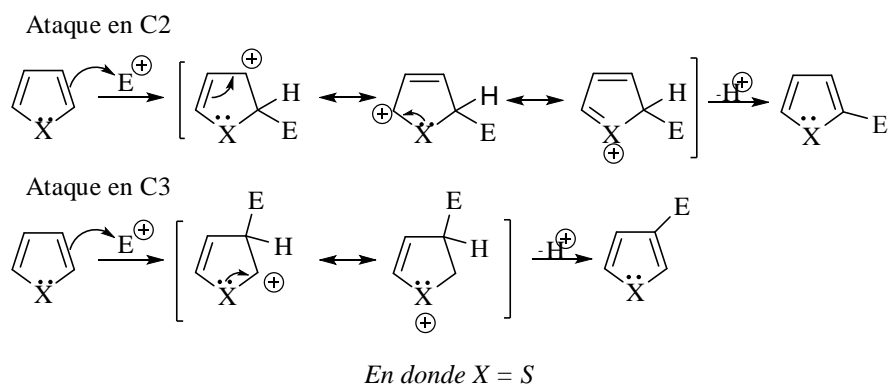
#### 4.5 TIOFENO

El tiofeno es un hidrocarburo constituido por cuatro átomos de hidrógeno (H) y uno de azufre (S) ligados a cuatro átomos de carbono (C), formando un pentágono que puede considerarse, por tanto, una molécula cíclica.

El tiofeno forma productos de sustitución electrofílica porque es aromático. Tiene seis electrones  $\pi$  en un sistema conjugado cíclico. La química de este compuesto es similar a la de los anillos aromáticos bencenoides activados. Al igual que el benceno, los heterociclos aromáticos de cinco miembros experimentan reacciones de sustitución electrofílica en lugar de reacciones de adición.<sup>11</sup>

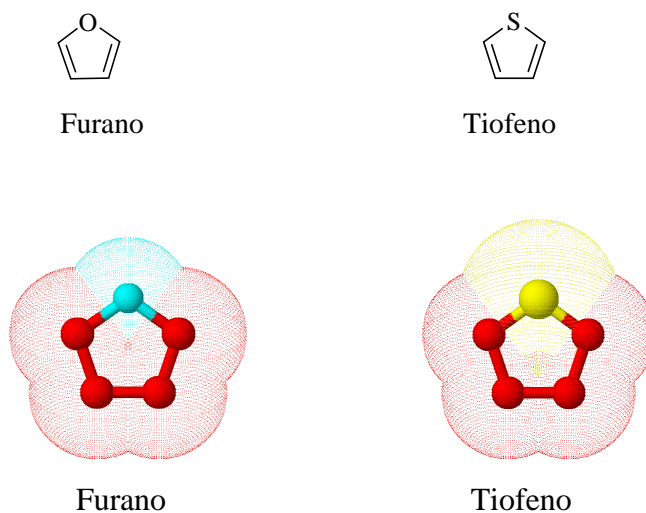
La sustitución electrofílica de estos sistemas aromáticos suele ocurrir preferentemente en el átomo de carbono-2, la posición siguiente al heteroátomo, debido a que es la más rica en electrones (más nucleófila) del anillo.

El ataque electrofílico en carbono-2 forma un intermediario catiónico que es más estable (con más formas resonantes) que el ataque en carbono-3, que forma un catión con sólo dos formas resonantes (**Esquema 1**).



**Esquema 1.** Sustitución electrofílica aromática en el tiofeno.

La energía de resonancia del tiofeno no es tan grande como la del furano debido a la diferencia en tamaños de los orbitales 2p y 3p que ocasiona un traslape menos efectivo (**Esquema 2**).



**Esquema 2.** Comparación en las estructuras del furano y del tiofeno.

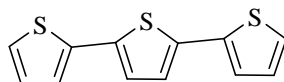
*Propiedades Químicas*

El tiofeno se asemeja al benceno, más que el furano o el pirrol, en muchas de sus reacciones, pero es mucho más reactivo y menos estable. Por autooxidación en presencia de luz, el tiofeno se rompe produciendo ácido sulfúrico y ácido oxálico. El anillo también se descompone en presencia de alúmina a 200° C.

*Productos naturales*

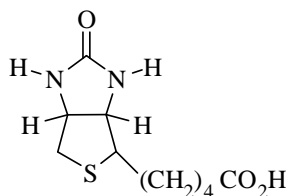
No se han encontrado evidencias de que el tiofeno o el tetrahidrotiofeno se encuentren como tales en la naturaleza, aunque son constituyentes de la brea de hulla y del llamado aceite de pizarra (tipo especial de petróleo). De las mismas fuentes también se han aislado todos los posibles metiltiofenos.<sup>11</sup>

Sin embargo, moléculas relacionadas con el tiofeno se han encontrado en la naturaleza, por ejemplo: el  $\alpha, \alpha$ - tertienilo (**Figura 7**) ha sido aislado de las flores de las caléndulas de la India.



**Figura 7.** Estructura del  $\alpha, \alpha$ - tertienilo.

La biotina (**Figura 8**), constituida por un derivado del tetrahidrotiofeno, es el más importante derivado natural del tiofeno.

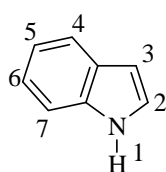


**Figura 8.** Estructura de la Biotina.

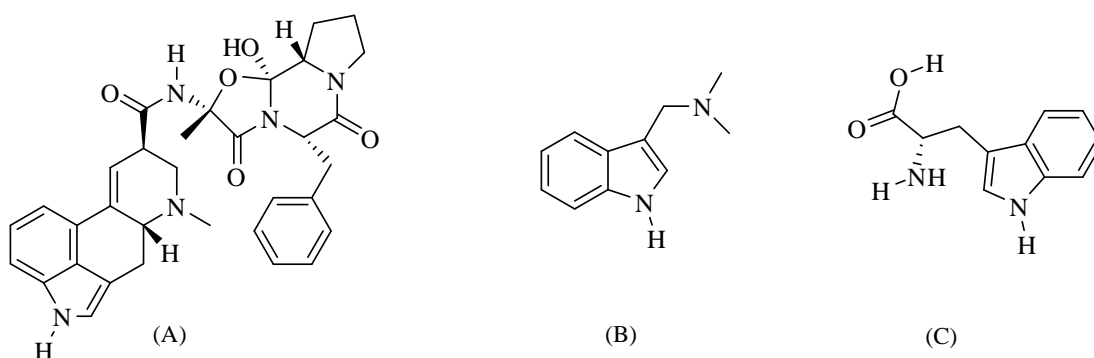
#### 4.6 INDOL

El indol es un compuesto orgánico heterocíclico, con estructura bicíclica que consiste en un anillo de seis miembros (benceno) fusionado a otro de cinco miembros (pirrol).

La estructura del indol (**Figura 9**) puede hallarse en muchos compuestos orgánicos, como el triptófano y las proteínas que lo contienen, en los alcaloides y algunos pigmentos (**Figura 10**).



**Figura 9.** Estructura del Indol.

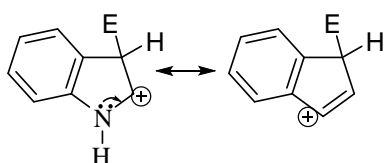


**Figura 10.** Ejemplos de algunos alcaloides importantes que contienen la estructura del indol.

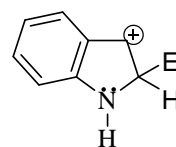
(A) Ergotamina, (B) Gramina, (C) Triptófano.

La química del indol se basa principalmente en la sustitución electrofílica aromática (SEA), la cual se lleva comúnmente en la posición 3.

El examen de los intermediarios de la reacción permite entender por qué la sustitución tiene lugar en carbono-3 en vez de en carbono-2. La mayor estabilidad del intermediario 1 (**Figura 11**), con respecto al intermediario 2 (**Figura 12**), se cree debida al hecho de que es posible la deslocalización de la carga sin afectar la aromaticidad del anillo del benceno, lo posible en el intermediario 2.<sup>12</sup>



**Figura 11.** Intermediario 1



**Figura 12.** Intermediario 2

#### 4.7. REACCIONES DE CONDENSACIÓN ALDÓLICA Y SIMILARES

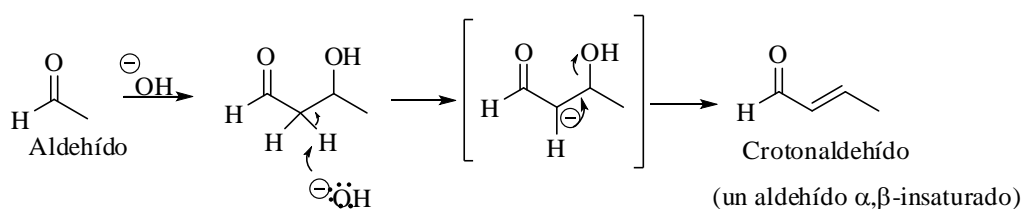
Una reacción de condensación consiste en la interacción de dos moléculas de complejidad media para formar un producto más complejo, por lo general con pérdida de una molécula pequeña.<sup>13</sup>

Los  $\beta$ -hidroxialdehídos o cetonas formados en las reacciones aldólicas pueden deshidratarse fácilmente para generar productos  $\alpha$ ,  $\beta$ -insaturados, o enonas conjugadas.

De hecho, esta pérdida de agua es la que da su nombre a la reacción de condensación, debido a que el agua es eliminada durante la reacción cuando se forma el producto enona.<sup>14</sup>

*Condensación aldólica*

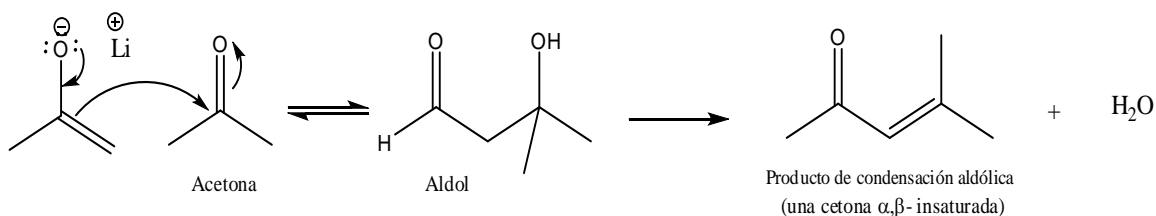
Si el producto aldólico se somete a condiciones de reacción vigorosas (ejemplo: aumentando la concentración de la base o la temperatura, o ambas cosas), reacciona de nuevo con el ion hidróxido por una desprotonación reversible. La extracción de un protón del átomo de carbono intermedio entre los grupos carbonilo e hidroxilo prepara el escenario para la pérdida de ion hidróxido, la cual da origen a un compuesto carbonílico  $\alpha,\beta$ -insaturado. Esta reacción en dos etapas se describe como una condensación aldólica (**Figura 13**).



**Figura 13.** Condensación aldólica de aldehídos.

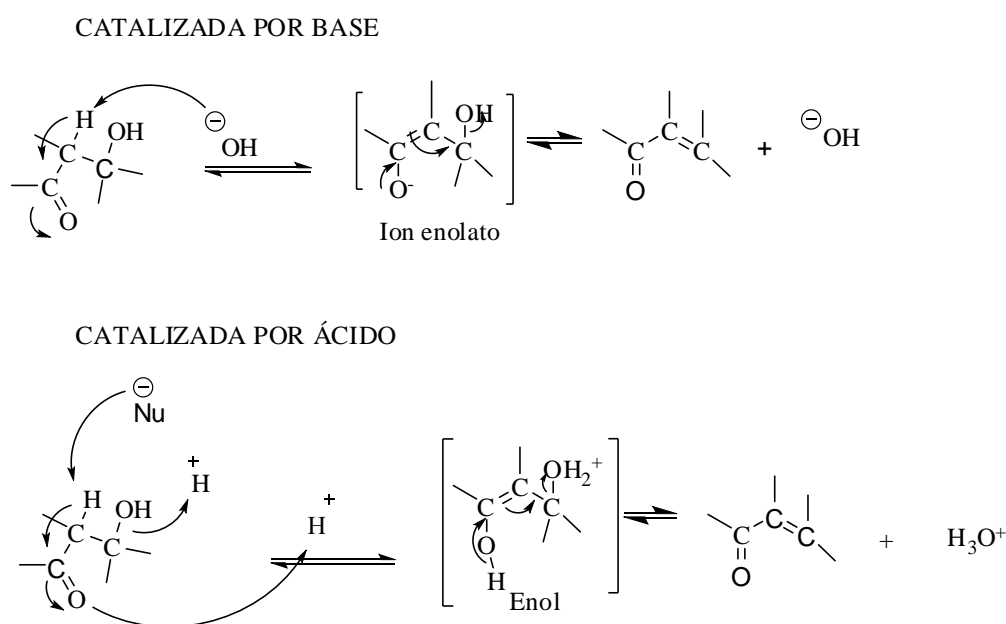
*Condensación aldólica de cetonas*

La reacción aldólica de cetonas sencillas como la acetona es favorable desde el punto de vista energético por unas cuantas kilocalorías por mol. Por consiguiente, en presencia de base, el equilibrio es desfavorable a la formación de  $\beta$ -hidroxicetona (un cetol). Sin embargo, cuando la temperatura se eleva, se forma primero un aldol intermediario y después el producto de condensación aldólica, una cetona  $\alpha,\beta$ -insaturada (**Figura 14**).



**Figura 14.** Condensación aldólica de cetonas.

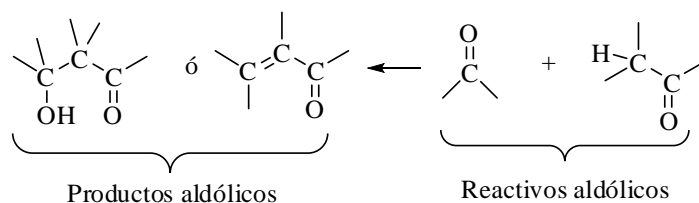
La mayor parte de los alcoholes son resistentes a la deshidratación por una base debido a que el ion hidróxido es un grupo saliente pobre, pero los productos aldólicos se deshidratan fácilmente debido al grupo carbonilo. Bajo condiciones básicas, se elimina un hidrógeno  $\alpha$  ácido, lo que produce un ion enolato que expulsa al grupo saliente  $-OH$  en una reacción de eliminación. Bajo condiciones ácidas, se forma un enol, se protona el grupo  $-OH$  y se expulsa el agua en una reacción E1 ó E2 (**Figura 15**).



**Figura 15.** Condensaciones aldólicas catalizadas por base o ácido.

### Utilización de las reacciones aldólicas en síntesis

La reacción aldólica produce un  $\beta$ -hidroxialdehído/cetona o un aldehído/cetona  $\alpha,\beta$ -insaturado, dependiendo de las condiciones experimentales. Siempre que la molécula objetivo contenga un  $\beta$ -hidroxialdehído/cetona o un grupo funcional enona conjugada, podría provenir de una reacción aldólica (**Figura 16**).



**Figura 16.**



#### 4.8 REACCIONES DE SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA (SEA)

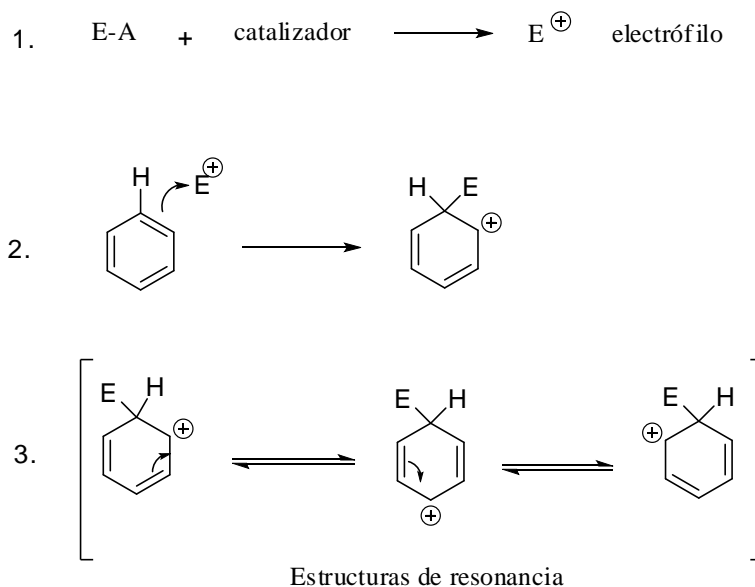
La nube  $\pi$  de un anillo aromático, al igual que la de un doble enlace carbono-carbono, hace de él un blanco potencial para los electrófilos. Sin embargo, en las moléculas aromáticas el ataque electrofílico da origen a productos de sustitución.<sup>13</sup>

La reacción más común de los compuestos aromáticos es la sustitución electrofílica aromática. Esto es, un electrófilo reacciona con un anillo aromático y sustituye a uno de los hidrógenos; la reacción es característica para todos los anillos aromáticos, no sólo benceno y bencenos sustituidos; de hecho, la habilidad de un compuesto para experimentar la sustitución electrofílica aromática es una buena prueba de aromaticidad.<sup>14</sup>

Pueden introducirse varios tipos de sustituyentes diferentes en un anillo aromático a través de las reacciones de sustitución electrofílica. Para listar algunas posibilidades, un anillo aromático puede sustituirse por un halógeno (-Cl, -Br, -I), un grupo nitro (-NO<sub>2</sub>), un grupo ácido sulfónico (-SO<sub>3</sub>H), un grupo alquilo (-R), o un grupo acilo (-COR), entre otros.

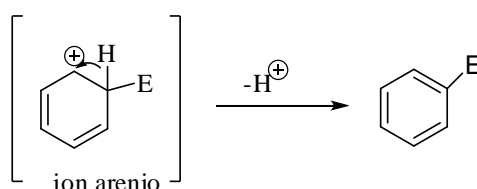
La sustitución electrofílica se verifica en dos etapas: la primera es la adición del electrófilo; la segunda, la pérdida de un protón.

La primera etapa es por lo general determinante de la velocidad; por consiguiente, se puede aprender mucho acerca del proceso de reacción global examinando la estructura del intermediario catiónico que se forma por adición de un electrófilo al benceno (**Figura 17**). Puesto que esta etapa es considerablemente endotérmica, el estado de transición se parece mucho a este intermediario.



**Figura 17.** Mecanismo de SEA

En la segunda etapa de la sustitución electrofílica aromática se pierde un protón y se forma el producto final de sustitución. Esta etapa es considerablemente exotérmica porque se forma de nuevo el sistema  $\pi$  aromático (**Figura 18**).



**Figura 18.** Segunda etapa de la SEA.

La pérdida de un protón del ion arenio no afecta la velocidad general de la sustitución electrofílica aromática, porque la primera etapa es determinante de la velocidad. Además, sólo se puede perder un protón para formar un producto estable, de modo que se obtiene un solo producto del ion arenio.

#### 4.9 ESPECTRO ELECTROMAGNÉTICO

En tiempos de Maxwell (1865), la luz y las radiaciones infrarrojas y ultravioletas que la acompañan, eran los únicos tipos de radiaciones electromagnéticas conocidos. Hoy en día el espectro electromagnético, que se muestra en la **Figura 19**, abarca una amplia gama de diferentes clases de radiaciones provenientes de una variedad de fuentes.<sup>15</sup>

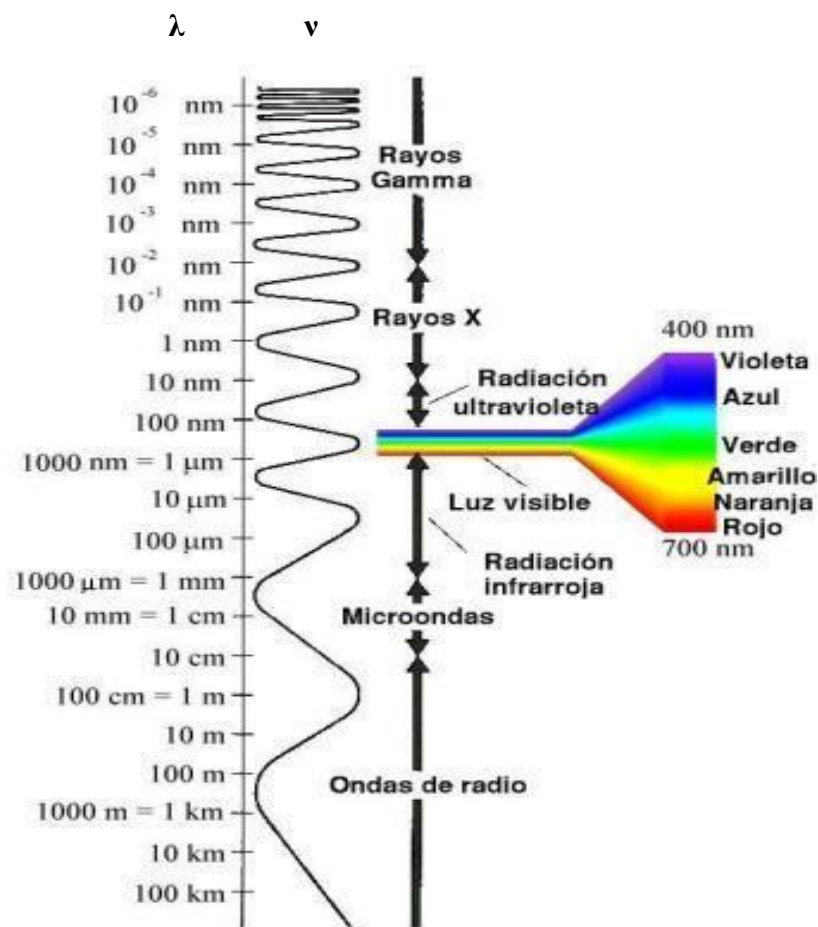


Figura 19. Espectro electromagnético.

De acuerdo con la teoría de Maxwell, se concluye que, si bien estas radiaciones difieren en gran manera en cuanto a sus propiedades, sus medios de producción, y las maneras en las que las observamos, comparten otras características en común: todas pueden describirse en términos de campos eléctricos y magnéticos, y todas viajan a través del vacío con la misma velocidad (la velocidad de la luz).

El espectro electromagnético se extiende desde la radiación de menor longitud de onda, como los rayos gamma y los rayos X, pasando por la luz ultravioleta, la luz visible y los rayos infrarrojos, microondas, hasta las ondas electromagnéticas de mayor longitud de onda, como son las ondas de radio.




#### **4.10 IRRADIACIÓN INFRARROJA**

La radiación infrarroja fue descubierta por el astrónomo William Herschel (1738-1822) en 1800, al medir la alta temperatura más allá de la zona roja del espectro visible.

La radiación infrarroja, radiación térmica o radiación IR, es un tipo de radiación electromagnética de mayor longitud de onda que la luz visible, pero menor que la de las microondas.<sup>15</sup> Consecuentemente, tiene menor frecuencia que la luz visible y mayor que las microondas. Su rango de longitudes de onda va desde unos 700 nanómetros hasta 1 mm. La radiación infrarroja es emitida por cualquier cuerpo cuya temperatura sea mayor que 0° Kelvin, es decir, -273° C.

El nombre de infrarrojo significa por debajo del rojo, pues su comienzo se encuentra adyacente al color rojo del espectro visible.

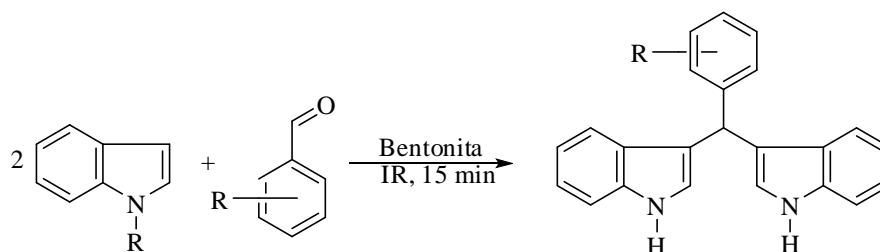
La radiación electromagnética del infrarrojo se puede clasificar en:

-  infrarrojo cercano (0,78-1,1  $\mu\text{m}$ )
-  infrarrojo medio (1,1-15  $\mu\text{m}$ )
-  infrarrojo lejano (15-100  $\mu\text{m}$ )

De cara a la aplicación de una u otra  $\lambda$  dentro de la radiación infrarroja, la elección se debe básicamente al espesor del material que se vaya a irradiar. Si se trata de un material con un espesor de pocos milímetros, lo más aconsejable es utilizar emisores de infrarrojo de onda corta, mientras que si el material presenta un espesor mayor, la mejor opción es pasar a los emisores de infrarrojo de onda media o incluso larga. La luz infrarroja, es solamente uno de los tipos de luz que no podemos ver con nuestros ojos. Hay muchos más, tales como los rayos X, los rayos gamma, la luz ultravioleta y las ondas de radio. Cada uno de estos diferentes tipos de luz nos da nueva información que no podemos obtener usando solamente nuestros ojos. Otro hecho interesante sobre la luz infrarroja, es que ésta puede viajar a través de humo espeso, polvo o niebla y algunos otros materiales<sup>16</sup>.

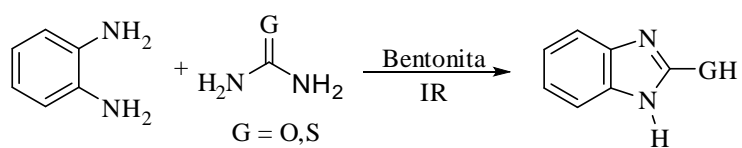
#### ***Empleo de la radiación infrarroja en síntesis orgánica.***

A continuación se presentan algunos ejemplos con respecto a las síntesis existentes con el uso de la energía de infrarrojo



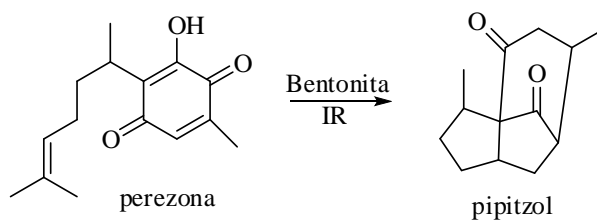
R=H, Me

**Esquema 3.** Síntesis Orgánica de diindolilmetanos empleando energía de IR.<sup>17, 18</sup>



G	Tiempo (min)	% Rendimiento
O	30	87
S	30	90

**Esquema 4.** Síntesis Orgánica de diindolilmetanos con empleo de energía de IR.<sup>19</sup>



**Esquema 5.** Síntesis Orgánica de pipitzol utilizando energía de IR.<sup>20</sup>

#### 4.11 IRRADIACIÓN POR MICROONDAS

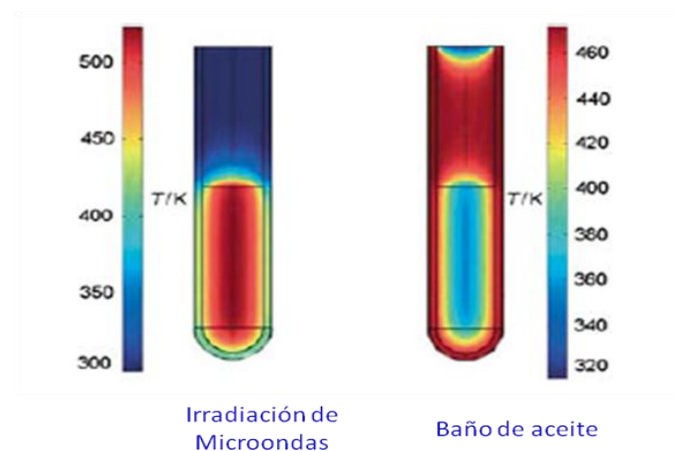
Las microondas son ondas de radio de alta frecuencia (campos de radiofrecuencia) y como la radiación visible (luz), son parte del espectro electromagnético. Las microondas son usadas principalmente para la difusión de TV, radar para la ayuda a la navegación aérea y marítima, y las telecomunicaciones incluyendo los teléfonos móviles. También son usados en la industria para procesar materiales, en medicina para el tratamiento por diatermia y en las cocinas para la preparación de los alimentos.

Las microondas son reflejadas, transmitidas o absorbidas por los materiales en sus trayectorias, de manera similar a la luz.

La química de microondas, actualmente una tecnología «muy de moda», está permitiendo redefinir multitud de reacciones en las que el factor térmico juega un papel esencial. La principal ventaja del uso de esta tecnología es el ahorro en tiempo.

En el microondas, los enlaces de las moléculas de los reactivos vibran en resonancia con la radiación recibida, con lo que reaccionan muy rápidamente y no se destruye el producto final.<sup>19</sup>

La transferencia de energía con microondas no se produce por convección o conducción, como en la energía térmica clásica, sino por pérdidas dieléctricas (**Figura 20**).



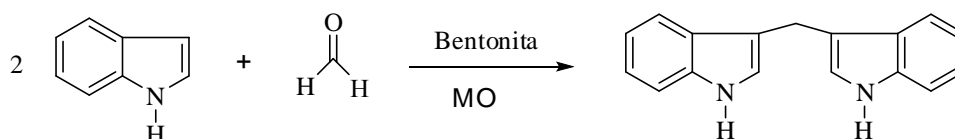
**Figura 20.** Diferencia en el funcionamiento térmico y de irradiación por microondas.

Por otro lado, puede decirse que compuestos con constantes dieléctricas grandes tienden a calentarse rápidamente con microondas, mientras que sustancias poco polares o que no tienen momento bipolar y compuestos cristalinos altamente ordenados absorben pobremente esta energía.<sup>20</sup>

Dentro del área de la síntesis orgánica se ha estado reclutando nueva tecnología y formas no convencionales para la transformación de compuestos químicos, como opciones y procedimientos alternativos en química.

***Empleo de la radiación por microondas en síntesis orgánica.***

En seguida se presentan algunos ejemplos de síntesis orgánica, empleando como fuente de energía la irradiación por microondas:

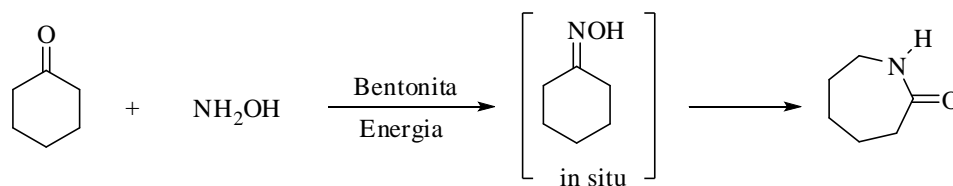


**Esquema 6.** Síntesis de Diindolilmetano (DIM) utilizando energía de MO.<sup>22</sup>

**Tabla 2.** Datos obtenidos de la síntesis de diindolilmetanos (DIM's).

Energía	Tiempo de reacción (min)	% Conversión DIM
MO	0.3	70



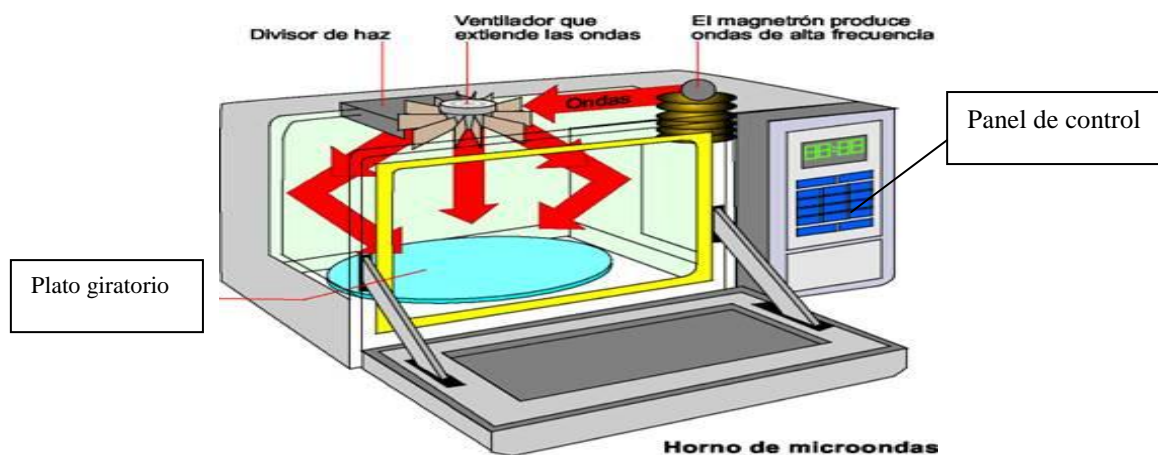
Síntesis de  $\epsilon$ -CaprolactamaEsquema 7. Síntesis de  $\epsilon$ -caprolactama empleando entre otras la energía de MO.<sup>23</sup>Tabla 3. Datos registrados de la síntesis de  $\epsilon$ -caprolactama.

Energía	Base	% Conversión		
		Ciclohexanona	Oxima	$\epsilon$ -Caprolactama
Infrarroja	Ninguna	24	0	78
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	62	0	38
	$\text{NaHCO}_3$	8	0	82
Microondas	Ninguna	94	1	5
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	55	0	45
	$\text{NaHCO}_3$	89	1	10
Térmica	Ninguna	59	0	41
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	48	2	50
	$\text{NaHCO}_3$	49	0	51
Ultrasonido	Ninguna	96	3	0
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	55	42	3
	$\text{NaHCO}_3$	43	53	3

◆ Componentes de un horno de microondas

Los hornos de microondas caseros tienen principalmente cinco componentes: (**Figura 21**).

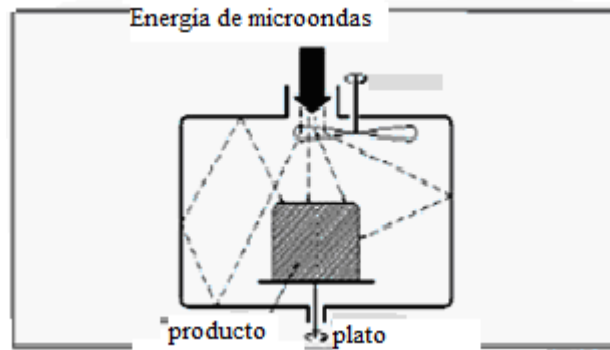
- ☀ Ventilador: dispersa el vapor que es producido durante el proceso de irradiación y desvía las microondas para que se difundan por todo el horno.
- ☀ Plato giratorio: este dispositivo sirve para que exista un calentamiento uniforme.
- ☀ Magnetron: es un diodo cilíndrico que actúa como un generador que lanza las microondas en dirección de las aspas del ventilador.
- ☀ Temporizador: permite controlar exactamente el tiempo durante el cual se irradian las microondas.
- ☀ Panel de control: es el dispositivo mediante el cual el operador determina el programa que requiere cada proceso.



**Figura 21.** Componentes de un microondas

Tipos de hornos de microondas:

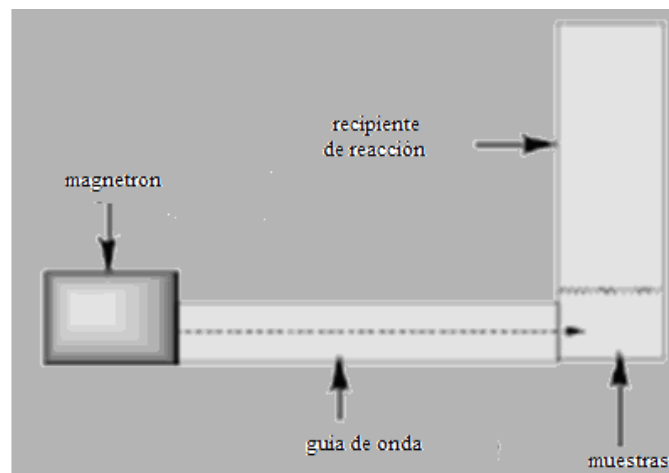
- Horno de microondas Multimodo (**Figura 22**)



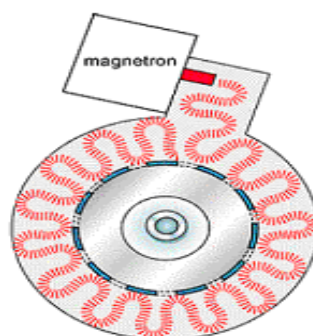
**Figura 22.** Horno de microondas multimodo

- Similar al doméstico
- Volumen grande (varios litros)
- Recipiente abierto o cerrado
- Microondas se reflejan en las paredes
- Permite la radiación de varios recipientes

- Microondas Monomodo (**Figura 23**)<sup>24</sup>



**Figura 23.** Horno de microondas monomodo



**MODO ÚNICO**

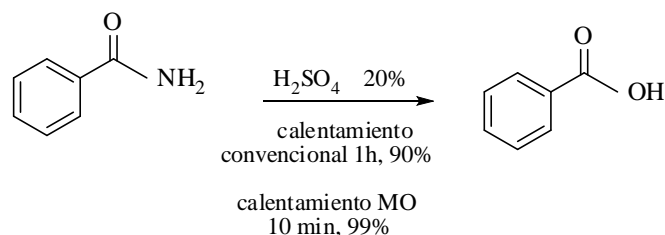
- Volumen pequeño (50 ml cerrado; 150 ml abierto)
- Radiación electromagnética dirigida a un recipiente rectangular o circular
- Situado a una distancia fija del emisor
- Poder limitado (800 – 1000 W).

❖ Aplicaciones de las microondas en química

La radiación de microondas en el área química ha tenido tres usos relevantes.

- ◆ En 1974, se emplearon las microondas por primera vez para la determinación de humedad y cenizas en análisis químico; en fisicoquímica, se usó en la determinación rápida de funciones termodinámicas en reacciones químicas.
- ◆ En 1984, se usan en la disolución de metales en medio ácido para su análisis químico posterior.

- ◆ En 1986, la energía de microondas se emplea en síntesis orgánica, por primera vez para la conversión de amidas a ácidos carboxílicos (**Figura 24**).<sup>25</sup>



**Figura 24.** Primera síntesis orgánica con MO.<sup>25</sup>

## 4.12 CÁLCULOS SEMIEMPÍRICOS

### *Métodos computacionales en el cálculo de propiedades electrónicas.*

La Química Computacional simula numéricamente estructuras químicas y reacciones, en base a las leyes fundamentales de la física. Permite estudiar fenómenos químicos ejecutando cálculos en computadoras. Algunos métodos pueden ser utilizados para modelar no sólo moléculas estables, sino también intermediarios inestables y estados de transición. De esta manera es posible complementar la información obtenida experimentalmente acerca de moléculas y reacciones químicas. Dentro de la Química Computacional se pueden definir dos grandes áreas:

***Mecánica Molecular***

Se utiliza un campo de fuerzas, caracterizado por un conjunto de ecuaciones que define cómo varía la energía potencial de la molécula con la posición tridimensional de los átomos que la componen. Este campo de fuerzas requiere la utilización de parámetros de la mecánica clásica como constantes de fuerzas, longitudes de enlace, etc. Los electrones no son tratados explícitamente en este tipo de métodos, sino que se considera únicamente la interacción entre átomos y los efectos electrónicos se incluyen implícitamente a través de los parámetros mencionados. Este tipo de métodos es adecuado para estudiar fenómenos no reactivos, especialmente en sistemas grandes, ya que su costo computacional es menor que el de los métodos cuánticos.

***Métodos de estructura electrónica***

Se utilizan las leyes de la Mecánica Cuántica como base. La energía y otras propiedades se determinan resolviendo la ecuación de Schroedinger. Los distintos métodos de estructura electrónica se caracterizan por sus distintos niveles de aproximación a la solución exacta de la misma. Básicamente se pueden clasificar en:

- 1) Métodos *ab-initio*. Se basan en solamente en principios fundamentales (interacción electrón-electrón, electrón-núcleo). Sin embargo, esto no significa que las soluciones obtenidas no deban de tener aproximaciones.
- 2) Métodos semiempíricos. Utilizan parámetros derivados de resultados experimentales para simplificar los cálculos. El más antiguo de los métodos semiempíricos es el propuesto por Huckel. Actualmente, los métodos semiempíricos más difundidos son los conocidos con las siglas MNDO (Modified Neglect of Diatomic Overlap), MINDO (Modified Intermediate Neglect of Differential Overlap), AM1 (Austin Model 1), entre otros.

La elección de un método depende de la disponibilidad de recursos computacionales y de la calidad de las soluciones requeridas.

En este trabajo, para el cálculo realizado se utilizó el método semiempírico AM1 (Austin Model 1) del paquete MOPAC 6.0 para PC y como visualizador de moléculas se empleó el programa PCMODEL para PC.

La metodología a emplear fue la contracción del sistema molecular en el programa PCMODEL (mecánica molecular), seguido del acercamiento molecular (coordenada de reacción) mediante el programa MOPAC 6.0, determinando así los valores de los orbitales moleculares frontera HOMO y LUMO; para la visualización de estos últimos se utilizó el software Chem3D ultra 10.

**METODOLOGÍA**

**EXPERIMENTAL**

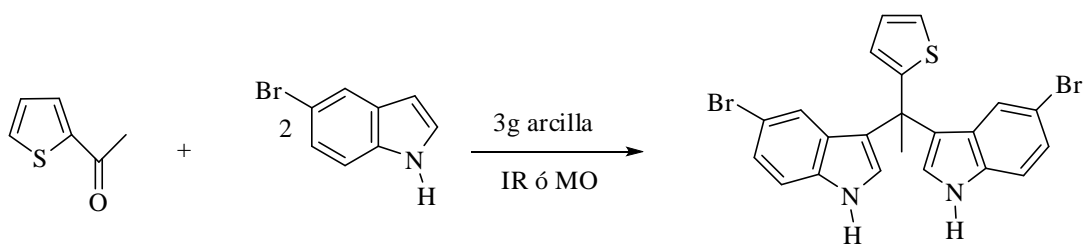


## 5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 5.1 MATERIALES Y EQUIPO

Los reactivos utilizados en este trabajo fueron el 2-acetiltiofeno y 5- bromoindol marca ALDRICH. La arcilla empleada fue Tonsil Actisil FF (TAFF), la cual fue tomada de su presentación comercial y en esta ocasión se empleo sin activar. Para efectuar la técnica de cromatografía en capa fina se utilizaron cromatofolios de aluminio ALUGRAM SIL G/UV 254 de 0.25mm como fase estacionaria y como fase móvil hexano y acetato de etilo destilados, empleando luz ultravioleta como revelador. En el caso de las placas preparativas se utilizó silica gel MN- Kieselgel G/UV 254 marca MACHEREY-NAGEL. Los espectros de RMN de  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  fueron obtenidos en un equipo marca Varian modelo Mercury 300 a 300 MHz, usando  $\text{CDCl}_3$  como disolvente y TMS como referencia interna. Para la obtención de los espectros de masas (impacto electrónico), se utilizó un espectrómetro JEOL JMS Ax 505 HA.

Partiendo de la idea original de este proyecto que era la síntesis entre el tiofeno y el indol, a continuación se presenta el esquema de dicha reacción **Esquema 8**:



**Esquema 8.** Reacción entre tiofeno e indol.

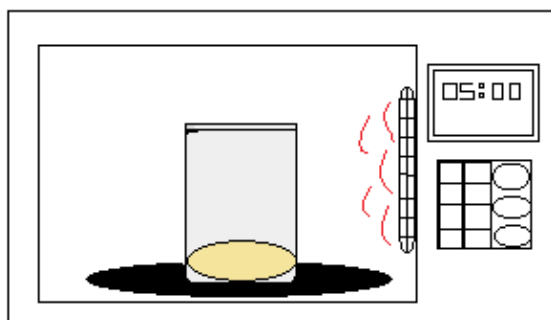
De esta reacción se realizó la síntesis de 4 compuestos, ocupando diferente fuente de energía alterna para cada una (**Tabla 4**).

**Tabla 4.** Síntesis experimentales realizadas.

Reacción	Fuente de Energía	Tiempo de reacción	Reactivo (s)
1	MO	60 min.	5-bromoindol + 2- acetiltiofeno
2	MO	65 min.	2-acetiltiofeno
3	IR	60 min.	2-acetiltiofeno
4	MO	60 min.	5-bromoindol

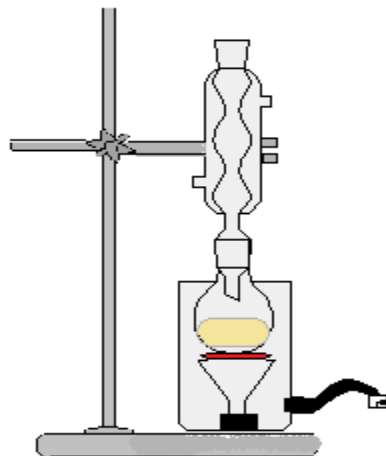
Para la primera, segunda y cuarta reacción realizadas se utilizó un horno de microondas convencional de la marca LG a 2450MHz, usado a su máxima potencia y un reactor de vidrio (**Figura 25**).





**Figura 25.** Montaje del diseño experimental para la irradiación por microondas.

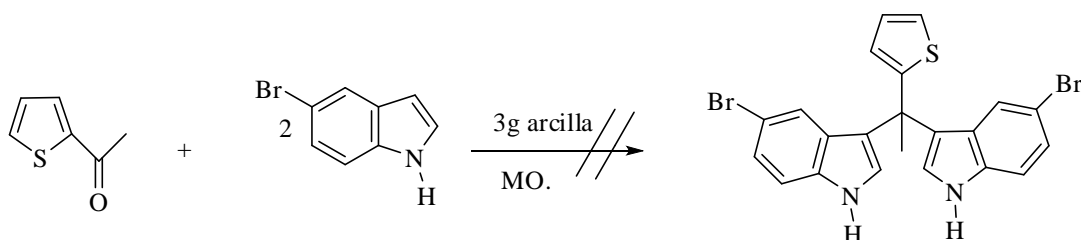
En la tercera reacción se empleó una lámpara de infrarrojo con un foco de 250 W, 125 V, un reóstato de 120 V de entrada, 50/60 Hz, 10 amperes, 1.4 KV, 0-120/140 V de salida, y se adaptó un refrigerante en posición de reflujo al cual se conectó el matraz de reacción (**Figura 26**).



**Figura 26.** Montaje del diseño experimental para la utilización de energía infrarroja

## 5.2 MÉTODO PARA LA SÍNTESIS

En el caso de la primera reacción se utilizó 2 mol de 5-bromoindol, un mol de 2-acetiltiofeno y como medio de reacción 3 g de arcilla bentonítica (**Esquema 9**).

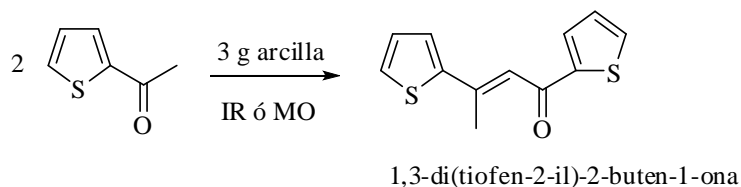


**Esquema 9.** Síntesis de diindolilmetano (DIM)

ocupando la energía de microondas para llevar a cabo la reacción. En este caso se siguió la reacción con cromatografía de capa fina en un sistema 60/40 Hexano/Acetato de etilo. El producto principal se purificó por cromatografía preparativa de sílica.

Los resultados obtenidos desafortunadamente no fueron los esperados, ya que la síntesis de este tipo de compuestos no se obtuvo.

En la segunda y tercera reacción consiste en hacer reaccionar dos moles de tiofeno, empleando 3 g de una arcilla bentonítica como catalizador, soporte y medio de reacción, y como fuentes alternas de energía la radiación infrarroja o microondas (**Esquema 10**).

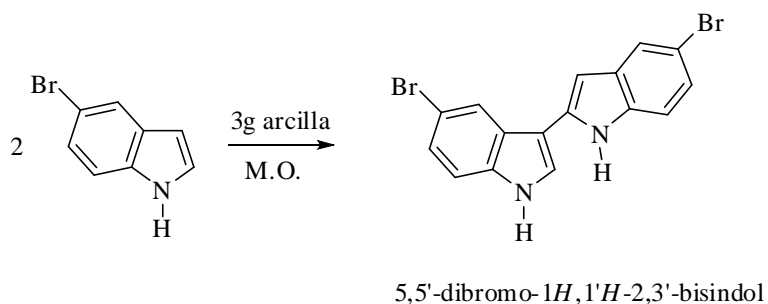


**Esquema 10.** Síntesis con 2-acetiltiofeno

El avance de las reacciones se siguió mediante la técnica de cromatografía en capa fina utilizando como fase móvil una mezcla de hexano/acetato de etilo en una relación 60/40 y como fase estacionaria placas de sílica gel, en la segunda reacción con radiación infrarroja; para la tercera reacción empleando microondas, durante el seguimiento de la fase móvil fue de hexano/acetato de etilo en una relación 80/20.

Los productos obtenidos se extraen de la arcilla utilizando acetona y se purifica con la ayuda de placas preparativas de sílica y se caracterizan utilizando técnicas espectroscópicas convencionales (RMN de  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  y EMIE).

La cuarta reacción se realizó con dos moles del reactivo 5-bromoindol y 3 g de la arcilla (**Esquema 11**).



**Esquema 11.** Síntesis de un dímero de 5- bromoindol.

El avance de la reacción se sigue con cromatografía de capa fina en un sistema 90/10 hexano/acetato de etilo, utilizando la irradiación por microonda, purificando la mezcla de reacción por medio de cromatografía preparativa de sílica gel.

**RESULTADOS**

**Y**

**DISCUSIÓN**

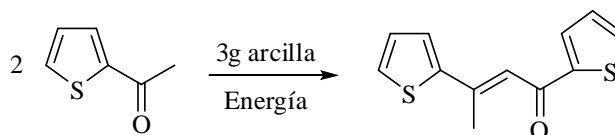
## 6. RESULTADOS

De acuerdo a los resultados obtenidos la síntesis propuesta originalmente entre el 2-acetiltiofeno y el 5-bromoindol no se llevo a cabo ya que las condiciones no fueron las apropiadas, por tal motivo se realizaron modificaciones a esta reacción las cuales dieron buenos resultados, datos que a continuación se presentan (**Tabla 5**):

**Tabla 5.** Datos Experimentales.

Compuesto	Tiempo de Reacción (min.)	Fuente de Energía	Punto de fusión [° C]	% Rendimiento
1. Dímero de 2-acetiltiofeno	60	IR	78	15
1'. Dímero de 2-acetiltiofeno	65	MO	80	12
2. Dímero de 5-bromoindol	60	MO	120	10

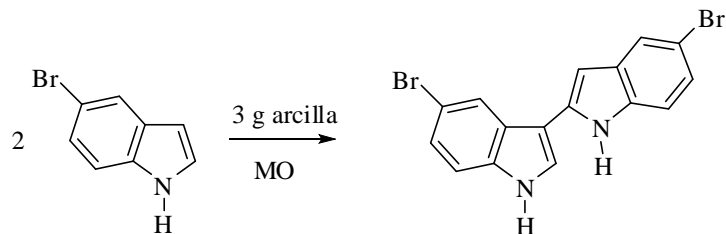
En el **esquema 12** se presentan las estructuras de la síntesis de los compuestos (1 y 1').



**Esquema 12.** Estructura del producto 1 y 1'.

1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona. Fórmula:  $C_{12}H_{10}OS_2$ , P.M= 234.34 g/mol

Para el segundo producto obtenido se tiene la estructura del **esquema 13**. Es un dímero formado por el 5- bromoindol.



**Esquema 13.** Estructura del producto 2.

5,5'-dibromo-1H,1H'-2,3'-bisindol. Fórmula:  $C_{16}H_{10}Br_2N_2$ , PM= 390.07 g/mol

Los 2 productos resultantes de las síntesis realizadas se caracterizaron por métodos espectroscópicos de RMN  $^1H$  y  $^{13}C$ , así como Espectrometría de masas. (**Tabla 6**)

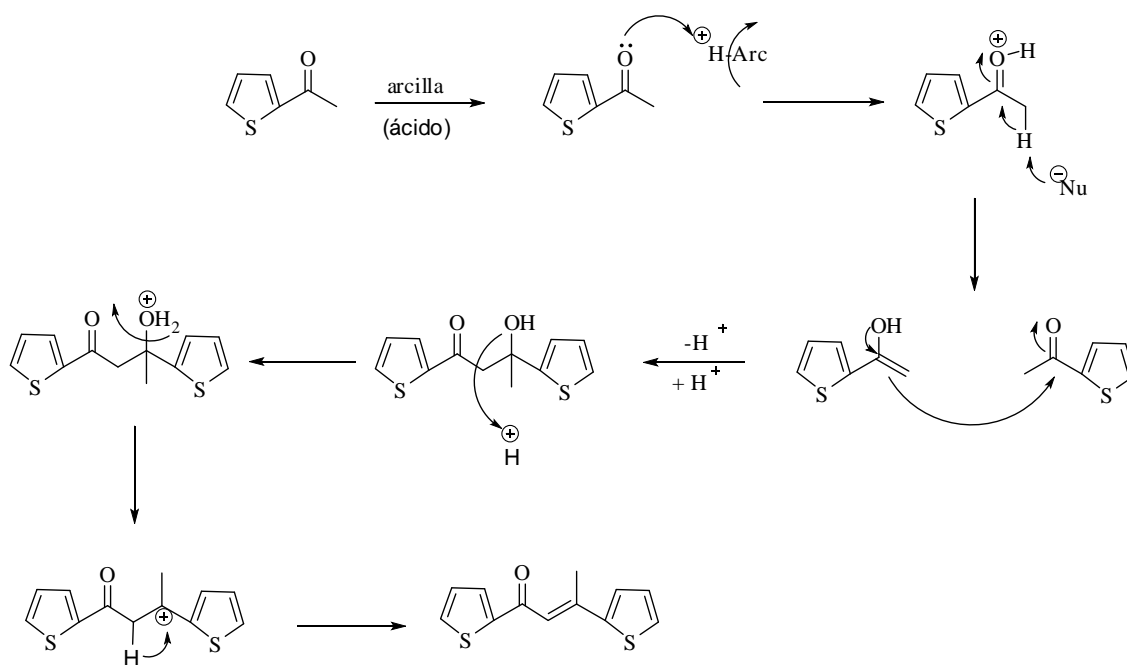
**Tabla 6.** Caracterización espectroscópica de los productos.

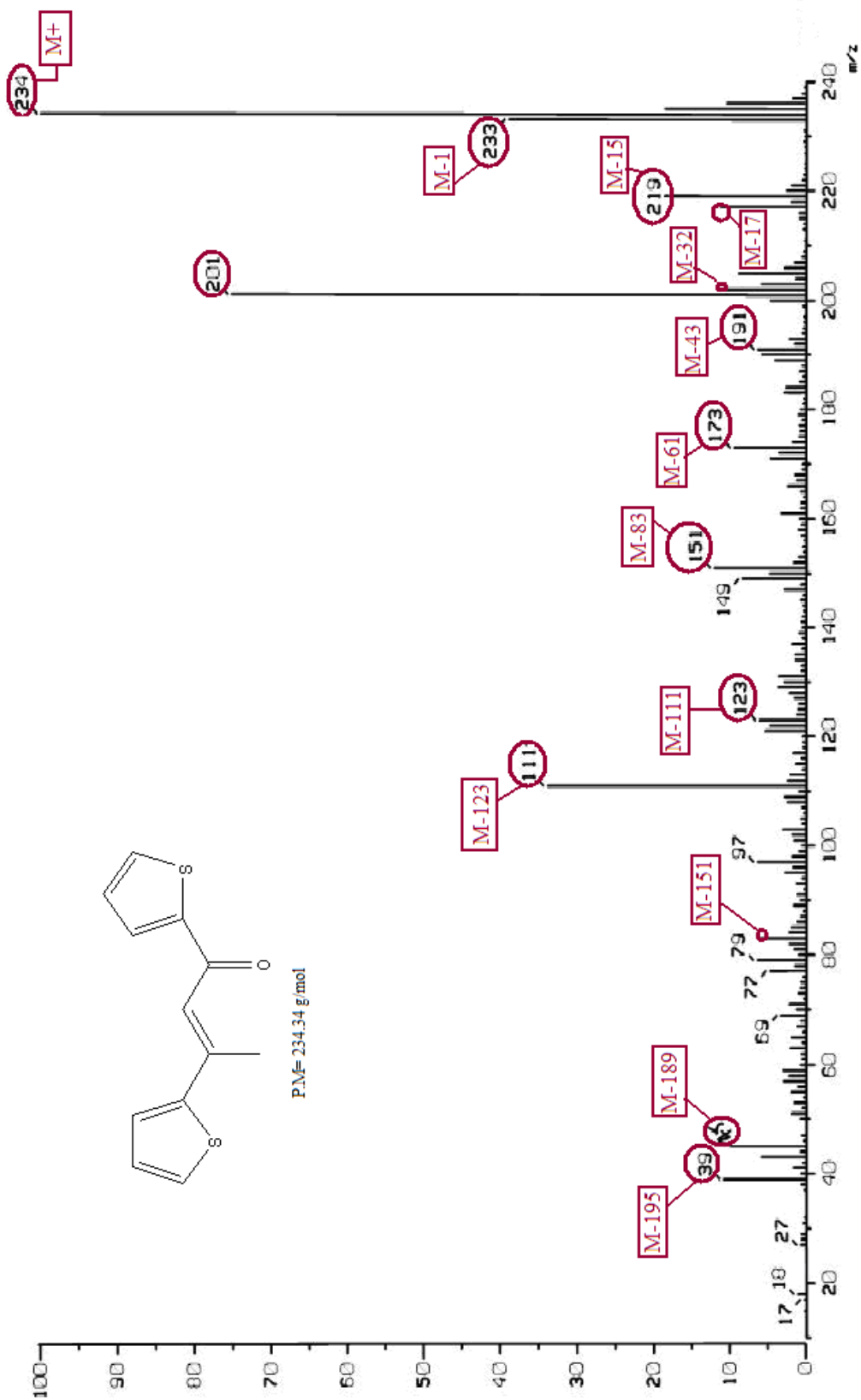
Compuesto	Interacciones	Espectros	Tipo de Espectro
1 y 1'	2-Acetiltofeno/2-acetiltofeno	(1)	EMIE
1 y 1'	2-Acetiltofeno/2-acetiltofeno	(2) $^1H$ y (3) $^{13}C$	RMN
2	5-Bromoindol/5-bromoindol	(4)	EMIE
2	5-Bromoindol/5-bromoindol	(5) $^1H$ y (6) $^{13}C$	RMN



MECANISMO DE REACCIÓN

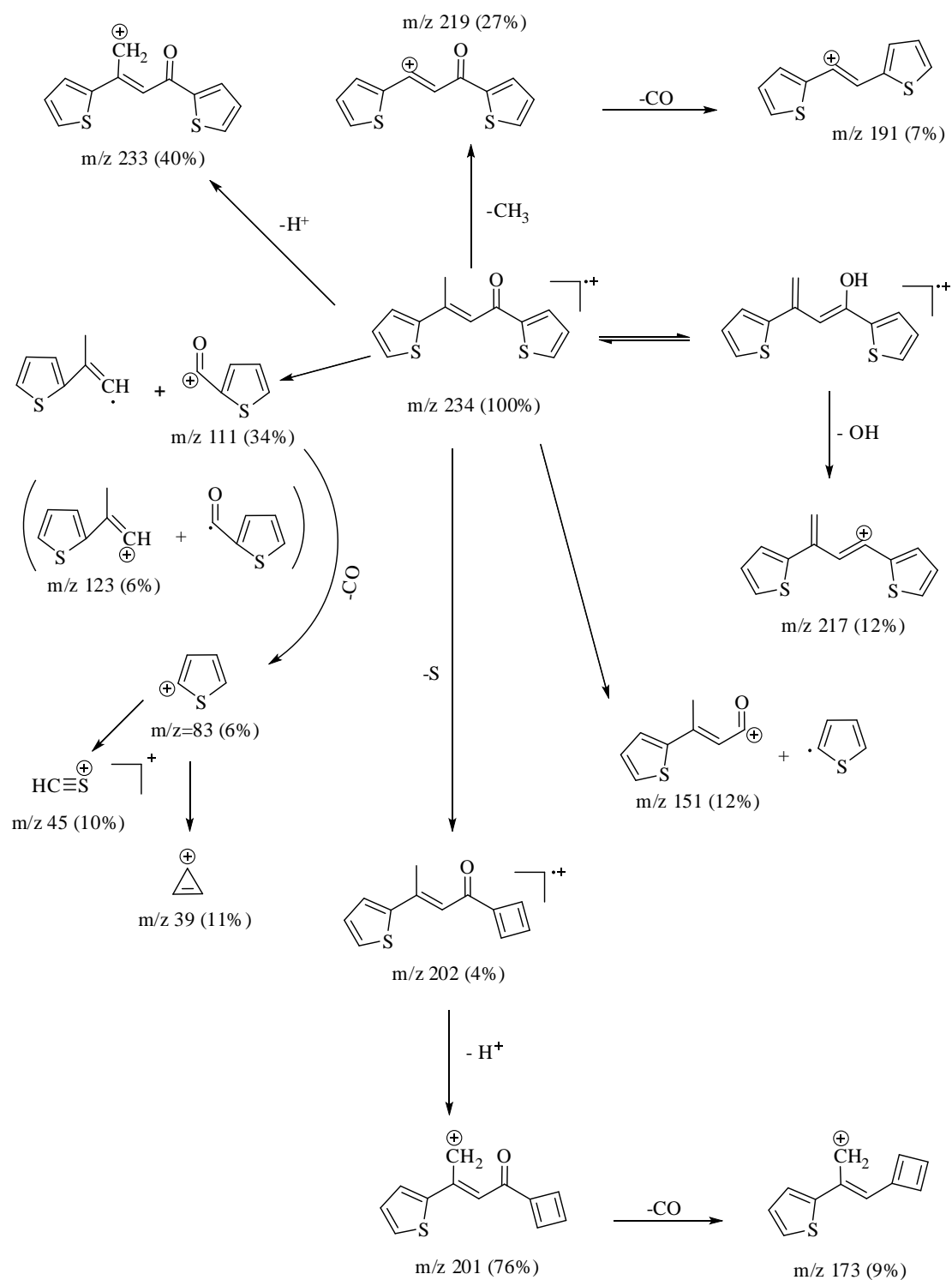
Dímero de 2-acetilfeno

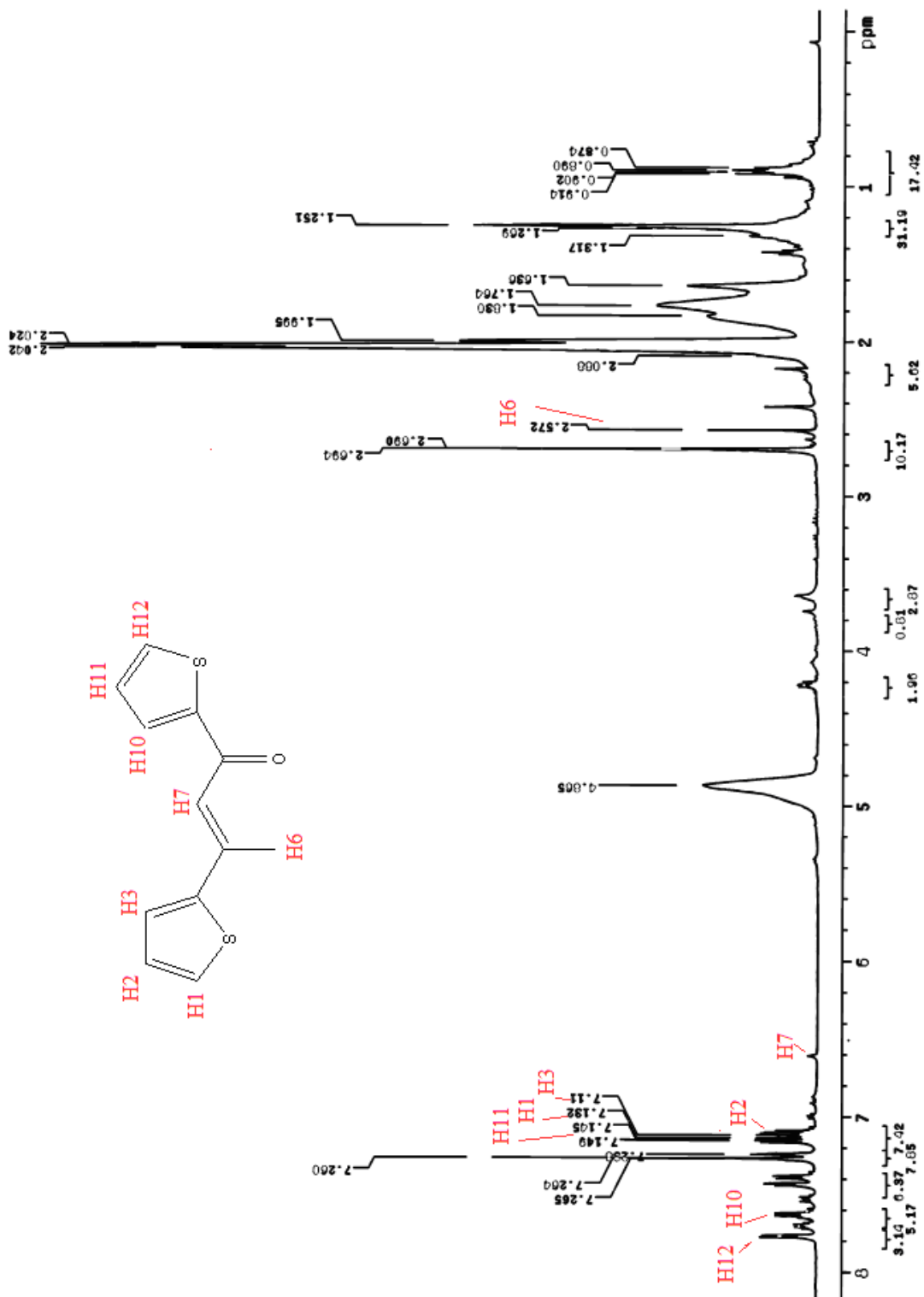




ESPECTRO 1 . EMIE para [1,3-di(thiophen-2-yl)-2-buten-ona]

A continuación se presenta el **patrón de fragmentación** propuesto para el compuesto 1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona.

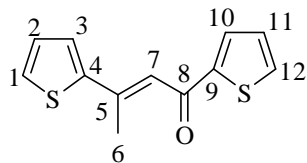




ESPECTRO 2. RMN de proton para el [1,3-di(thiophen-2-yl)-2-butene-1-one]

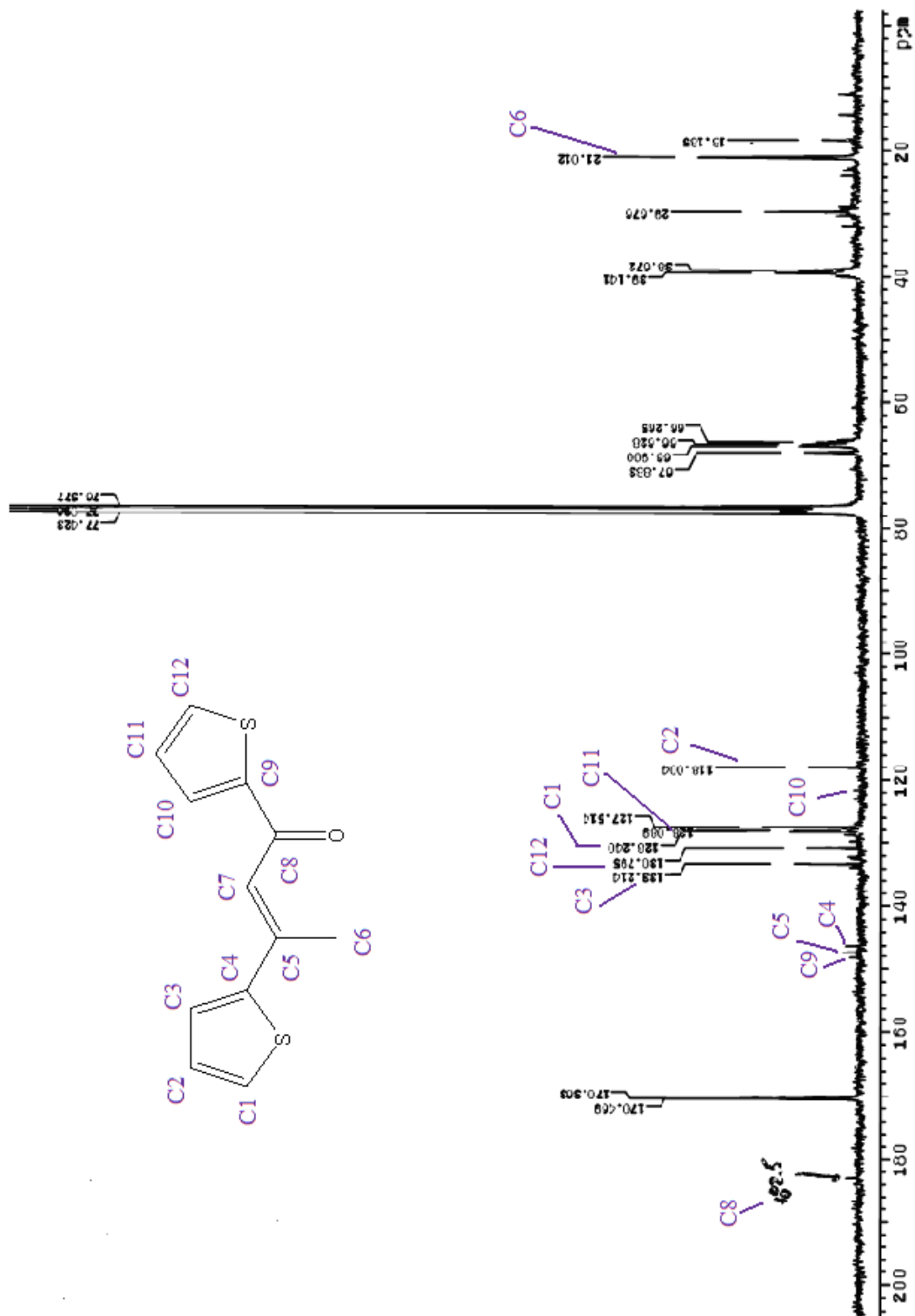
RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE  $^1\text{H}$ .

Para 1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona.



**Tabla 8.** Asignación de RMN para  $^1\text{H}$  de la 1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona

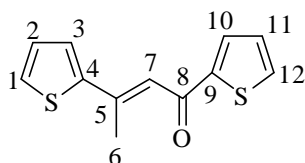
Posición de $^1\text{H}$	$\delta$ (ppm)
12	7.75
10	7.61
11	7.14
1	7.13
2	7.11
3	7.09
7	6.75
6	2.57



ESPECTRO 3.  $^{13}\text{C}$  para [1,3-di(thiopen-2-yl)-2-buten-1-ona]

RESONANCIA MAGNÉTICA DE  $^{13}\text{C}$ .

Para 1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona.

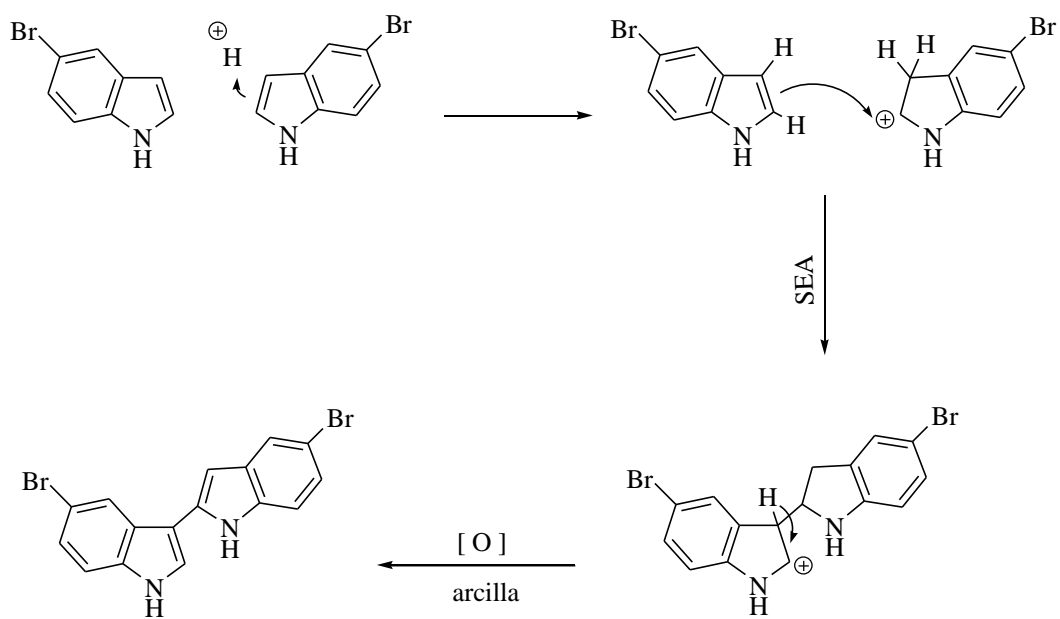


**Tabla 9.** Asignación RMN de  $^{13}\text{C}$  para la 1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona.

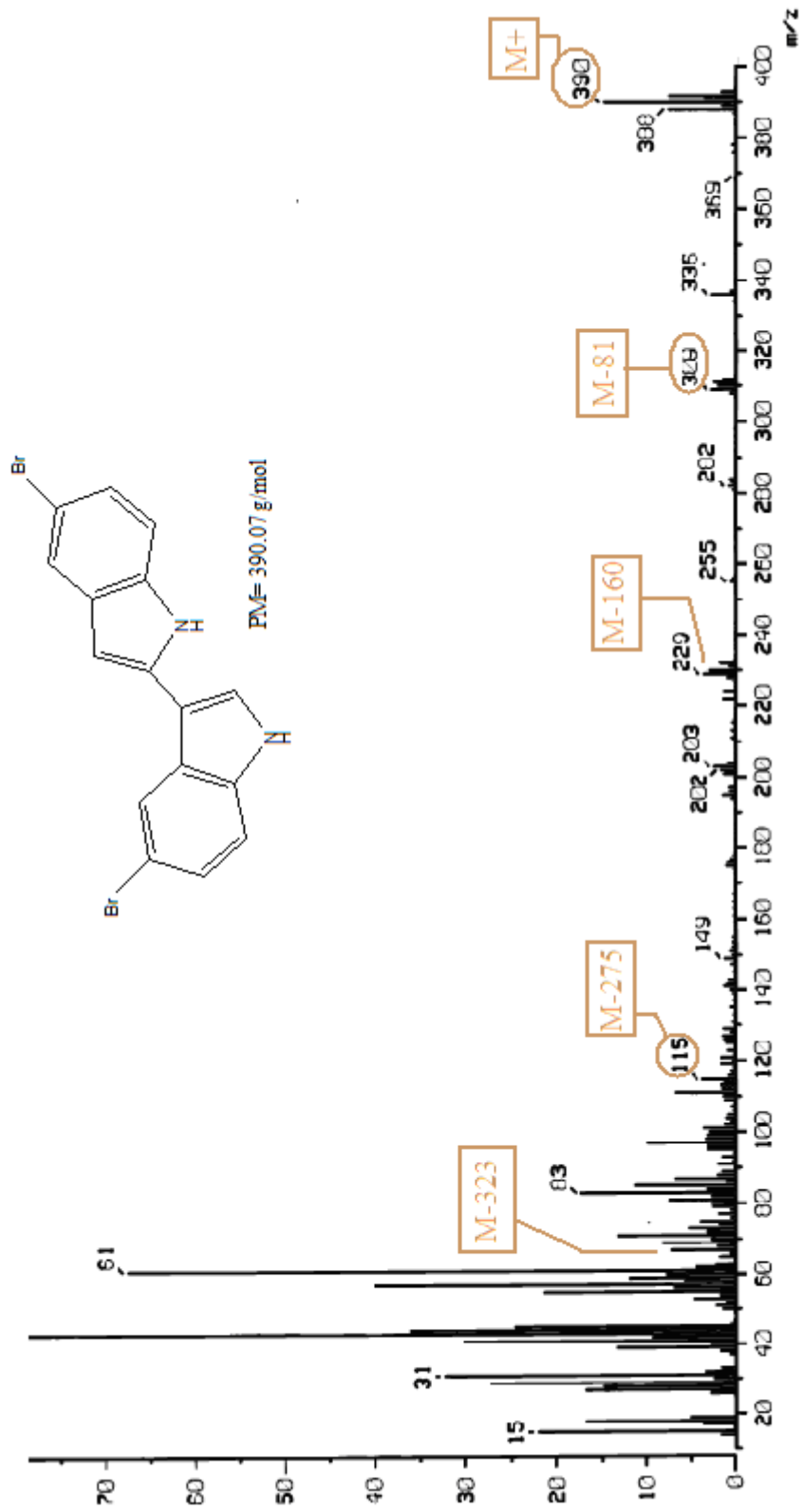
Posición de $^{13}\text{C}$	$\delta$ (ppm)
8	182.5
9	148.0
5	147.5
4	146.0
3	133.2
12	130.8
1	128.2
11	128.1
10	120.9
2	118.0
6	21.0

MECANISMO DE REACCIÓN.

Dímero de 5-bromoindol



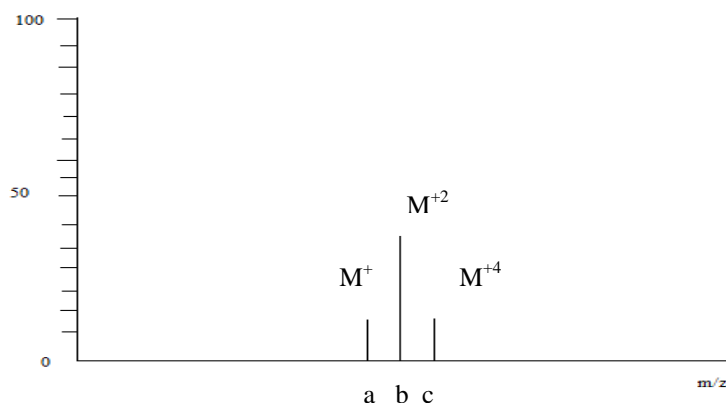




ESPECTRO 4. EMIE para [5,5'-dibromo-1H,1H'-1,3-bisindol]

Es conocido que el bromo presenta dos isótopos que son los más abundantes en la naturaleza, y que presentan un peso atómico de 79 y 81 una, cada uno y que presentan un valor en abundancia natural semejante ( $^{79}\text{Br}$  es 50.5% y para  $^{81}\text{Br}$  un 49.5%). Así, en espectrometría de masas, cuando un compuesto contiene un átomo de bromo, puede encontrarse un ion molecular y también un fragmento de  $[\text{M}^{+2}]^+$ , que corresponde al compuesto con el isótopo de peso 81. Los fragmentos se encuentran en un espectro de masas con una abundancia relativa del 100 y 99%, respectivamente.

Cuando un compuesto contiene dos átomos de bromo, en E. masas se observa siempre el siguiente patrón de contribución isotópica (**Gráfica 1**), de acuerdo a las contribuciones isotópicas mostradas en la **Tabla 10**.

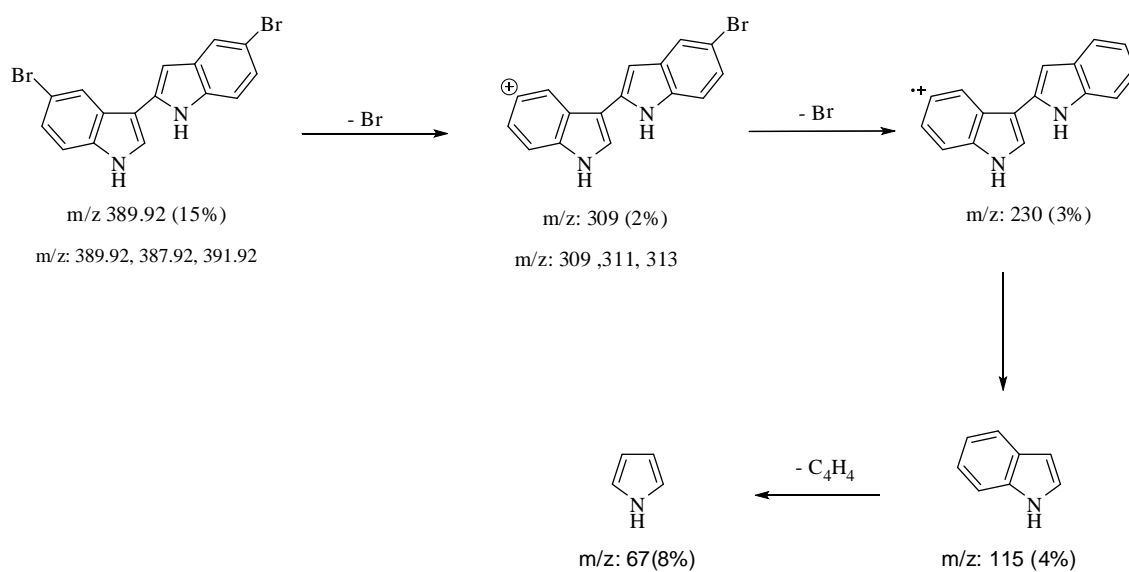


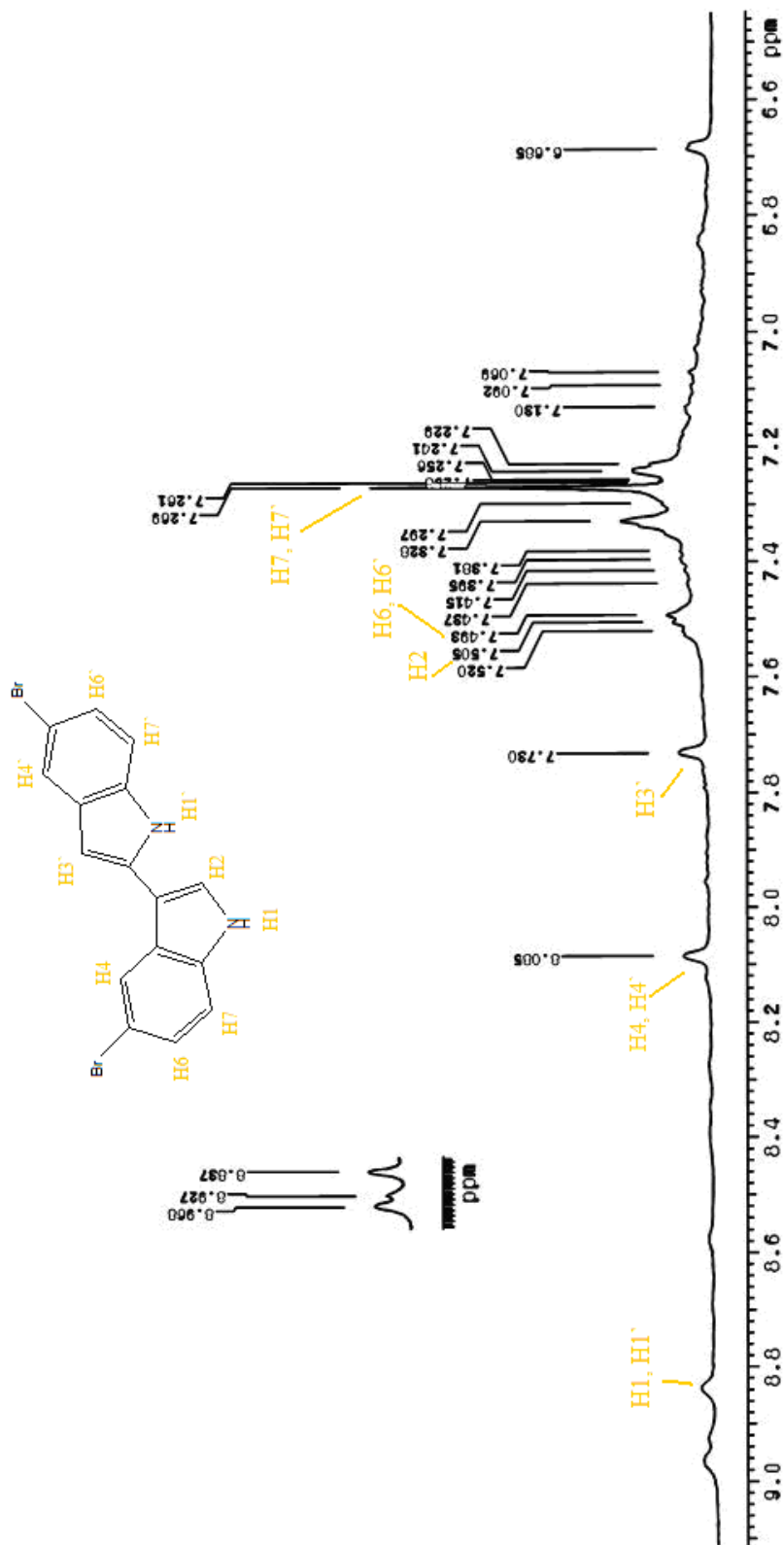
**Gráfica 1.** Comportamiento isotópico del bromo en espectrometría de masas.

**Tabla 10.** Relación isotópica de los picos en EM con dos átomos de bromo

Señal	Contribución isotópica	Asignación (letra)
$\text{M}^+$	$^{79}\text{Br} + ^{79}\text{Br}$	a
$\text{M}^{+2}$	$^{79}\text{Br} + ^{81}\text{Br}$	b
$\text{M}^{+2}$	$^{81}\text{Br} + ^{79}\text{Br}$	b
$\text{M}^{+4}$	$^{81}\text{Br} + ^{81}\text{Br}$	c

A continuación se presenta el **patrón de fragmentación** propuesto para el compuesto de 5,5`-dibromo-1H,1H`-2,3`-bisindol.





ESPECTRO 5. RMN de proton para el [5,5'-dibromo-1H,1H'-1,3-bisindol]

RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE  $^1\text{H}$

Para 5,5'-dibromo-1H,1H'-2,3'-bisindol.

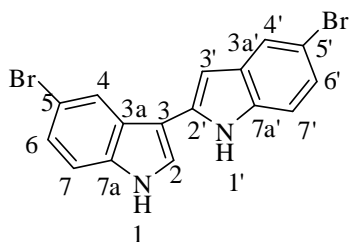
**Tabla 11.** Asignación RMN de  $^1\text{H}$  para el 5,5'-dibromo-1H,1H'-2,3'-bisindol.

Posición de $^1\text{H}$	$\delta$ (ppm)
1,1'	8.88
4, 4'	8.08
3'	7.73
2	7.50
6,6'	7.49
7,7'	7.27



RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE  $^{13}\text{C}$ .

Para 5,5'-dibromo-1H,1H'-2,3'-bisindol.



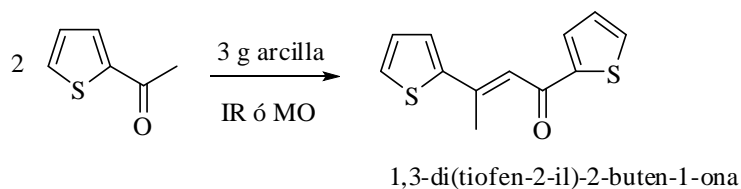
**Tabla 12.** RMN de  $^{13}\text{C}$  para el 5,5'-dibromo-1H,1H'-2,3'-biindol.

Posición de $^{13}\text{C}$	$\delta$ [ppm]
7 <sup>a</sup>	151.9
7a'	150.8
3 <sup>a</sup>	135.5
3a'	134.0
4'	125.8
2	124.9
6'	123.1
4	122.3
6	119.5
2'	115.5
7'	113.1
5	112.9
7	108.9
5'	106.0
3	98.8
3'	96.0

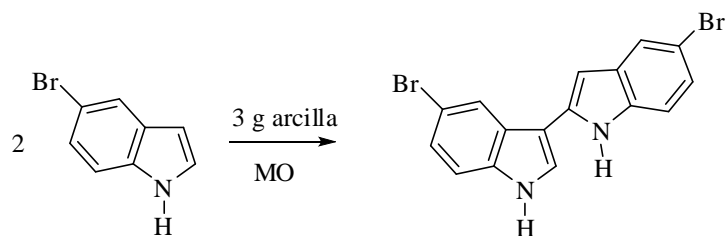
## 6.1 DISCUSIÓN

De acuerdo al objetivo principal al inicio de este trabajo experimental, se realizó la síntesis de diindolilmetanos utilizando el 2-acetiltiofeno y el 5-bromoindol.

Con respecto a esta primera prueba y en el momento de obtener la caracterización de dicho producto, nos dimos cuenta que no se había podido llegar a la formación del compuesto deseado. Observando de esta manera la formación de un dímero del 2-acetiltiofeno (**Esquema 14**) y otro del 5-bromoindol (**Esquema 15**).



**Esquema 14.** Esquema de la reacción del 2-acetiltiofeno.



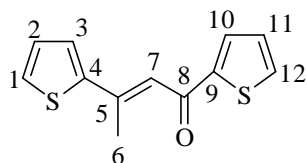
**Esquema 15.** Esquema de la reacción del 5-bromoindol.

Posteriormente en una nueva prueba de síntesis se decidió colocar cada reactivo por si solo y en un soporte de reacción como la arcilla bentonítica. Obteniendo los datos que a continuación se presentan, para cada una de los compuestos obtenidos.

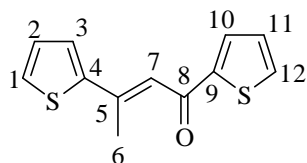


**INTERPRETACIÓN ESPECTROSCÓPICA.**

RMN  $^1\text{H}$  para 1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona.



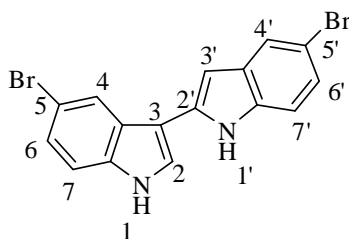
Se observa una primera señal 7.75 ppm correspondiente al H unido al carbono en posición 12, siguiendo con 7.61 ppm la posición 10 del H unido a este carbono, asignando la siguiente señal del H en posición 11 con 7.11 ppm. Seguido de una señal perteneciente al H de posición 1 con 7.10 ppm, en la posición 2 originando un señal en 7.08 ppm. A continuación se tiene una señal de 7.09 ppm para el H perteneciente a la posición 3. Una señal muy pequeña en 6.75 ppm del H unido al carbono con doble enlace en la posición 7 y finalmente el protón en posición 6 origina una señal en 2.57 ppm.

**INTERPRETACIÓN ESPECTROSCÓPICA.**RMN  $^{13}\text{C}$  de la 1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona.

Para este caso de  $^{13}\text{C}$  se presenta una primera señal de 182.5 ppm para el caso del en posición 8, siguiendo de una 3 señal en 148.0 ppm de la posición 9, en 147.5 ppm para la posición 5 y el de 146.0 ppm para la posición 4. La posición 3 presenta una señal en 133.2 ppm, continuando con 130.8 ppm para la posición 12. Se observa una señal asignada a la posición 1 de 128.2 ppm, seguida de una señal de 128.1 correspondiente a la posición 11. Para la siguiente señal en 7 con 127.5 ppm, ahora observamos una señal en 118.0 ppm que corresponde a la posición 2 y por ultimo para el caso de la posición 6 su señal se encuentra en 21.0 ppm.

### INTERPRETACIÓN ESPECTROSCÓPICA.

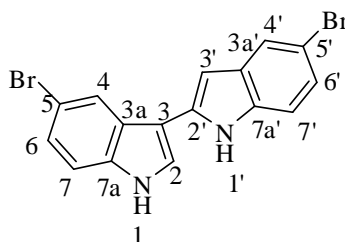
RMN  $^1\text{H}$  para 5,5'-dibromo-1H,1H'-2,3'-bisindol.



En el caso de esta molécula se observa una primera señal muy pequeña de 8.88 ppm para los hidrógenos unidos al nitrógeno en posición 1 y 1' respectivamente, una señal en 8.08 ppm para el H correspondiente a la posición 4 y 4', continua con una señal un poco más ancha del H en posición 3' de 7.73 ppm, para la posición 2 una señal de 7.50 ppm. Se observa una señal del H en posición 6 y 6' de 7.49 ppm y finalmente en posición 7 y 7' una señal para el H de 7.27 ppm.

**INTERPRETACIÓN ESPECTROSCÓPICA.**

RMN  $^{13}\text{C}$  para 5,5'-dibromo-1H,1H'-2,3'-bisindol.

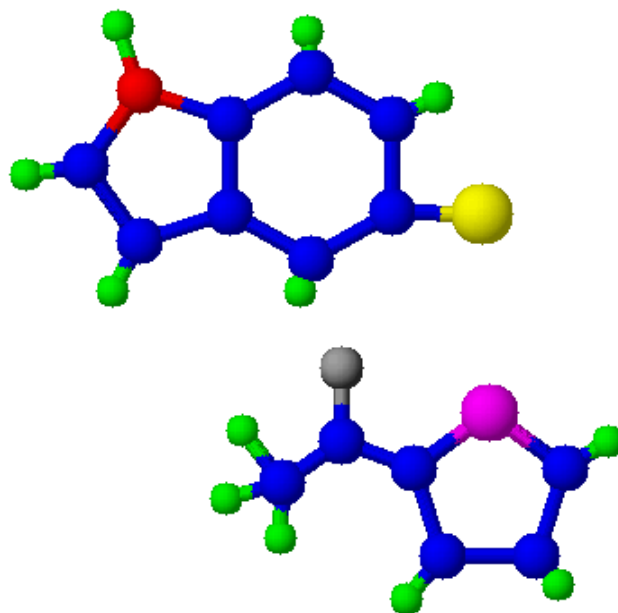


Se observa una señal en 151.9 ppm para 7a, con una señal en 150.8 ppm para el carbono en posición 7a', enseguida se tiene en 135.5 ppm una señal para 3a, para la posición 3a' una señal de 134.0 ppm, correspondiente a la posición 4' una señal en 125.8 ppm. A continuación una señal de 124.9 ppm para la posición 2, para la posición 6' se tiene asignada una señal en 123.1 ppm, posteriormente una señal de 122.3 ppm para la posición 4, después una señal presente en 119.5 ppm para 6, a continuación para la posición 2' una señal de 115.5 ppm, para la posición 7' una señal de 113.1 ppm, otra señal en 112.9 para la posición 5, una señal en 108.9 ppm para 7, posteriormente una señal en 106.0 para la posición 5', para la posición 3 una señal en 98.8 ppm y por ultimo asignada las posiciones 3' una señal presente en 96.0 ppm.

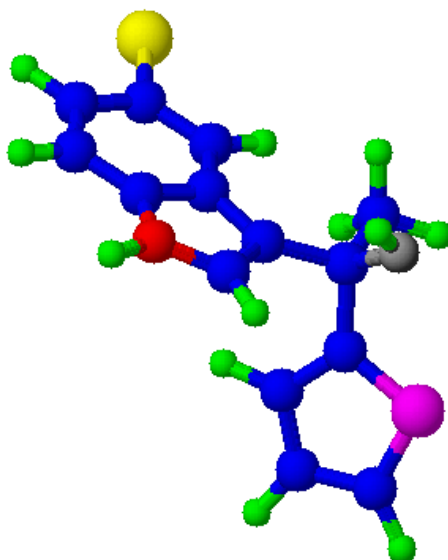
Se buscó encontrar una justificación del por qué no se habían obtenido los resultados propuestos originalmente. Siendo así, se decidió realizar cálculos computacionales para encontrar alguna explicación al hecho sucedido. Así, se realizó el cálculo de la energía de activación para el primer paso de la formación de cada uno de los productos obtenidos, así como para la formación del diindolilmetano esperado originalmente. Lo anterior se realizó empleando cálculos semiempíricos AM1 usando el paquete MOPAC 6.0 para PC.

Los cálculos de energía de activación para la primera parte de la sustitución electrofílica entre el 2-acetiltiofeno y el 5-bromoindol como se muestra **la Figura 27**, como para el inicio de la condensación entre el dímero del 2-acetiltiofeno, así como la primera etapa de la SEA del dímero de 5-bromoindol, mostradas en las **Figuras 28 y 29**, respectivamente.

Se colocan en orden cronológico de su estudio experimental.



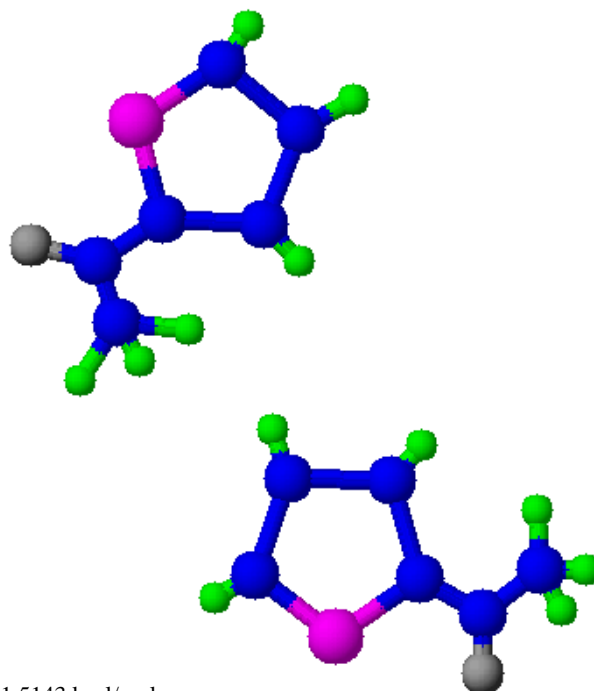
Energía inicial= 206.10KCAL



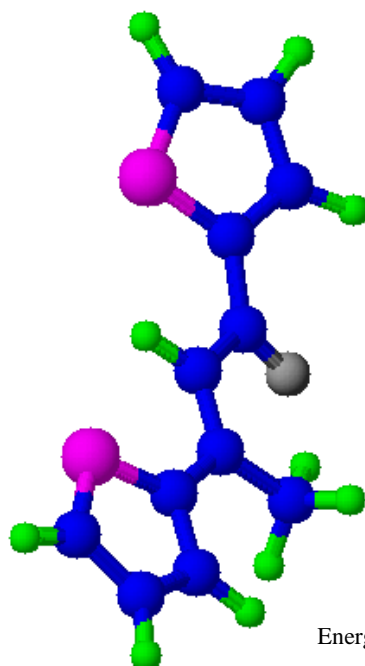
Energía del estado de transición= 216.44 KCAL

$$E_a = 216.44 - 206.10 = 10.34 \text{ kcal/mol}$$

**Figura 27.** Estructuras de la síntesis del 2-acetiltiofeno/5-bromoindol, con sus cálculos AM1 de la energía.



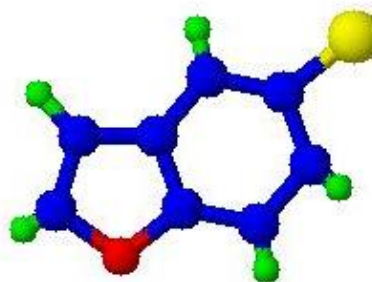
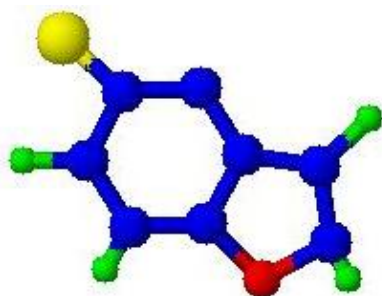
Energía inicial= 141.5143 kcal/mol



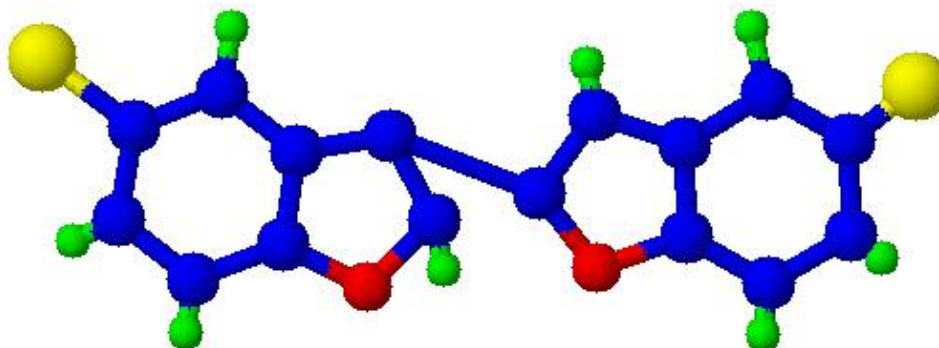
Energía del estado de transición= 152.157 kcal/mol

$$E_a = 152.157 - 141.5143 = 10.64 \text{ kcal/mol}$$

**Figura 28.** Estructura de dímero de 2-acetilthiopheno.



Energía inicial= 265.79 Kcal/mol



Energía del estado de transición= 275.44 Kcal/mol

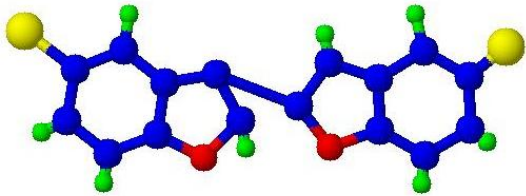
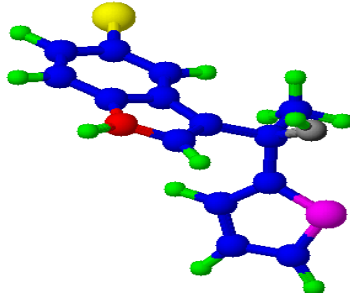
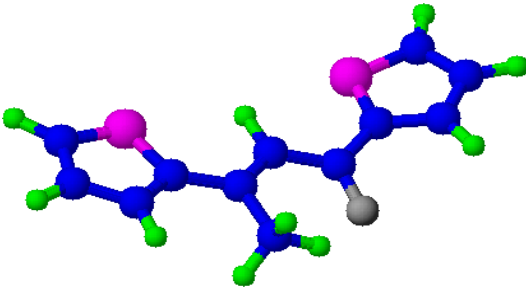
$$E_a = 275.44 - 265.70 = 9.65 \text{ kcal/mol}$$

**Figura 29.** Estructura de dímero de 5-bromoindol.



En la **tabla 13** se muestran los resultados correspondientes a los cálculos semiempíricos AM1 obtenidos en orden ascendente, respecto de sus energías de activación:

**Tabla 13.** Resultados computacionales.

Compuesto	Estructura	Energía de activación
<p>Dímero de 5-bromo indol.</p> <p><i>5,5`-dibromo-1H,1H`-2,3`-biindol.</i></p>		<p>9.65 kcal/mol</p>
<p><i>DIA</i></p> <p>2-Acetilthiofeno/5-bromoindol</p>		<p>10.34 kcal/mol</p>
<p>Dímero de 2-acetilthiofeno</p> <p><i>1,3-di(tiofen-2-il)-2-buten-1-ona</i></p>		<p>10.64 kcal/mol</p>

Como se observa en la tabla 13, se calcularon las energías de activación para cada uno de los estados de transición propuestos.

Realizando una comparación entre los datos conseguidos experimentalmente y los obtenidos por los cálculos semiempíricos, es favorecida la formación del dímero de 5-bromoindol ya que se requiere de menor energía de activación para obtener dicho resultado; la siguiente formación que se daría teóricamente por la cantidad de energía que requiere sería la del diindolilmetano (DIM), que fue la idea original de este proyecto, en esta ocasión este dato no concuerda con la fase experimental realizada, ya que no fue posible su obtención.

El siguiente y último valor es el del dímero de 2-acetiltiofeno, ya que este requeriría de una energía ligeramente mayor de activación para favorecer su aparición referida a un valor teórico, y en esta ocasión este producto si se obtuvo en la parte experimental.

Este proyecto demostró que la síntesis orgánica muchas veces no es predecible, y que las técnicas que se ocuparon fueron de gran utilidad para determinar el estudio del comportamiento de las materias primas empleadas. Donde también se buscó el justificar mediante otro tipo de herramientas, como lo fue el cálculo semiempíricos AM1, demostrando el comportamiento en el avance de algunas reacciones químicas.

Desafortunadamente y de acuerdo al proyecto experimental llevado a cabo, las herramientas computacionales como lo son los cálculos AM1 no demostraron el por qué del comportamiento de la reacción. Sin embargo fueron una herramienta de apoyo al trabajo químico realizado.

# **CONCLUSIONES**

## 7. CONCLUSIONES

Se logró llevar a cabo la síntesis de un derivado del tiofeno como lo es el 2-acetiltiofeno con el 5-bromoindol.

El uso de una arcilla bentonítica de origen nacional (TAFF) como catalizador, soporte de reactivos y medio de reacción en las síntesis orgánicas es importante, demostrando que la arcilla es un buen sustituto de catalizadores o ácidos minerales que muchas veces son caros y peligrosos.

En base en las experiencias que representa el empleo de energías alternas para las diversas síntesis orgánicas, para este caso en particular no fue la excepción ya que los tiempos de reacción fueron cortos.

Se purificaron y caracterizaron cada uno de los productos dados en las síntesis de reacción propuestas en este proyecto.

Los resultados obtenidos aunque no fueron los esperados al comienzo del trabajo, fueron satisfactorios ya que se encontraron por medio de las caracterizaciones espectroscópicas convencionales compuestos de interés para el área química.

# **PERSPECTIVAS**

## **8. PERSPECTIVAS**

El área de investigación química es un amplio campo para el empleo de técnicas que no contaminen el medio ambiente, el uso de fuentes de energía alternas o simplemente la creación de nuevos métodos que aceleren la formación de compuestos de interés biológico en la química actual.

Hoy en día los investigadores buscamos economizar y optimizar procesos que nos lleven a agilizar métodos de trabajo para el tipo de vida que se lleva.

Se propone, con esta información la continuidad a futuro de este tipo de reacciones, para así ir recabando datos y buscar con ello al final encontrar alguna aplicación de importancia al mundo de la investigación química.

# **REFERENCIAS**

---

**9. REFERENCIAS**

1. Mc. Murry, J., “*Química Orgánica*”, 5ª Ed., International Thomson Editores. Madrid, **2001**.
2. [www.epa.gov/greenchemistry](http://www.epa.gov/greenchemistry)
3. Penieres, G., “*Síntesis de compuestos heterocíclicos asistida por una arcilla bentonítica en ausencia de disolventes*”. Tesis Doctoral. Facultad de Química. UNAM. México, **1999**.
4. Grim R., “*Clay Minerology*”. 2<sup>nd</sup> Ed. McGraw-Hill. New York, **1968**.
5. Miranda, R., Ríos, H., Delgado, F., Castro, M., Cogordán, A., Salmón, M. *Appl.Catal., A*, 244 **2003**, 217-233.
6. Vargas, Y.; Gómez, V.; Vázquez, E.; García, A.; Aguilar, G.; Murrieta H. y Salmón, M., *Rev. Mexicana de Ciencias Geológicas*, v. 25, **2008**, 135-144.
7. Domínguez. J. M.; Montoya, A.; de Pablo, L.; Gómez, L. A.; Schifter, I., *Rev. Inst. Mex. Petrol.* **1991**, 23,52.
8. Lagunas, S., “*Síntesis de DIA´s empleando energía de microondas en ausencia de disolvente*”, Tesis de Licenciatura (Química), FES- C, UNAM. **2005**.
9. Cornelis A., Lazlo P., *Jan. Chim. Ac. Sp. Ed.*, **1992**, 21.



- 
10. Wade, Jr. L. G. "*Química Orgánica*". 2da. Prentice Hall, México, **2004**.
  11. Acheson, R.M., "*Química Heterocíclica*", Publicaciones Cultural, S.A , México, **1981**.
  12. Weininger, S. J and Stermitz, F. R, "*La Química de los Heterociclos Aromáticos*", Reverte, **1988**.
  13. Fox, M., A and Whitesell, J.K, "*Química Orgánica*", 5ª Ed., Pearson Educación, México, **2000**.
  14. Mc. Murry, J., "*Química Orgánica*", 7ª Ed., Cengage Learning, México, **2008**.
  15. Resnick, "*Física*", vol. 2, CECSA, México D.F, **2000**.
  16. Valdez, E. "*Reacciones de desoximación versus transposición de Beckmann de la oxima de la ciclohexanona*", Tesis de Licenciatura. (Química), FES-C, UNAM, **2004**.
  17. Penieres, G.; García, J.G.; Gutierrez, J.L.; Álvarez, C., *Green Chem*, **2003**, 5, 337.
  18. Bejarano, B.; Miranda, R.; Sánchez, L.; Garcia, J.G.; Álvarez, C.; Penieres, G., *J. Mex. Chem. Soc.*, **2008**, 52, 224-228.

- 
19. Bonifas, I., “*Síntesis de Benzimidazoles por Catálisis heterogénea*”, Tesis de Licenciatura (Química), FES-C, UNAM, **1997**.
20. Flores, Alejandra., “*Reacción de Peregona en medio seco y con una arcilla bentonítica*”, Tesis de Licenciatura (Q.F.B), FES-C, UNAM, **2001**.
21. Díaz, A.; de la Hoz, A.; Moreno, A., *Curr. Org. Chem*, **2004**, 8, 903-918.
22. García, F., “*Síntesis de 3, 3'-Diindolilmetano empleando una arcilla bentonítica y diferentes tipos de energía (MO, IR y Ultrasonido)*”, Tesis de Licenciatura (Química), FES-C, UNAM, **2004**.
23. Penieres, G., Aceves, J.M., Flores, A., Mendoza, G., García, O., Álvarez, C., *Heterocycl. Commun*, **1997**, 3, 507.
24. Hoz, A.; Díaz, A.; Moreno, A.; Langa, F., *Eur. J. Org. Chem*, **2000**, 3859.
25. Gedye, R.; Smith, F.; Westaway, K.; Ali, H.; Baldisera, L.; Laberge, L and Rousell, J., *Tetrahedron Lett.*, **1986**, 27, 279-282.