



**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DE PUEBLA**



**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**

**“SÍNTESIS VERDE DE NUEVAS IMINAS QUIRALES  
DERIVADAS DE ANTRACENO-9-CARBOXALDEHIDO”**

**Tesis profesional**

**Para obtener el título en:**

**Licenciatura en Químico Farmacobiólogo**

**Presenta:**

**Vicente Calleja Zaragoza**

**Director de tesis:**

**M. C. Ma. Guadalupe Hernández Téllez**

**Asesor:**

**DR. Ángel Gabriel Mendoza Martínez**

**Junio 2021**

## ÍNDICE

RESUMEN .....	1
OBJETIVO GENERAL.....	2
OBJETIVO ESPECÍFICO.....	2
INTRODUCCIÓN .....	3
CAPÍTULO I. ANTECEDENTES.....	4
1.1. Antecedentes.....	5
1.2. Química verde .....	6
1.2.1. Historia de la química verde .....	7
1.2.2. Química verde en México .....	8
1.2.3. Desafíos de la química verde.....	9
1.2.4. Principios de química verde .....	11
1.3. Química sin disolventes “Solvent Free” .....	12
1.3.1. Ventajas .....	14
1.3.2. Desventajas .....	15
1.4. Síntesis de iminas.....	15
1.4.1. Otras vías de síntesis de iminas.....	17
1.5. Isomería .....	18
1.5.1. Estereoquímica .....	18
1.5.2. Quiralidad .....	19
1.5.3. Nomenclatura ( <i>R</i> ) y ( <i>S</i> ) .....	20
1.5.4. Actividad Óptica.....	22
1.5.5. Luz Polarizada en un Plano .....	22
1.5.6. Polarimetría .....	23
1.5.7. Rotación Específica.....	24
1.6. Métodos espectroscópicos.....	25
1.6.1. Espectroscopia Infrarroja (IR).....	25
1.6.2. Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear (RMN).....	28
1.6.3. Difracción de Rayos X (RXD).....	31
1.7. Espectrometría de Masas (EM) .....	32
CAPÍTULO 2. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	33
2.1. Resultado de la síntesis de la imina ( <i>S</i> )-(+)-9-[[ <i>(1</i> -ciclohexiletil)imino]-metil]antraceno .....	35

2.2. Resultado de la síntesis de la imina (+)-9-(((1 <i>S</i> ,2 <i>S</i> ,3 <i>S</i> ,5 <i>R</i> ) 2,6,6,trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino)metil)antraceno .....	40
2.3. Resultado de la síntesis de (-)-9-(((1 <i>S</i> ,2 <i>R</i> ,5 <i>S</i> )- 6,6,dimetilbiciclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino)metil)antraceno .....	46
<b>CAPÍTULO 3. PARTE EXPERIMENTAL .....</b>	<b>51</b>
3.1. Síntesis de ( <i>S</i> )-(+)-9-[[1-ciclohexiletil]imino]-metil)antraceno .....	53
3.2. Síntesis de (+)-9-(((1 <i>S</i> ,2 <i>S</i> ,3 <i>S</i> ,5 <i>R</i> )-2,6,6,trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3- il]imino)metil)antraceno .....	55
3.3. Síntesis de (-)-9-(((1 <i>S</i> ,2 <i>R</i> ,5 <i>S</i> )-6,6,dimetilbiciclo[3.1.1.]hept-2- il]metilimino)metil)antraceno .....	57
<b>CAPÍTULO 4. CONCLUSIONES .....</b>	<b>59</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>63</b>
<b>ESPECTROS .....</b>	<b>68</b>

## AGRADECIMIENTOS

*A Dios por acompañarme día a día y darme la bendición de vivir, de disfrutar a mis seres queridos y concluir una etapa más en mi vida.*

*Quiero agradecerles a mis papas Isabel Zaragoza García y Vicente Calleja Hernández por su amor, tanto apoyo en el transcurso de la licenciatura, por todo su esfuerzo para que yo pudiera alcanzar una meta y llegar hasta aquí, siempre les estaré agradecido.*

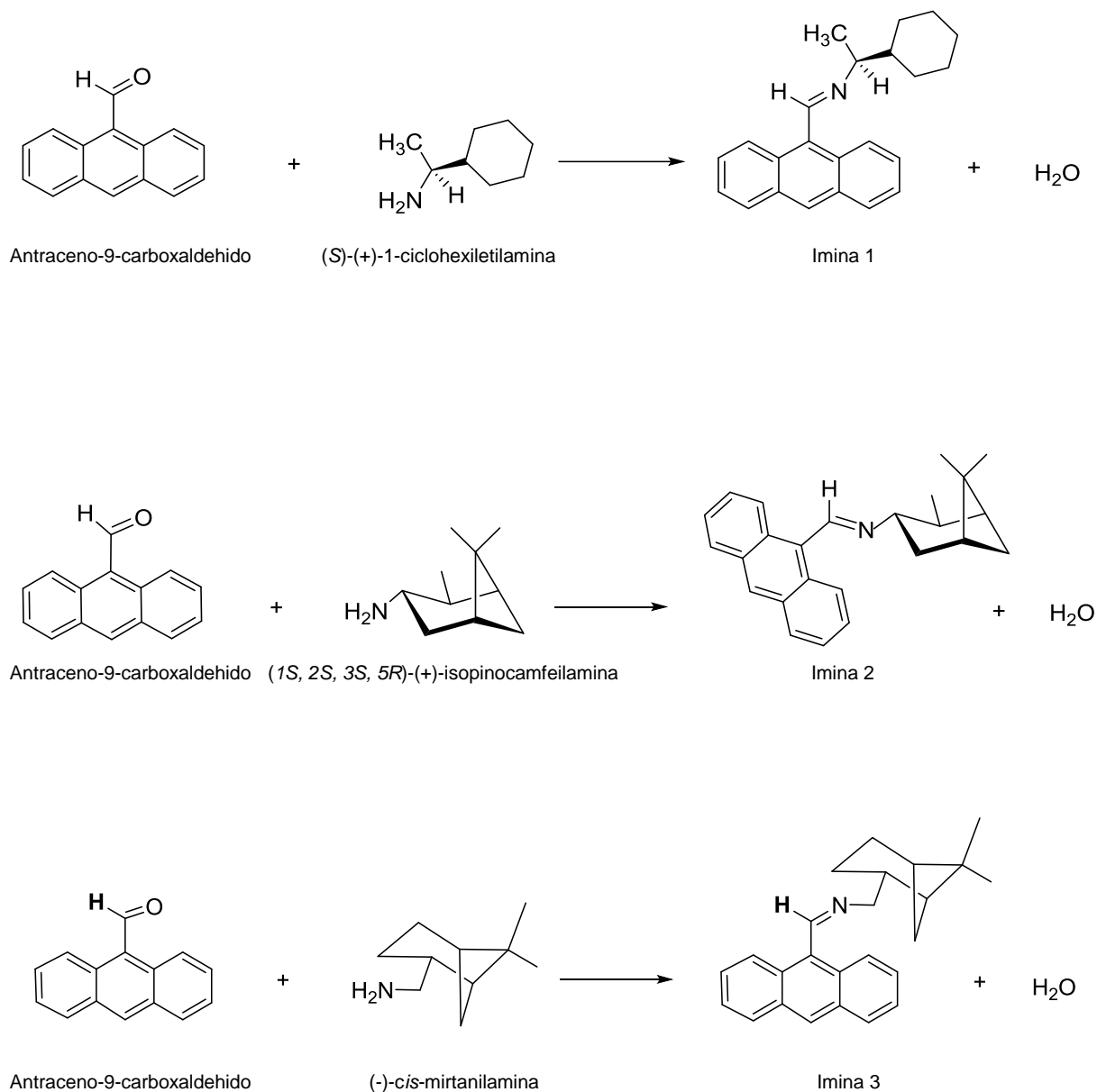
*Muchas gracias a los profesores que conocí, por sus enseñanzas, sus consejos, su disposición e ideas para que aprendiéramos en sus clases, sus motivaciones y buenos deseos, que cambiaron mi perspectiva de la vida en muchos sentidos y que me dejaron muchas más cosas invaluable de las que pensé aprender de ellos.*

*Agradezco a la maestra Guadalupe por darme la oportunidad de trabajar con ella, siempre quise conocer el área de investigación de química orgánica, me da una gran satisfacción y mucha alegría haber podido trabajar en ella al final de la carrera.*

*Quiero agradecerse a Ase porque cree y creyó en mí, en ocasiones más que yo, me enseñó a no tenerle miedo a la adversidad y me cultivó la confianza para cumplir las metas y objetivos que me propenga.*

## RESUMEN

La presente tesis muestra la síntesis y caracterización de nuevas iminas quirales o bases de Schiff derivadas del Antraceno-9-carboxaldehído y de aminas primarias quirales mediante el método "solvent-free". Las síntesis realizadas se muestran a continuación (Figura 1).



**Figura 1.** Reacciones de iminas sintetizadas.

## OBJETIVO GENERAL

Llevar a cabo la síntesis de tres iminas quirales sin la presencia de disolventes (técnica “solvent-free”) ni calor. Posterior a su obtención y caracterización, se pretende contribuir a la investigación de nuevas moléculas que tengan aporte biológico.

## OBJETIVO ESPECÍFICO

1.- Sintetizar 3 nuevas iminas quirales conocidas como bases de Schiff a partir del Antraceno-9-carboxaldehído con las siguientes aminas primarias ópticamente activas:

- a) (S)-(+)-1-ciclohexiletilamina
- b) (1S, 2S, 3S, 5R)-(+)-isopinocampetilamina
- c) (-)-*cis*-mirtanilamina

2.- Crear una nueva forma de síntesis orgánica implementando las directrices de la química verde.

3.- Caracterizar las iminas obtenidas por medio de estudios espectroscópicos de FT-IR, RMN de  $^1\text{H}$  y de  $^{13}\text{C}$ , espectrometría de masas, rotación óptica  $[\alpha]_D^T$ , y por difracción de rayos X en monocristal para demostrar su estructura.

## INTRODUCCIÓN

El creciente proceso de industrialización fue un hito en la evolución económica mundial. A pesar de la contribución al aumento de la calidad de vida, las políticas gubernamentales globales se mantuvieron lejos del impacto ambiental que el crecimiento de las actividades industriales podría causar en nuestro planeta. El rápido aumento de la población resultó en una mayor producción de alimentos con una industrialización excesiva, lo que llevó a una mayor contaminación y agotamiento de los recursos. De esta manera, los recursos naturales comenzaron a utilizarse como si no hubiera consecuencias sobre el problema ambiental.<sup>1</sup>

En la actualidad, la principal materia prima de productos químicos proviene del petróleo no renovable que se está agotando rápidamente tanto por necesidades químicas como energéticas. Sin embargo, la naturaleza proporciona una gran cantidad de biomasa en las formas renovables de carbohidratos, aminoácidos y triglicéridos para obtener productos orgánicos, pero un obstáculo importante para usar biomasa renovable como materia prima es la necesidad de una nueva química para transformar las grandes cantidades de biomasa de manera selectiva y eficiente, en su estado natural.<sup>2</sup>

Las reacciones juegan el papel más fundamental en la síntesis. La ideología de la química verde exige el desarrollo de nuevas reactividades químicas y condiciones de reacción que potencialmente puedan proporcionar beneficios para las síntesis químicas en términos de eficiencia de recursos y energía, selectividad de productos, simplicidad operativa, salud y seguridad ambiental. Este trabajo presenta la síntesis de iminas quirales en ausencia de disolvente con la finalidad de promover la química verde con la aplicación de nuevas rutas sintéticas benignas con el ambiente. Los productos obtenidos fueron sometidos a diferentes caracterizaciones espectroscópicas para confirmar la obtención de las moléculas esperadas. Se realizaron análisis de espectroscopía de infrarrojo (IR), resonancia magnética nuclear (RMN), espectrometría de masas (EM), actividad óptica ( $[\alpha]_D^T$ ) y difracción de rayos X en monocristal (RXD).

# **CAPÍTULO I.**

# **ANTECEDENTES**

## 1.1. Antecedentes

La sociedad global actual está íntimamente relacionada con los productos químicos y sus procesos. La sustentabilidad de nuestra civilización depende de si podemos suministrar fuentes de energía, alimentos y productos químicos a la creciente población sin comprometer la salud de nuestro planeta a largo plazo. El desarrollo de las herramientas para lograr esos objetivos es un gran reto científico, tecnológico y social.<sup>3</sup>

El papel de la química es esencial para asegurar que la próxima generación de productos químicos, materiales y la energía sea más sostenible que la actual generación. La demanda mundial de procesos químicos ecológicos y productos requiere el desarrollo de nuevos y rentables enfoques para la prevención de la contaminación.<sup>4</sup> Química verde, síntesis químicas ambientalmente benignas, vías alternativas de síntesis para prevenir la contaminación o benignas por diseño: todas estas son frases que describen esencialmente el mismo concepto. La química verde es el uso de la química para prevenir la contaminación.<sup>26</sup>

## 1.2. Química verde

Química verde se define como el "diseño de productos y procesos químicos para reducir o eliminar el uso y generación de sustancias peligrosas". Esta definición y el concepto de química verde fueron formulados a principios de la década de 1990. química verde es relativamente un nuevo campo emergente que se esfuerza por trabajar a nivel molecular para lograr la sostenibilidad. El campo ha recibido un gran interés en los últimos años debido a su capacidad para aprovechar la innovación química para cumplir los objetivos ambientales y económicos de forma simultánea. El enfoque de la química verde se esfuerza por alcanzar la sostenibilidad a nivel molecular. Debido a este objetivo, no es de extrañar que se ha aplicado a todos los sectores de la industria. Desde el espacio aéreo, automóvil, cosmética, electrónica, energía, productos para el hogar, productos farmacéuticos, etc.

El concepto de química verde ha tenido este gran impacto debido al hecho de que va más allá del laboratorio de investigación de forma aislada y ha tocado la industria, la educación, el medio ambiente y el público en general. El campo de la química verde ha demostrado cómo los químicos pueden diseñar la próxima generación de productos y procesos para que sean rentables mientras que es bueno para la salud humana y el medio ambiente.

Los tres puntos principales sobre el marco química verde se pueden resumir en:

- Química Verde diseña a través de todas las etapas de la sustancia química, ciclo vital.
- Química Verde busca diseñar la naturaleza inherente de los productos químicos y procesos para reducir su peligro intrínseco.
- Química Verde funciona como un sistema coherente de principios o criterios de diseño.<sup>5</sup>

### **1.2.1. Historia de la química verde**

Aunque las primeras preocupaciones por el medio ambiente se produjeron desde 1949 en la Conferencia científica de las Naciones Unidas sobre la conservación y uso de recursos (UNSCCUR) en los EE.UU., los problemas ambientales se enfocaron en 1968 de la conferencia intergubernamental de expertos sobre las bases científicas para el uso racional y conservación de los recursos de la biosfera en Francia, conocida como la conferencia de la biosfera.

La década de 1980 se caracterizó por numerosas conferencias mundiales sobre el medio ambiente. Después de una evaluación de los 10 años de las acciones propuestas en la Conferencia de Estocolmo, la ONU creó la Comisión Mundial sobre el Medio Ambiente y el Desarrollo en 1983 para elaborar un informe sobre el desarrollo mundial y el medio ambiente. Esta comisión se creó en un momento de presión precedentes sobre el medio ambiente global y un creciente reconocimiento de que gran parte del desarrollo sin no era sostenible.

El informe conocido como el Informe Brundtland "Nuestro Futuro Común" concilió cuestiones ambientales y sociales, y fue publicado en 1987, que por primera vez definió el concepto de desarrollo sostenible como el desarrollo que satisface las necesidades de la generación actual sin comprometer la futura generación. El informe también hizo hincapié en los peligros del agotamiento del ozono y los efectos sobre el calentamiento global, afirmando que la capacidad de los científicos para evaluar y proponer soluciones fueron inferiores a la velocidad del cambio climático.<sup>7</sup>

En 1991, la oficina de prevención de la contaminación y tóxicos de la Agencia de Protección Ambiental (EPA) de EE. UU. lanzó la primera iniciativa de investigación del programa de química verde, la solicitud de investigación de vías sintéticas alternativas. En 1993, el programa de la EPA adoptó oficialmente el nombre de "Programa de Química Verde de EE. UU."<sup>34</sup>

El Gobierno de Estados Unidos en 1995, anunció el programa Presidencial Desafío química verde (PGCC). Se contempla las innovaciones tecnológicas que se

constituyeron en las industrias químicas para reducir la producción de residuos en varios sectores de la producción. Las obras se otorgan anualmente en cinco categorías diferentes: académico; pequeños negocios; rutas sintéticas alternativas; reactivas condiciones alternativas y diseños químicos más seguros.

En 1997, el Instituto de Química Verde (GCI) fue creado como una corporación sin fines de lucro para promover a través del conocimiento, la experiencia y capacidad, movimientos de la compañía química hacia la sostenibilidad, que avanzó en las aplicaciones de la química verde.

El GCI se unió a la Sociedad Química Americana (ACS) en 2001 para hacer frente a los problemas mundiales en la reunión de la química y el medio ambiente. A través de la investigación, el trabajo ha integrado a la química verde en todos los aspectos tales como las industrias, negocios, educación, así como los esfuerzos de organización con las redes internacionales.

El libro innovador Química Verde: teoría y práctica, la presentación de Paul Anastas y John C. Warner como co-autores en 1998, fue otro acontecimiento importante para la química verde. En el libro, los 12 principios de la química verde están claramente definidos con una filosofía que siempre ha animado a los científicos académicos e industrias para perseguir acciones ambientalmente correctas.<sup>7</sup>

### **1.2.2. Química verde en México**

En México se han desarrollado algunos esfuerzos para el desarrollo de nuevas sustancias, productos y procesos amigables con el ambiente. 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.

De los principales esfuerzos realizados en México cabe destacar los siguientes:

El Centro Mexicano de Química en Microescala de la Universidad Iberoamericana en la categoría de Capítulo Afiliado al Green Chemistry Institute, impartió el primer taller de química verde en México en julio del 2003. Sus principales actividades están relacionadas con la capacitación y desde 1990 con promover en México y en otros países el uso de técnicas de laboratorio en microescala (usando cantidades de micro/ mililitros y miligramos). El Centro Mexicano para la Producción más Limpia impulsa el desarrollo sustentable en el país.<sup>8</sup>

El Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable (CCIQS) fue creado para desarrollar investigación y con el espíritu de fomentar el desarrollo de grupos mixtos de trabajo entre la Universidad Nacional Autónoma de México y la Universidad Autónoma del Estado de México (UAEM). Este centro es único porque conviven dos universidades públicas, académicos de ambas instituciones trabajan en igualdad de condiciones para desarrollar investigación enfocada en química sustentable.

En 1993, por acuerdo del Lic. Luis Donald Colosio, Secretario de Desarrollo Social, se estableció el "Premio al Mérito Ecológico", anual, con el objetivo de reconocer a las personas, organizaciones e instituciones que planifican o realizan acciones importantes en favor del ambiente.<sup>6</sup>

### **1.2.3. Desafíos de la química verde**

El desarrollo sostenible es ahora aceptado por los gobiernos, la industria y el público como un objetivo necesario para el logro de la sociedad, objetivos económicos y ambientales. Dentro de esto, la química tiene un papel clave que desempeñar en el mantenimiento y la mejora de nuestra calidad de la vida, la competitividad de la industria química y el medio ambiente natural.<sup>9</sup>

Química verde busca diseñar e inventar la próxima generación de la materia (materiales) que es la base de nuestra sociedad y nuestra economía de manera que minimiza las consecuencias adversas para la salud humana y el medio ambiente.

Esta búsqueda incluye el material que se utiliza para generar, almacenar y transportar la energía que alimenta nuestra civilización.

Los tipos de productos y procesos que se pueden ver entre aquellos que adoptan principios de la química verde incluyen la medicina, la producción de alimentos, la producción de energía, el embalaje, el hogar y productos de limpieza comerciales, electrónica, automotriz, y una amplia gama de bienes de consumo.<sup>10</sup>

Los retos futuros de la química verde son tan diversos como la imaginación científica y abordar las cuestiones más amplias de sostenibilidad. Debido a esta amplitud, no debe ser ninguna sorpresa que un número de estos desafíos son de persecución por razones que van desde la economía a la científica. Los desafíos para la investigación en el logro de los principios de la química verde son numerosos, y una discusión detallada de cada uno no es posible. El descubrimiento de más tecnologías ambientalmente benignas en fase de investigación no garantiza que van a ser adoptadas a escala industrial. Una serie de barreras impiden la adopción de nuevas tecnologías que evitan la contaminación. La adopción de procesos ambientalmente benignos puede ser facilitada por el siguiente:

- La flexibilidad en las regulaciones.
- Incentivos fiscales para la implementación de tecnologías más limpias.
- Los programas de investigación para facilitar la transferencia de tecnología entre las instituciones académicas, el gobierno y la industria.
- Extensiones de vida de la patente para la optimización de procesos más limpios.<sup>11</sup>

#### **1.2.4. Principios de química verde**

Los doce principios de la química verde son los criterios de diseño o directrices que proporcionan el marco para el diseño sostenible. Constituyen una construcción general para el diseño de productos químicos más seguros y transformaciones químicas. El diseño de los productos químicos más seguros y procesos sostenibles requiere el esfuerzo para reducir los peligros intrínsecos al mínimo y, por lo tanto, limitar el riesgo de accidentes y daños.<sup>5</sup>

##### **1. Prevención**

Es mejor prevenir los desechos que tratar o limpiar los desechos después de que se hayan creado.

##### **2. Economía del átomo**

Los métodos sintéticos deben diseñarse para maximizar la incorporación de todos los materiales utilizados en el proceso en el producto final.

##### **3. Síntesis de sustancias químicas menos peligrosas**

Siempre que sea posible, los métodos sintéticos deberían diseñarse para utilizar y generar sustancias que posean poca o ninguna toxicidad para la salud humana y el medio ambiente.

##### **4. Diseño de productos químicos más seguros**

Los productos químicos deben diseñarse para lograr la función deseada mientras se minimiza su toxicidad.

##### **5. Disolventes y auxiliares más seguros**

El uso de sustancias auxiliares (por ejemplo, disolventes, agentes de separación, etc.) debe hacerse innecesario siempre que sea posible e inocuo cuando se utilizan.

##### **6. Diseño para la eficiencia energética**

Los requisitos energéticos de los procesos químicos deben reconocerse por sus impactos ambientales y económicos y deben minimizarse. Si es posible, los métodos sintéticos deben realizarse a temperatura y presión ambientales.

## **7. Uso de materias primas renovables**

Una materia prima o materia prima debe ser renovable en lugar de agotarse siempre que sea técnica y económicamente viable.

## **8. Reducir derivados**

La derivatización innecesaria (uso de grupos de bloqueo, protección / desprotección, modificación temporal de procesos físicos / químicos) debe minimizarse o evitarse si es posible, porque tales pasos requieren reactivos adicionales y pueden generar desechos.

## **9. Catálisis**

Los reactivos catalíticos (lo más selectivos posible) son superiores a los reactivos estequiométricos.

## **10. Diseño para degradación**

Los productos químicos deben diseñarse de manera que al final de su función se descompongan en productos de degradación inocuos y no persistan en el medio ambiente.

## **11. Análisis en tiempo real para la prevención de la contaminación**

Las metodologías analíticas deben desarrollarse más para permitir la supervisión y el control en tiempo real y durante el proceso antes de la formación de sustancias peligrosas.

## **12. Química intrínsecamente más segura para la prevención de accidentes**

Las sustancias y la forma de una sustancia utilizada en un proceso químico deben elegirse para minimizar la posibilidad de accidentes químicos, incluidos escapes, explosiones e incendios.<sup>35</sup>

### **1.3. Química sin disolventes “Solvent Free”**

La mayoría de las reacciones orgánicas se han estudiado en solución. Una razón para esto podría ser la famosa filosofía de Aristóteles, "No Coopora nisi Fluida", que significa, "No se produce reacción en ausencia de disolvente". En el

período antiguo de Aristóteles, no se dio cuenta de que se producen muchas reacciones en ausencia de solvente. Por ejemplo, muchas reacciones biológicas, como la digestión de los alimentos en el estómago e intestinos, la reacción entre células como el óvulo y la espermátida, y la multiplicación de la célula, son más estado sólido que reacciones en solución.<sup>12</sup>

Síntesis exenta de disolvente está ganando importancia como una herramienta para la síntesis de una amplia variedad de compuestos útiles e importantes, con un número de reacciones llevadas a cabo en estas condiciones crecientes.<sup>13</sup>

En la química verde los esquemas sintéticos están diseñados de tal manera que hay menos contaminación al medio ambiente. Al igual que en la actualidad, la máxima contaminación al medio ambiente es causada por numerosas industrias químicas. El costo involucrado en la eliminación de los productos de desecho también es enorme.

Se han hecho intentos para diseñar la síntesis de los procesos de fabricación de tal manera que los productos de desecho son mínimos, no tienen ningún efecto sobre el medio ambiente y su disposición es conveniente. Por ejemplo, el uso de benceno como disolvente debe ser evitado a toda costa, ya que es cancerígeno en la naturaleza. Si es posible, lo mejor es llevar a cabo reacciones en la fase acuosa. Con este punto de vista en mente, los métodos sintéticos deben ser diseñados de tal manera que los materiales de partida se consuman en la medida máxima en el producto final. La reacción también no debe generar cualquier subproducto tóxico. La creencia anterior de que ninguna reacción es posible sin el uso de un disolvente no es más válida. Se ha encontrado que un gran número de reacciones se producen en el estado sólido, sin el disolvente. De hecho, en varios casos, dichas reacciones se producen de manera más eficiente y con más selectividad en comparación con las reacciones llevadas a cabo en disolventes. Tales reacciones son simples de manejar, reducir la contaminación, comparativamente más baratos de operar y son especialmente importantes en la industria.<sup>14</sup>

Dependiendo de la sustancia reaccionante, las reacciones sin solventes se clasifican en tres categorías:

Líquido-líquido

Líquido-sólido

Sólido-sólido<sup>13</sup>

### **1.3.1. Ventajas**

Las siguientes son las principales ventajas de la síntesis exenta de disolvente sobre la reacción de disolventes.

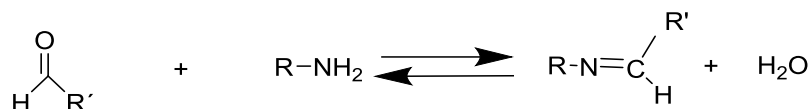
- Reducida contaminación.
- Simplicidad en proceso y manejo.<sup>15</sup>
- Lo más a menudo el producto es suficientemente puro y no requiere purificación adicional por cromatografía o recristalización, lo que ahorra disolventes.
- Las reacciones son expeditas, llegando a menudo a la etapa de finalización en unos pocos minutos, en contraste con las horas requeridas en disolventes orgánicos volátiles.
- A menudo no se requiere equipo especializado y las necesidades de energía pueden ser inferior.
- Los procesos industriales pueden requerir inversiones de capital bajos en términos de equipo y la reducción de lotes de tamaño considerable, y rentable de procesamiento es alcanzable.
- El diseño de las reacciones más seguras.
- Altos rendimientos de productos.<sup>13</sup>

### 1.3.2. Desventajas

A pesar de las evidentes ventajas de eliminación de disolventes, existen limitaciones de la síntesis exenta de disolvente:

- El calor y la transferencia de masa.
- Si ambos reactivos son sólidos, la reacción es difícil de lograr.
- Para la síntesis a escala industrial, reactores especiales necesitan ser diseñados para la transferencia de energía liso.<sup>13</sup>

### 1.4. Síntesis de iminas

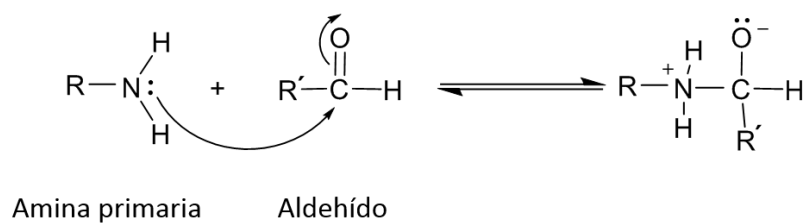


**Figura 2.** Reacción general de la síntesis de iminas.

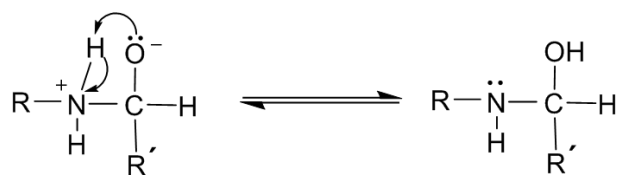
La condensación de compuestos de carbonilo con aminas primarias (Figura 2) para producir las iminas correspondientes fue primeramente descubierto en 1864 por Hugo Schiff. Por lo tanto, iminas se refieren a menudo como bases de Schiff o azometinas.<sup>16</sup> Las bases de Schiff son algunos de los compuestos orgánicos más utilizados. Se utilizan como pigmentos y colorantes, catalizadores, productos intermedios en la síntesis orgánica, y como estabilizadores de polímeros. Las bases de Schiff también se han mostrado que exhiben una amplia gama de actividades biológicas, incluyendo antifúngicas, antibacterianas, antimaláricas, antiproliferativas, antiinflamatorias, antiviral y antipiréticas.<sup>17</sup>

El mecanismo de acción (figura 3) en la síntesis de iminas se muestra a continuación:

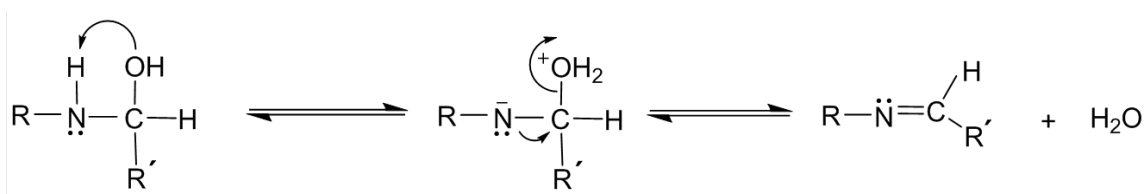
1. Ataque nucleofílico y protonación del carbonilo



2. Equilibrio ácido-base

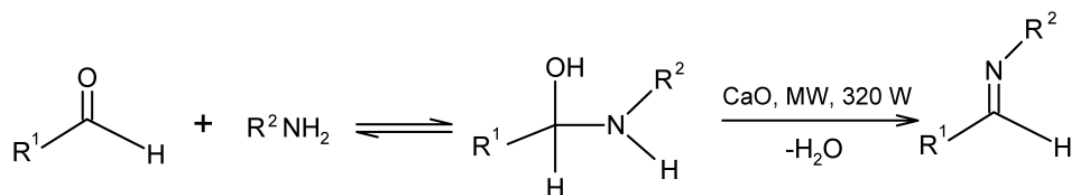


3. Pérdida de agua

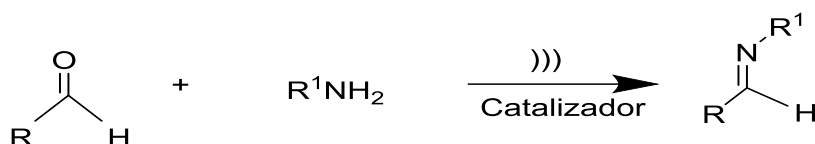


**Figura 3.** Mecanismo de acción en síntesis de iminas.

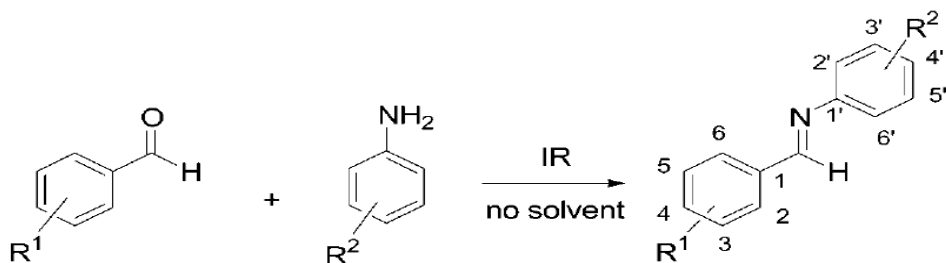
### 1.4.1. Otras vías de síntesis de iminas



**Figura 4.** Síntesis de iminas exenta de disolvente utilizando óxido de calcio bajo irradiación de microondas.<sup>18</sup>



**Figura 5.** Síntesis de iminas por irradiación de ultrasonido ")))" donde se empleó una amplia gama de aldehídos aromáticos y heteroaromáticos.<sup>19</sup>



**Figura 6.** Preparación de derivados de *N*-bencilidenanilina sustituidos, mediante la condensación de varios benzaldehídos y anilinas, mediante irradiación infrarroja bajo condiciones sin solventes.<sup>20</sup>

## 1.5. Isomería

Los isómeros, por definición, son moléculas de composiciones atómicas idénticas, pero con diferentes arreglos de enlace de átomos u orientaciones de sus átomos en el espacio, es decir, los isómeros son dos o más sustancias diferentes con la misma fórmula molecular.

Los isómeros constitucionales también se denominan isómeros estructurales o posicionales. Estas son moléculas con la misma composición atómica pero diferentes arreglos de enlaces entre átomos. Ejemplos de isomería constitucional son catecol, resorcinol e hidroquinona; todos estos compuestos tienen las mismas composiciones atómicas ( $C_6 H_6 O_2$ ), pero diferentes arreglos de enlaces de átomos. Se trata de entidades químicas distintas con diferentes propiedades químicas y físicas. Los isómeros configuracionales se definen como moléculas con composición atómica y arreglos de enlace idénticos, pero con diferente orientación de los átomos en el espacio. Estas diferentes orientaciones no se pueden interconvertir libremente mediante la rotación del enlace, un ejemplo es la dexanfetamina y levoanfetamina.<sup>27</sup>

### 1.5.1. Estereoquímica

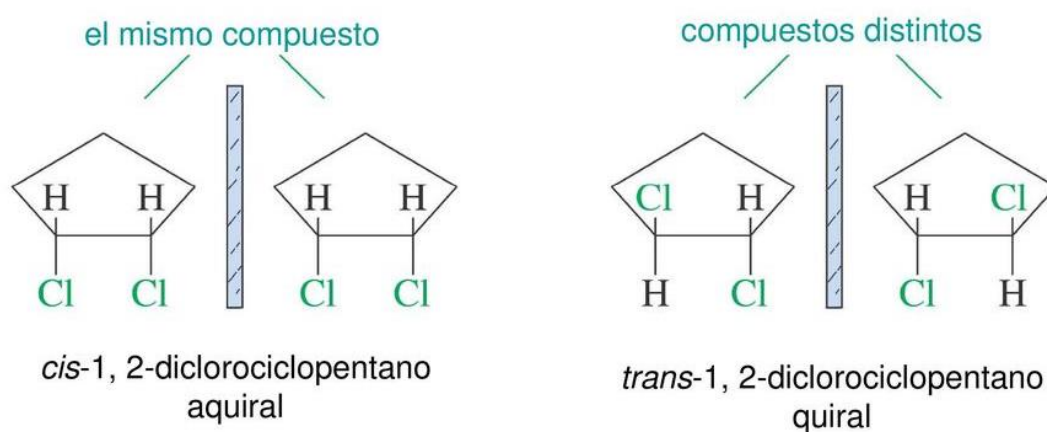
La estereoquímica, una subdisciplina de la química, implica el estudio de la disposición espacial relativa de los átomos dentro de las moléculas. Una rama importante de la estereoquímica es el estudio de moléculas quirales. La estereoquímica también se conoce como química 3D porque el prefijo "estereo-" significa "tridimensionalidad".

La estereoquímica es una faceta enormemente importante de la química, y el estudio de los problemas estereoquímicos abarca toda la gama de químicas orgánicas, inorgánicas, biológicas, físicas y supramoleculares. La estereoquímica incluye métodos para determinar y describir estas relaciones; el efecto sobre las propiedades físicas o biológicas que estas relaciones imparten a las moléculas en

cuestión y cómo estas relaciones influyen en la reactividad de las moléculas (estereoquímica dinámica).<sup>30</sup>

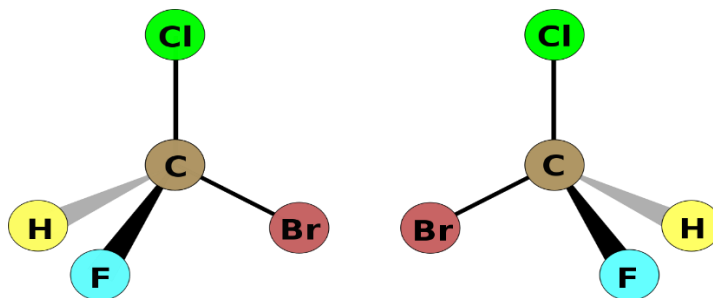
### 1.5.2. Quiralidad

Una molécula se denomina quiral si no es superponible a su imagen especular (figura 7).



**Figura 7.** Estereoisómeros del 1,2-diclorociclopentano.

El mejor ejemplo de quiralidad es nuestra mano. No se pueden superponer dos manos de forma idéntica, a pesar de que nuestros dedos de cada mano están conectados de la misma manera. El término quiral se derivó de la palabra griega "cheir", que significa mano y se aplicó como una descripción de la estructura cristalina para diestros y zurdos como resultado de la asimetría molecular. Un átomo como carbono, nitrógeno, fósforo, azufre y silicio forman una estructura tetraédrica con cuatro grupos diferentes unidos a ellos. Forman dos imágenes especulares no superponibles (figura 8). Hoy en día, los isómeros ópticos se denominan más comúnmente enantiómeros o par enantiomérico.<sup>28</sup>



**Figura 8.** Imagen especular no superponible del bromofluoroclorometano.

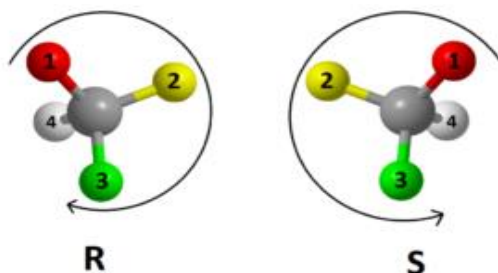
### 1.5.3. Nomenclatura (*R*) y (*S*)

El sistema Cahn-Ingold-Prelog es un conjunto de reglas que nos permite definir sin ambigüedades la configuración estereoquímica de cualquier estereocentro, utilizando las designaciones “*R*” (del latín *rectus*, que significa diestro) o “*S*” (del latín *siniestro*, que significa zurdo).

Las reglas de prioridad de Cahn-Ingold-Prelog se basan en los números atómicos de los átomos de interés. Por quiralidad, los átomos de interés son los átomos unidos al carbono quiral.

- a) El átomo con mayor número atómico tiene mayor prioridad ( $I > Br > Cl > S > P > F > O > N > C > H$ ).
  - b) Al comparar isótopos, el átomo con el número de masa más alto tiene mayor prioridad [ $^{18}O > ^{16}O, ^{15}N > ^{14}N, ^{13}C > ^{12}C, T (^3H) > D (^2H) > H$ ].
  - c) Cuando hay un empate en (2) arriba, establezca la prioridad relativa procediendo al siguiente átomo(s) a lo largo de la cadena hasta que se observe la primera diferencia.
1. Asigne prioridades a los cuatro sustituyentes, siendo el #1 la prioridad más alta y el #4 la más baja. Las prioridades se basan en el número atómico.

2. Trace un círculo desde el núm. 1 al núm. 2 al núm. 3.

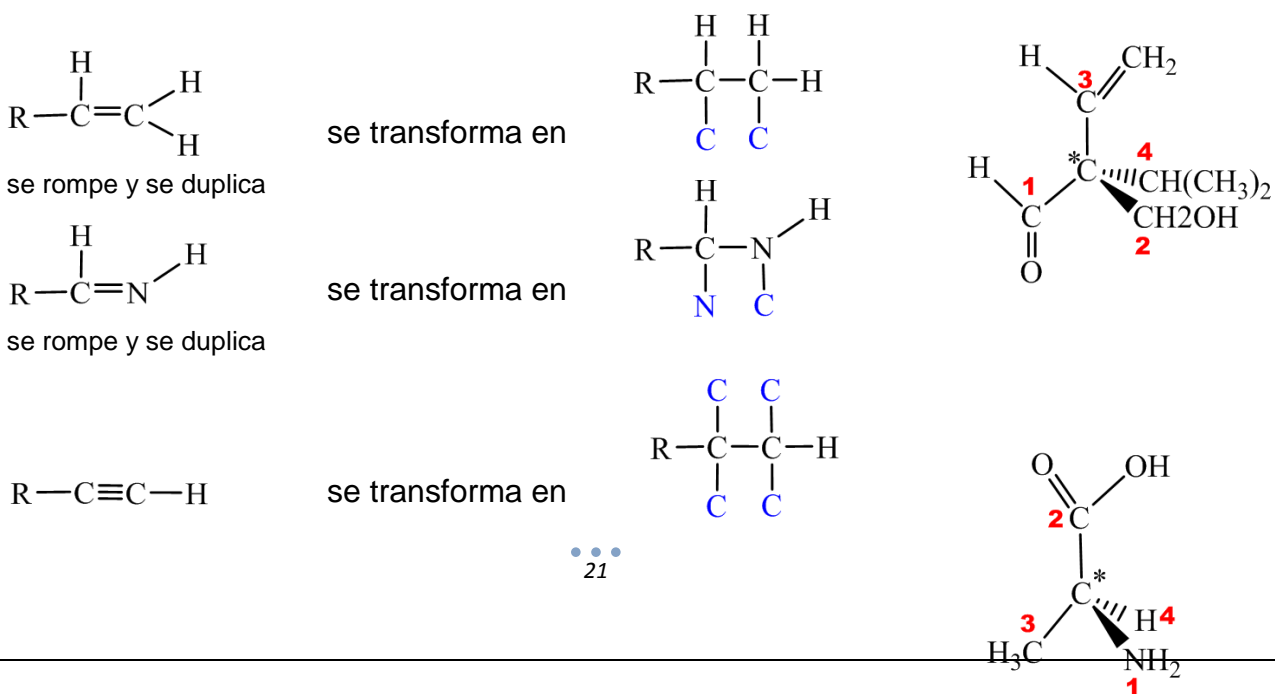


3. Determine la orientación del grupo prioritario #4. Si está orientado en el plano de la página (lejos de usted), vaya al paso 4a. Si está orientado fuera del plano de la página (hacia usted), vaya al paso 4b.

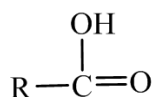
4. 4a: (*grupo #4 apuntando en dirección opuesta a usted*): un círculo en el sentido de las agujas del reloj en la parte 2 corresponde a la configuración *R*, mientras que un círculo en el sentido contrario a las agujas del reloj corresponde a la configuración *S*.

5. 4b: (*grupo #4 apuntando hacia usted*): un círculo en sentido horario en la parte 2 corresponde a la configuración *S*, mientras que un círculo en sentido anti horario corresponde a la configuración *R*.

d) Los enlaces dobles y triples se manejan como enlaces hacia otros átomos. Observe que cuando usted rompe un enlace, siempre se adicionan *dos* átomos imaginarios (los átomos imaginarios aparecen en color azul).<sup>29</sup>

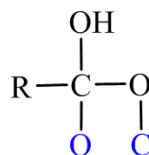


se rompe y se duplica



se rompe y se duplica

se transforma en



#### 1.5.4. Actividad Óptica

La actividad óptica es el resultado de moléculas quirales que interactúan de manera diferente con la luz polarizada circularmente a la izquierda o a la derecha. Debido a este vínculo intrínseco con la estructura molecular, la determinación de la actividad óptica mediante espectroscopía de dicroísmo circular (CD) ha servido durante mucho tiempo como un método de rutina para obtener información estructural sobre sistemas químicos y biológicos en las fases condensadas. La mayoría de los fármacos ópticos activos son quirales como resultado de la presencia de átomos de carbono asimétricamente tetraédricos.<sup>27</sup>

#### 1.5.5. Luz Polarizada en un Plano

La luz es una forma de radiación electromagnética, parte de un espectro que incluye rayos X, microondas y ondas de radio. En general, atraviesa el espacio como una onda *transversal* (es decir, que oscila en ángulo recto con la dirección del viaje) que consiste en un campo eléctrico y magnético oscilante. Cualquier onda electromagnética también consta de paquetes discretos de energía cuantificados, llamados fotones. Sin embargo, la polarización es una propiedad distinta de la luz que define las orientaciones relativas de las ondas a medida que se propagan y cómo la luz se refleja, refracta, dispersa y transmite por diferentes materiales. Un haz de luz generalmente consta de un gran número de ondas y la polarización de una fuente de luz se refiere a la distribución de la orientación de los campos eléctricos de las ondas. Un rayo en el que todas las ondas oscilan horizontalmente

se llama luz totalmente polarizada horizontalmente. Si todas las ondas del haz oscilan verticalmente, entonces está totalmente polarizado verticalmente.<sup>31</sup>

Una rotación en el sentido de las agujas del reloj, cuando el observador mira hacia el haz, define la sustancia como dextrógira (es decir, gira hacia la derecha) y el ángulo  $\alpha$  se toma como una rotación positiva (+). Si la rotación es en sentido anti horario, la sustancia se describe como levógira (es decir, gira hacia la izquierda) y el ángulo  $\alpha$  se toma como una rotación negativa (-).<sup>32</sup>

### 1.5.6. Polarimetría

Polarimetría, medida del ángulo de rotación del plano de la luz polarizada (es decir, un haz de luz en el que las vibraciones de las ondas electromagnéticas se limitan a un plano) que resulta de su paso a través de ciertos materiales transparentes. La polarimetría es de interés para el químico porque la capacidad de una sustancia para afectar la luz polarizada de esta manera está estrechamente relacionada con su estructura química. Un compuesto que muestra esta capacidad se llama ópticamente activo.<sup>33</sup>

El plano de polarización se puede determinar mediante un instrumento llamado polarímetro, que se muestra a continuación (figura 9).

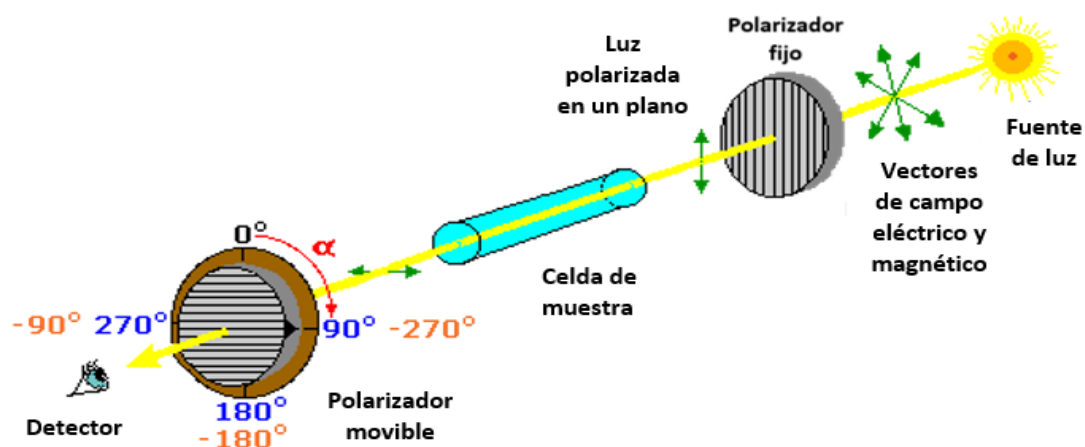


Figura 9. Diagrama de un dispositivo polarizador.

La luz monocromática (longitud de onda única) está polarizada por un polarizador fijo junto a la fuente de luz. Un soporte de celda de muestra está ubicado en línea con el haz de luz, seguido de un polarizador móvil (el analizador) y un ocular a través del cual se puede observar la intensidad de la luz. En los instrumentos modernos, un detector de luz electrónico reemplaza al ojo humano.<sup>36</sup>

### **1.5.7. Rotación Específica**

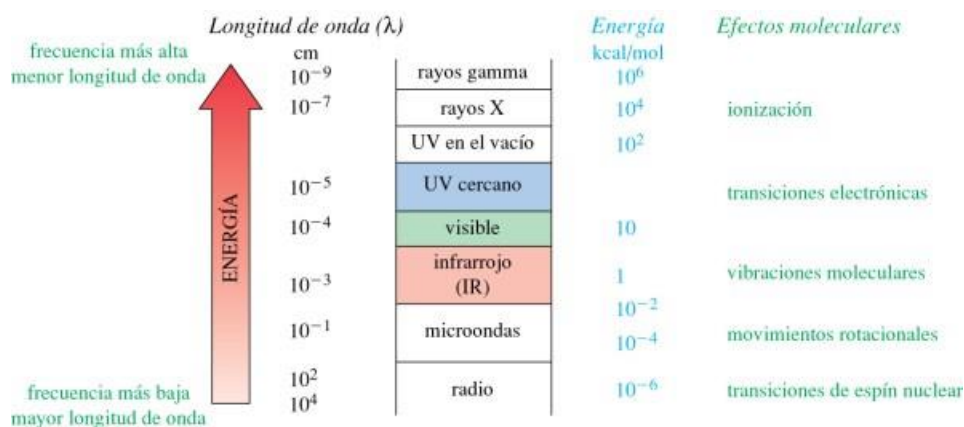
La medida cuantitativa de la actividad óptica de una molécula se denomina su rotación específica. No es difícil entender que las fuerzas eléctricas en un haz de luz que incide en una molécula interactuarán hasta cierto punto con los electrones dentro de la molécula. Aunque la energía radiante en realidad puede no ser absorbida por la molécula para promoverla a estados de energía electrónica excitados más altos, puede ocurrir una perturbación de la configuración electrónica de la molécula. Uno puede visualizar este proceso como una polarización de los electrones provocada por el campo eléctrico oscilante asociado con la radiación. Ésta interacción es importante aquí porque hace que el campo eléctrico de la radiación cambie su dirección de oscilación. El efecto producido por cualquier molécula es extremadamente pequeño, pero en conjunto puede medirse como una rotación neta de la luz polarizada en el plano. Las moléculas que tienen suficiente simetría para que cada una sea idéntica a su reflexión, no rotan la luz polarizada en el plano. Sin embargo, una molécula con sus átomos tan dispuestos en el espacio que no es simétrica al grado de ser superponible en su imagen especular tendrá un efecto neto sobre la luz polarizada incidente, porque entonces las interacciones electromagnéticas no promedian cero.<sup>32</sup>

## 1.6. Métodos espectroscópicos

### 1.6.1. Espectroscopia Infrarroja (IR)

La espectroscopia es el estudio de la interacción de la luz con la materia. En espectroscopia de absorción, se pasa luz de una frecuencia e intensidad conocidas a través de una muestra y la atenuación de la intensidad es medido. Un registro de la atenuación (absorción) en función de la frecuencia o longitud de onda se denomina espectro.

La región infrarroja del espectro (Figura 10) corresponde a las frecuencias que se encuentran justo por debajo de las frecuencias del visible, y por encima de las frecuencias más altas de microondas y de radar: longitudes de onda de aproximadamente  $8 \times 10^{-5} \text{ cm}$  a  $1 \times 10^{-2} \text{ cm}$ . Los espectrofotómetros infrarrojos comunes operan en medio de esta región, a longitudes de onda de entre  $2.5 \times 10^{-4} \text{ cm}$  y  $25 \times 10^{-4} \text{ cm}$ .<sup>21</sup>

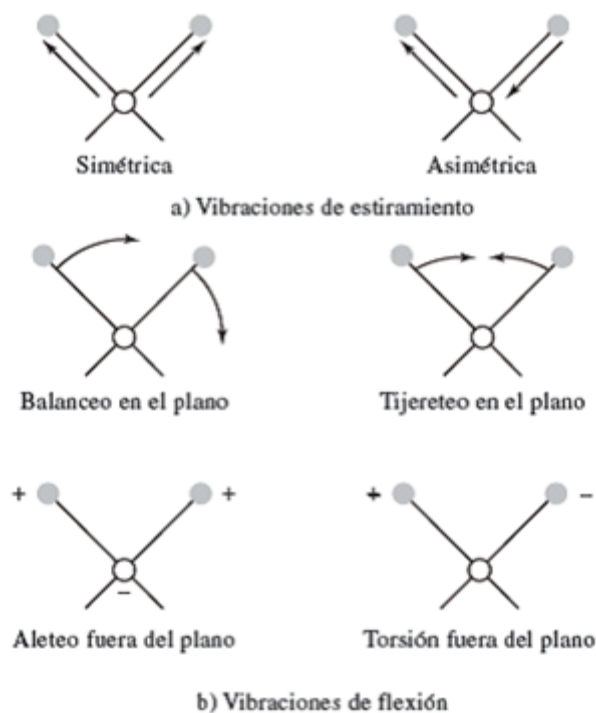


**Figura 10.** Espectro electromagnético.

La energía absorbida no es suficiente para romper enlaces químicos o alterar configuraciones moleculares. El tipo de excitación molecular que puede ocurrir es el inicio de movimientos vibracionales de los átomos de un lado a otro y sobre sus posiciones de equilibrio. Cuando se trata de especies homonucleares como  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$  o  $\text{Cl}_2$  el momento dipolar no sufre un cambio neto durante la vibración o la rotación. Por consiguiente, este tipo de compuestos no absorbe radiación infrarroja.

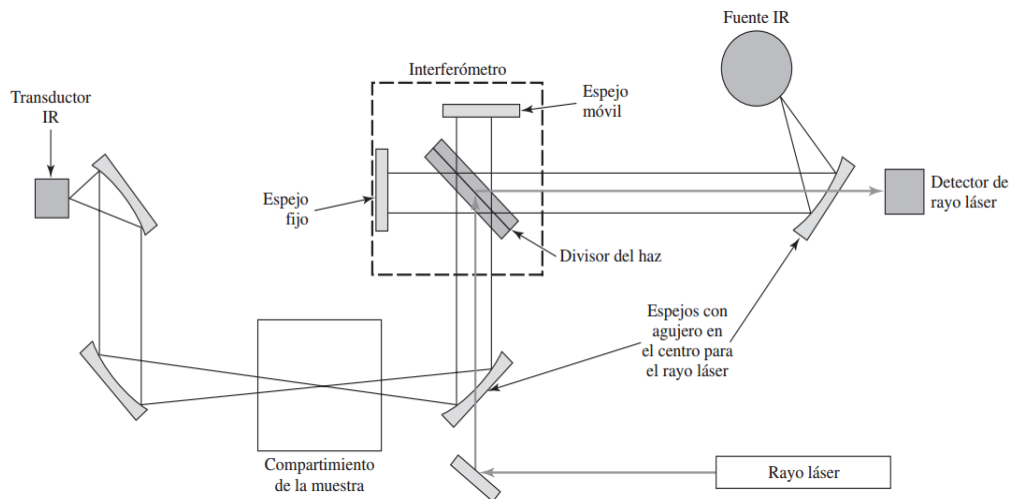
Las posiciones relativas de los átomos en una molécula no son fijas, si no que fluctúan de manera continua como consecuencia de una multitud de tipos de vibraciones y rotaciones diferentes alrededor de los enlaces en una molécula. En el caso de una molécula sencilla diatómica o triatómica es fácil definir el número y la naturaleza de dichas vibraciones, y relacionarlas con las energías de absorción. En el caso de moléculas poliatómicas, es difícil, si no imposible, hacer un análisis de esta clase. No solo a causa del gran número de centros de vibración que presentan las moléculas grandes sino también por las interacciones entre varios de estos centros.

Pueden distinguirse dos categorías básicas de vibraciones: de estiramiento y de flexión. En una vibración de estiramiento hay un cambio continuo en la distancia interatómica a lo largo del eje del enlace entre dos átomos. Las vibraciones de flexión se caracterizan por un cambio en el ángulo entre dos enlaces y son de cuatro tipos: de tijereteo, balanceo, aleteo y torsión. Los distintos tipos de vibraciones se representan en forma esquemática a continuación (Figura 11).<sup>21</sup>



**Figura 11.** Tipos de vibraciones moleculares.

Un espectrofotómetro de infrarrojo (Figura 12) funciona de la siguiente manera: en una rama del interferómetro, la radiación de la fuente IR pasa por el divisor de haz y llega hasta el espejo fijo, regresa al divisor de haz y atraviesa la muestra para llegar al transductor de IR. En la otra rama la radiación de la fuente IR viaja al divisor de haz, se refleja en el espejo móvil y regresa por el divisor de haces hasta la muestra y llega al transductor. Cuando los dos rayos se encuentran de nuevo en el divisor de haces, tienen la aptitud de interferir uno con el otro si la diferencia de fases es apropiada (diferencia de la trayectoria). El interferograma es una gráfica de la señal contra el desplazamiento del espejo que contiene información respecto a todas las frecuencias presentes. El espectro, intensidad contra número de onda, es la transformada de Fourier del interferograma. Se puede calcular mediante una computadora a partir de la señal contra el desplazamiento del espejo. Un compartimento para la muestra vacío permite calcular el espectro de referencia. Luego se coloca la muestra en el compartimiento y se obtiene su espectro. Luego se determina la absorbancia a cada número de onda a partir de la relación entre intensidad de la muestra y la intensidad de referencia.<sup>22</sup>



**Figura 12.** Espectrofotómetro de IR

## 1.6.2. Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear (RMN)

Espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) es una técnica analítica principalmente utilizada para elucidar la estructura de moléculas. Se basa en medir la intensidad de la radiación electromagnética absorbida por los núcleos atómicos activos en la región de la radiofrecuencia. Las formas isotópicas de  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  son los núcleos comúnmente considerados en análisis. Otros isótopos, incluidos  $^{15}\text{N}$ ,  $^{17}\text{O}$ ,  $^{19}\text{F}$  y  $^{31}\text{P}$ , rara vez se evalúan. Principalmente, el campo electromagnético externo aplicado conduce a los cambios en la frecuencia de resonancia de estos núcleos, que aparece como un espectro.<sup>37</sup>

Un núcleo con un número atómico impar o un número de masa impar tiene un espín nuclear que puede ser observado por medio del espectrómetro de RMN. Podemos visualizar un protón que gira como una esfera rotatoria con carga positiva. Este movimiento de carga es como una corriente eléctrica en una espira de alambre. Genera un campo magnético, llamado momento magnético, que se parece al campo de una pequeña barra de imán. En ausencia de un campo magnético externo, los momentos magnéticos de los protones poseen orientaciones aleatorias. Cuando se aplica un campo magnético externo, cada protón en una muestra asume el estado Beta o Alfa. Debido a que el estado de espín alfa es menor en energía, hay más espines alfa que espines beta.

En una molécula, la nube de electrones alrededor de cada núcleo actúa como una espira de alambre rotando en respuesta al campo externo. Esta rotación inducida es una corriente circular cuyo campo magnético se opone al campo externo. El resultado es que el campo magnético en el núcleo es más débil que el campo externo, y se dice que el núcleo está protegido, por lo que se debe incrementar el campo magnético aplicado para que ocurra la resonancia a una frecuencia dada.

Las posiciones de los picos en los espectros de RMN de la mayoría de los compuestos se miden en relación con la posición del pico producido por un compuesto estándar. En el caso de la mayoría de las mediciones, el patrón es tetrametilsilano ( $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$ ), que se abrevia como TMS. Este patrón se emplea debido a que sus 12 hidrógenos equivalentes producen un solo pico agudo que se presenta

en un campo más alto que las absorciones de los protones en la mayoría de los compuestos.<sup>23</sup>

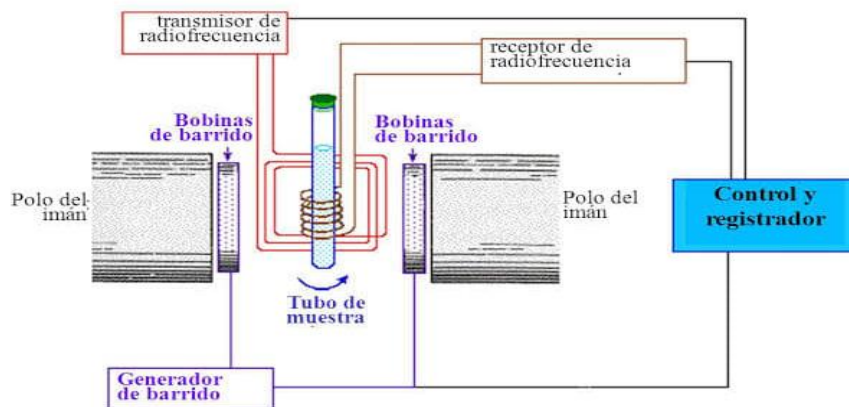
Las variaciones de las posiciones de las absorciones de RMN, que surgen de la protección y de la desprotección electrónica, se llaman desplazamientos químicos (Figura 13). Los desplazamientos químicos se miden en partes por millón (ppm), una fracción adimensional del campo aplicado total. La escala más común de los desplazamientos químicos es la escala delta.

Tipo de protón	$\delta$ aproximado	Tipo de protón	$\delta$ aproximado
alcano ( $-\text{CH}_3$ ) metilo	0.9	$\text{>C=C<}$ alílico $\text{CH}_3$	1.7
alcano ( $-\text{CH}_2-$ ) metileno	1.3	$\text{Ph-H}$ aromático	7.2
alcano ( $-\text{CH}-$ ) metino	1.4	$\text{Ph-CH}_3$ benfílico	2.3
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ -\text{C}-\text{CH}_3 \\ \text{metil cetona} \end{array}$	2.1	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{R}-\text{C}-\text{H} \\ \text{aldehído} \end{array}$	9-10
$-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$ acetilénico	2.5	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{R}-\text{C}-\text{OH} \\ \text{ácido} \end{array}$	10-12
$\text{R}-\text{CH}_2-\text{X}$ (X = halógeno, O)	3-4	$\text{R}-\text{OH}$ alcohol	variable, alrededor de 2-5
$\begin{array}{c} \text{>C=C<} \\ \text{vinílico H} \end{array}$	5-6	$\text{Ar}-\text{OH}$ fenol	variable, alrededor de 4-7
		$\text{R}-\text{NH}_2$ amina	variable, alrededor de 1.5-4

**Figura 13.** Tabla de desplazamientos químicos representativos.

El tipo más sencillo de espectrofotómetro (Figura 14) consiste en cuatro partes:

1. Un imán estable, con un controlador sensible para producir un campo magnético preciso.
2. Un transmisor de radiofrecuencia (RF) que emite una frecuencia precisa.
3. Un detector para medir la absorción de la energía de RF por parte de la muestra.
4. Un registrador para graficar la señal de salida del detector en función del campo magnético aplicado.<sup>21</sup>



**Figura 14.** Composición de un espectrofotómetro de RMN.

La muestra, disuelta en un disolvente apropiado (el más común es  $\text{CDCl}_3$ ), se coloca en un tubo de paredes delgadas, el cual se inserta entre los polos de un imán superconductor y se hace girar con rapidez. Esta rotación asegura que todos los núcleos experimenten el mismo campo aplicado. Las pequeñas variaciones del campo magnético en diferentes lugares entre los polos del imán se promedian a medida que cada núcleo se mueve en todos los ambientes posibles. Se aplica un impulso de radiación de amplio espectro y elevada intensidad por medio de una bobina que rodea al tubo. Este impulso contiene una distribución homogénea de todas las frecuencias que se van a observar, y los núcleos reciben un estímulo uniforme para saltar de un estado de más baja energía a uno de mayor energía respecto al campo aplicado. El impulso dura solo un tiempo corto ( $\sim 0.1$ seg) y, una vez que concluye, se usa un radio receptor para detectar la emisión de la radiación electromagnética cuando los núcleos regresan al estado de más baja energía. El proceso se repite muchas veces y el resultado de cada impulso se acumula a la suma de resultados de impulsos previos, con lo que se amplifican las muy débiles señales que emiten los núcleos.<sup>24</sup>

### 1.6.3. Difracción de Rayos X (RXD)

Max von Laue, en 1912, descubrió que las sustancias cristalinas actúan como redes de difracción tridimensionales para longitudes de onda de rayos X similares a la separación de planos en una red cristalina. La difracción de rayos X es ahora una técnica común para el estudio de las estructuras cristalinas y espaciado atómico. La difracción de rayos X se basa en la interferencia constructiva de los rayos X monocromáticos y una muestra cristalina. Estos rayos X son generados por un tubo de rayos catódicos, filtrados para producir radiación monocromática, colimado para concentrarse, y dirigida hacia la muestra.<sup>25</sup> Los valores de las longitudes de onda de los rayos X están entre aproximadamente  $1\text{-}5 \text{ \AA}$  a  $100 \text{ \AA}$ ; pero la espectroscopia de rayos X ordinaria se limita a la región de casi  $0.1 \text{ \AA}$  a  $25 \text{ \AA}$  ( $1 \text{ \AA} = 0.1 \text{ nm} = 10^{-10} \text{ m}$ ).<sup>20</sup>

Los haces de rayos X se eligen porque su longitud de onda es similar al espaciado entre átomos en la muestra, por lo que el ángulo de difracción se verá afectado por el espaciado de los átomos en la molécula, en lugar de usar longitudes de onda mucho más grandes, que no se alterarían por el espacio entre átomos. Los rayos X luego pasan a través de la muestra, "rebotando" en los átomos de la estructura y cambiando la dirección del rayo en un ángulo diferente del rayo original. Este es el ángulo de difracción.<sup>38</sup>

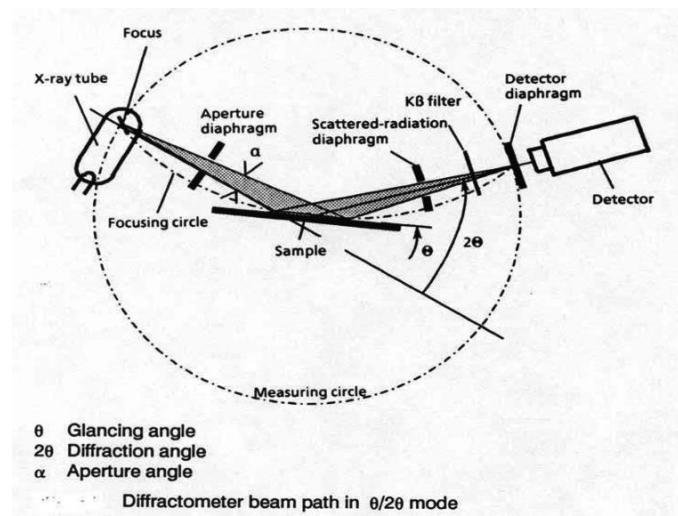


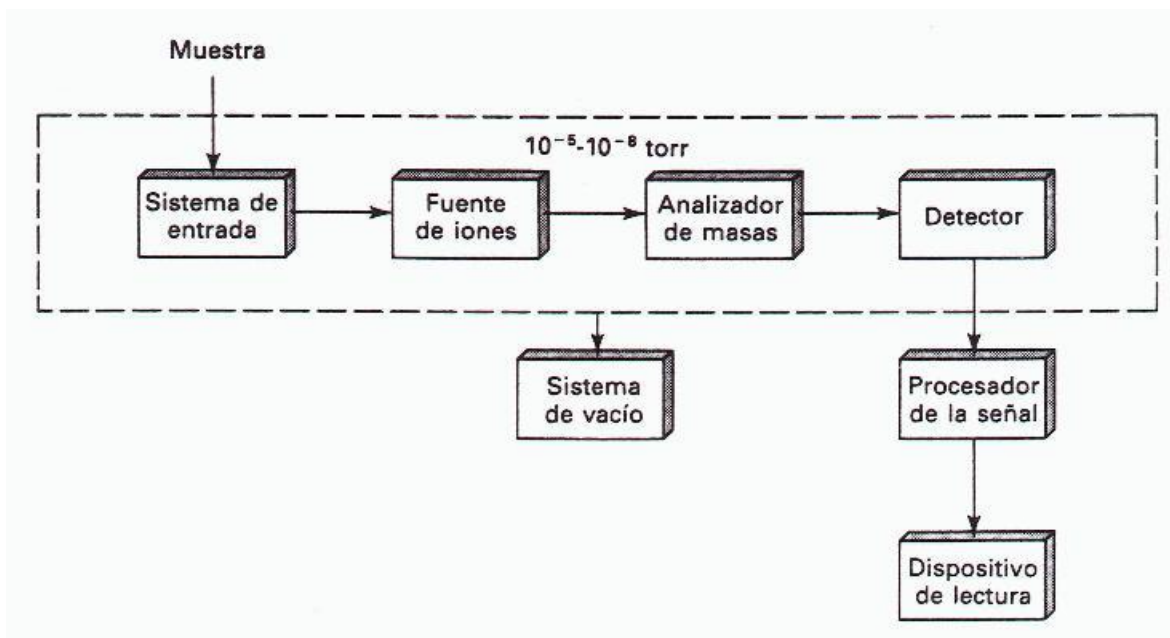
Figura 15. Esquema de un difractómetro de rayos X.

Los difractómetros de rayos X (Figura 15) consisten en tres elementos básicos: un tubo de rayos X, un soporte para muestras y un detector de rayos X. Los rayos X se generan en un tubo de rayos catódicos calentando un filamento para producir electrones, acelerando los electrones hacia un objetivo aplicando un voltaje y bombardeando el material del objetivo con electrones. Cuando los electrones tienen suficiente energía para desalojar los electrones de la capa interna del material objetivo, se producen espectros de rayos X característicos.

La difracción de rayos X es una técnica no destructiva de alta tecnología para analizar una amplia gama de materiales, incluidos fluidos, metales, minerales, polímeros, catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos de película delgada, cerámica, células solares y semiconductores. La técnica encuentra innumerables aplicaciones prácticas en diversas industrias, incluidas la microelectrónica, la generación de energía, la industria aeroespacial y muchas más. El análisis de difracción de rayos X (RXD) puede detectar fácilmente la existencia de defectos en un cristal en particular, su nivel de resistencia al estrés, su textura, su tamaño y grado de cristalinidad, y prácticamente cualquier otra variable relacionada con la estructura básica de la muestra.<sup>22</sup>

### **1.7. Espectrometría de Masas (EM)**

La espectrometría de masas (EM) es una técnica instrumental ampliamente utilizada, y el primer instrumento de este tipo, conocido como espectrógrafo de parábola, se informó en 1912. Desde entonces, numerosos avances y mejoras en la EM han hecho de esta técnica un pilar, primero en los laboratorios de física y ahora en laboratorios de química analítica y ciencias forenses.



**Figura 16.** Esquema de un espectrómetro de masas.

La EM se basa en la ionización y fragmentación de moléculas de muestra en fase gaseosa. Dado que las moléculas se fragmentan de una manera única, el patrón de fragmentación de iones resultante se puede utilizar para obtener información estructural para una molécula determinada.<sup>39</sup>

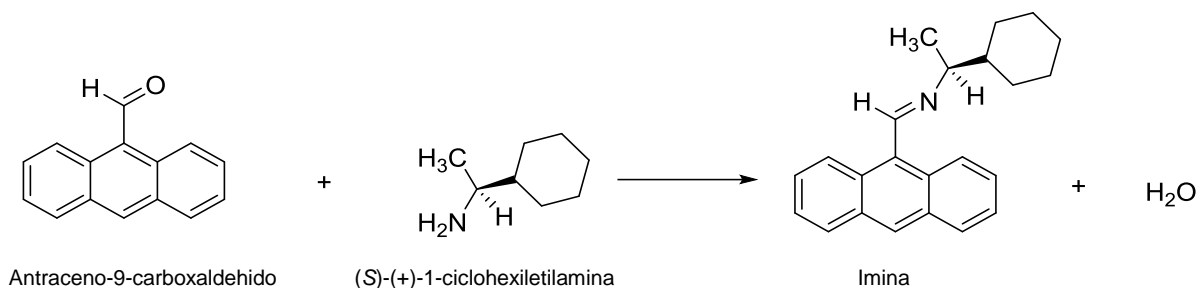
Todos los espectrómetros de masas contienen al menos tres componentes principales: una fuente de iones, un analizador de masas y un sistema de recolección / detección de iones. El instrumento también debe estar conectado a un sistema informático para procesar y registrar los datos y una bomba de vacío para controlar la presión dentro del espectrómetro de masas (figura 16). Una propiedad compartida por casi todos los componentes internos es que se mantienen a presiones muy por debajo de la atmosférica. La baja presión es necesaria para limitar el número de colisiones de iones, que alterarían el camino de los iones y posiblemente producirían productos de reacción no deseados o pérdida de carga.<sup>40</sup>

# **CAPÍTULO 2.**

# **DISCUSIÓN DE**

# **RESULTADOS**

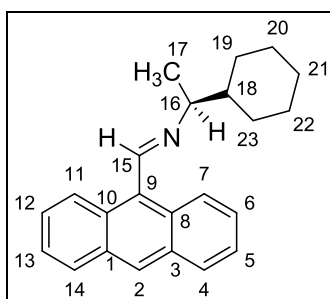
## 2.1. Resultado de la síntesis de la imina (S)-(+)-9-[[1-(1-ciclohexiletil)imino]metil]antraceno



**Figura 17.** Reacción de la síntesis de (S)-(+)-9-[[1-(1-ciclohexiletil)imino]metil]antraceno.

La síntesis de la imina 1 (Figura 17) se llevó a cabo haciendo reaccionar antraceno-9-carboxaldehído y (S)-(+)-1-ciclohexiletilamina, de esta reacción se obtuvo un polvo amarillo con rendimiento del 81%. Punto de fusión 74-76° y un  $[\alpha]_D^{20} = +28.10$  (C=1, CHCl<sub>3</sub>).

El espectro de absorción IR de la imina 1, [Figura 1.1, pág. 69] muestra una banda alrededor de 1632 cm<sup>-1</sup> la cual indica el enlace existente del C=N.



**Figura 18.** Molécula numerada para la imina (S)-(+)-9-[[1-(1-ciclohexiletil)imino]metil]antraceno

En el espectro de RMN <sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS) [Figura 1.2, pág. 70]

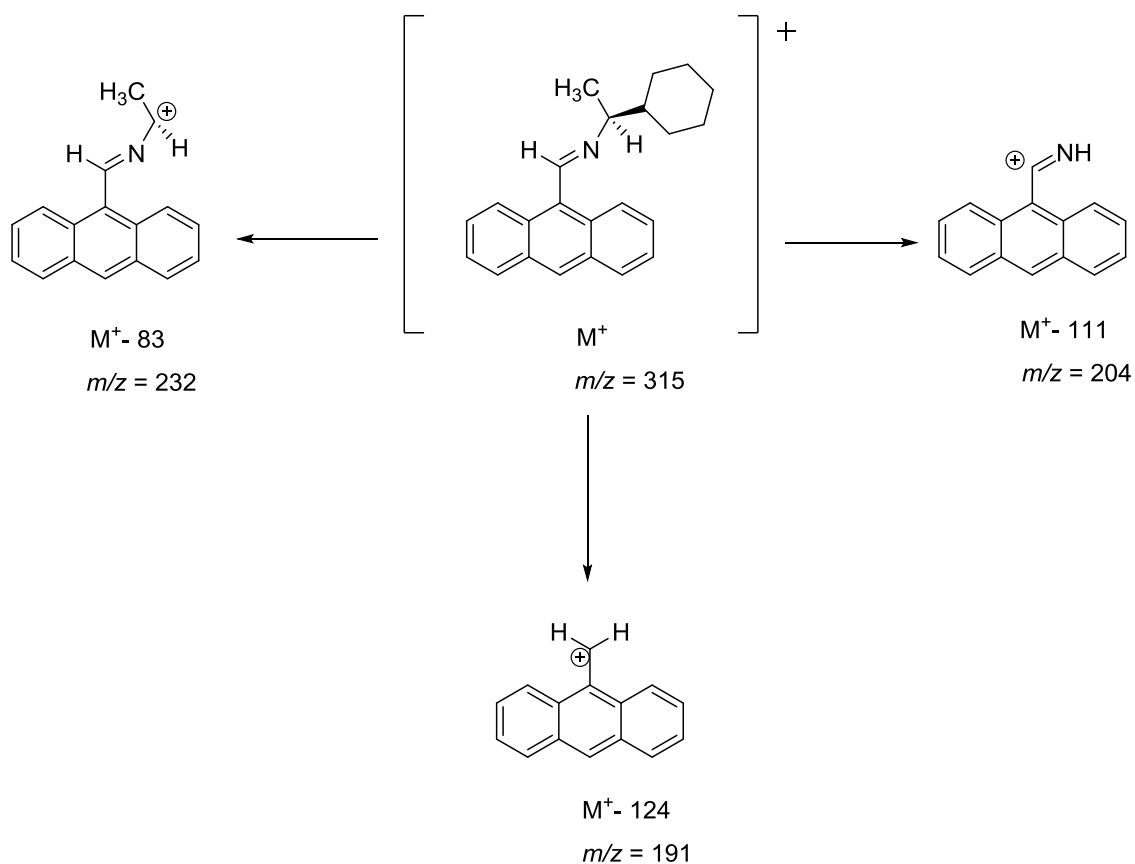
A 9.34 ppm se observa un singulete que integra para 1 hidrógeno el cual pertenece al carbono C15 que forma el enlace imínico, a 8.48-8.47 ppm aparece un multiplete

integrando a 3 hidrógenos aromáticos, a 8.01, 7.99 ppm aparece un doblete integrando a 2 hidrógenos aromáticos, a 7.53-7.45 ppm hay un multiplete integrando a 4 hidrógenos aromáticos, todas estas señales pertenecen a hidrógenos aromáticos que corresponden a los carbonos C2, C4, C5, C6, C7, C11, C12, C13, C14.

En 3.35, 3.34, 3.33, 3.32, 3.30 ppm se ubica un quintuplete integrando a 1 hidrogeno alifático perteneciente al carbono quiral. Se observa un multiplete en 1.98-1.93 ppm integrando para 2 hidrógenos alifáticos, en 1.84-1.76 ppm hay un multiplete integrando a 2 hidrógenos alifáticos, en 1.71-1.64 ppm se ubica un multiplete integrando para 2 hidrógenos alifáticos, en 1.48, 1.47 ppm se encuentra un doblete integrando a 3 hidrógenos alifáticos, en 1.41-1.08 ppm hay un multiplete integrando para 5 hidrógenos alifáticos, todas estas señales pertenecen a hidrógenos alifáticos que corresponden a los carbonos C16, C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23.

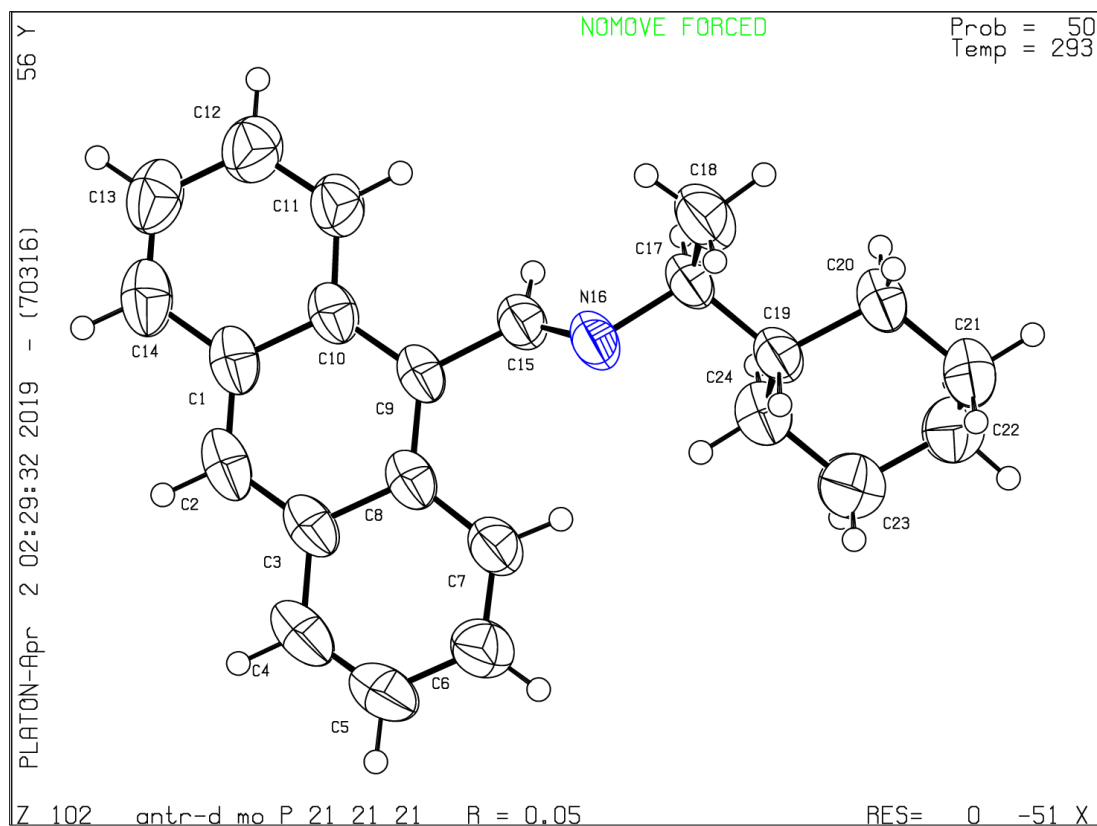
En el espectro de RMN  $^{13}\text{C}$  (500 MHz,  $\text{CDCl}_3/\text{TMS}$ ) [Figura 1.3, pág. 71] se obtuvo el número esperado de señales para la imina. A 158.11 ppm se localiza la señal para el carbono imínico C15, a 131.35, 129.93, 128.91, 128.87, 128.76, 126.57, 125.22, 124.88 ppm que corresponden a los carbonos aromáticos C1-C3, C2, C4-C14, C5-C13, C6-C12, C7-C11, C8-C10, C9, estas ocho señales pertenecen a 14 carbonos debido a la geometría de la molécula, a 74.11 ppm se observa una señal que corresponde al carbono quiral C16, a 43.58, 30.34, 29.98, 26.66, 26.46, 26.32, 20.61 ppm todas estas señales son pertenecientes a los siguientes acarbonos alifáticos C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23.

En el espectro de masas de la imina 1 [Figura 1.4, pág. 72] se puede observar al ion molecular del compuesto  $m/z$  315  $\text{M}^+$  y con ello se confirma la fórmula molecular  $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{N}$  que fue propuesta. Los picos que más sobresalen en el espectro con relación  $m/z$  232  $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{N}^+$ , 204  $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{N}^+$ , 191  $\text{C}_{15}\text{H}_{11}^+$ , pertenecen a los fragmentos siguientes, ( $\text{M}^+ - 83$ ), ( $\text{M}^+ - 111$ ), ( $\text{M}^+ - 124$ ).



**Figura 19.** Patrón de fragmentación de la imina (S)-(+)-9-[(1-ciclohexiletil)imino]metil}antraceno

La estructura de la imina 1 fue confirmada mediante la técnica de difracción de rayos X en monocristal (Figura 19). En el diagrama de Ortep se aprecia la geometría molecular y esquema numérico, el cual cristalizó en el sistema cristalino monocíclico. Los datos cristalográficos, las distancias (Å) y ángulos (°) obtenidos se muestran en las siguientes tablas (1, 2, 3).



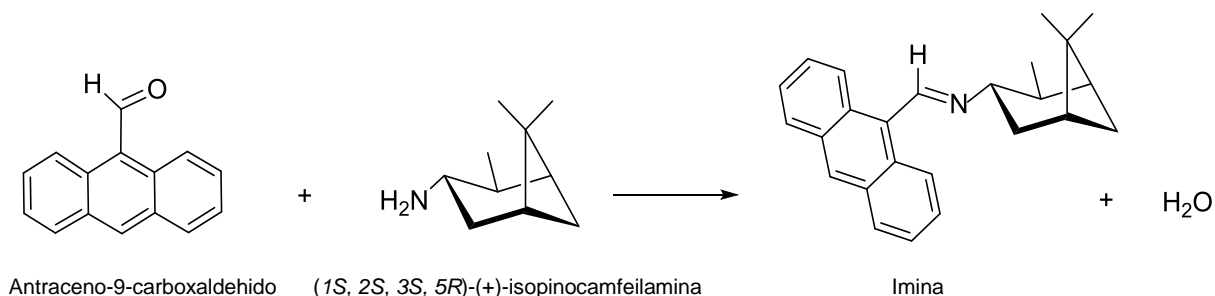
**Figura 20.** Diagrama de Ortep de la molécula (S)-(+)-9-[[1-ciclohexiletil]imino]methyl}antraceno.

Tabla 1. Datos cristalográficos		
Código de identificación	Antr-D_Mo	
Formula empírica	C <sub>23</sub> H <sub>25</sub> N	
Peso de la fórmula	315,44	
Sistema de cristal	ortorrómbico	
Grupo espacial	P2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub>	
Tamaño de celdas unitarias	a= 4.7411 (3) Å	α= 90°
	b= 10.8809 (6) Å	β= 90°
	c= 35,140 (2) Å	γ= 90°
Volumen / Å <sup>3</sup>	1812,8 (2)	
Z	4 4	
ρ <sub>calc</sub> g / cm <sup>3</sup>	1.156	
μ / mm <sup>-1</sup>	0,066	
Tamaño de cristal / mm <sup>3</sup>	0.757 × 0.152 × 0.131	

Átomo	Átomo	Longitud/Å	Átomo	Átomo	Longitud/Å
C15	C10	1.439 (3)	C4	C5	1.364 (3)
C15	C2	1.423 (3)	C11	C12	1.346 (4)
C15	C14	1.426 (4)	C17	C16	1.538 (3)
C10	C9	1.386 (4)	C17	C22	1.532 (3)
C10	C11	1.432 (4)	C17	C18	1.517 (4)
C2	C3	1.414 (3)	C5	C6	1.413 (4)
C2	C1	1.491 (3)	C12	C13	1.418 (4)
C3	C8	1.444 (3)	C7	C6	1.342 (4)
C3	C4	1.430 (3)	C16	C23	1.528 (4)
N1	C1	1.269 (3)	C22	C21	1.525 (4)
N1	C16	1.478 (3)	C18	C19	1.531 (4)
C9	C8	1.394 (4)	C21	C20	1,511 (5)
C8	C7	1.430 (4)	C20	C19	1.523 (4)
C14	C13	1.357 (4)			

Átomo	Átomo	Átomo	(°)	Átomo	Átomo	Átomo	(°)
C2	C15	C10	119,6 (2)	C5	C4	C3	121,8 (3)
C2	C15	C14	123,2 (2)	C12	C11	C10	121,5 (3)
C14	C15	C10	117,1 (2)	C22	C17	C16	112,1 (2)
C9	C10	C15	119,0 (3)	C18	C17	C16	111,9 (2)
C9	C10	C11	122,1 (3)	C18	C17	C22	110,0 (2)
C11	C10	C15	118,9 (3)	C4	C5	C6	120,5 (3)
C15	C2	C1	117,5 (2)	C11	C12	C13	120,0 (3)
C3	C2	C15	120,3 (2)	C6	C7	C8	122,0 (3)
C3	C2	C1	122,2 (2)	N1	C16	C17	109,1 (2)
C2	C3	C8	119,2 (2)	N1	C16	C23	107,3 (2)
C2	C3	C4	123,8 (2)	C23	C16	C17	113,3 (2)
C4	C3	C8	117,0 (2)	C14	C13	C12	120,5 (3)
C1	N1	C16	117,0 (2)	C21	C22	C17	112,2 (2)
C10	C9	C8	122,6 (3)	C17	C18	C19	113,0 (3)
N1	C1	C2	124,9 (2)	C7	C6	C5	120,0 (3)
C9	C8	C3	119,2 (2)	C20	C21	C22	111,9 (3)
C9	C8	C7	122,1 (3)	C21	C20	C19	110,7 (3)
C7	C8	C3	118,6 (3)	C20	C19	C18	111,3 (3)
C13	C14	C15	122,0 (3)				

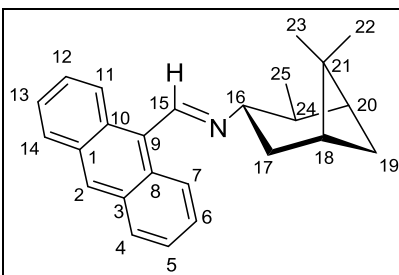
## 2.2. Resultado de la síntesis de la imina (+)-9-({[(1S,2S,3S,5R)-2,6,6,trimetilbicyclo[3.1.1.]hep-3-il]imino}metil)antraceno



**Figura 21.** Reacción de la síntesis de (+)-9-({[(1S,2S,3S,5R)-2,6,6,trimetilbicyclo[3.1.1.]hep-3-il]imino}metil)antraceno.

La síntesis de la imina 2 (Figura 21) se realizó por medio de la reacción entre antraceno-9-carboxaldehído y (1S,2S,3S,5R)-(+)-isopinocamfeilamina, de esta reacción se obtuvo un polvo amarillo con rendimiento del 94%. Punto de fusión 98-100° y un  $[\alpha]_D^{20} = +42.5$  (C=1, CHCl<sub>3</sub>).

El espectro de absorción IR de la imina 2, [Figura 2.1, pág. 73] muestra una banda alrededor de 1633 cm<sup>-1</sup> la cual indica el enlace existente del C=N.



**Figura 22.** Molécula numerada para la imina (+)-9-({[(1S,2S,3S,5R)-2,6,6,trimetilbicyclo[3.1.1.]hep-3-il]imino}metil)antraceno

En el espectro de RMN <sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS) [Figura 2.2, pág. 74]

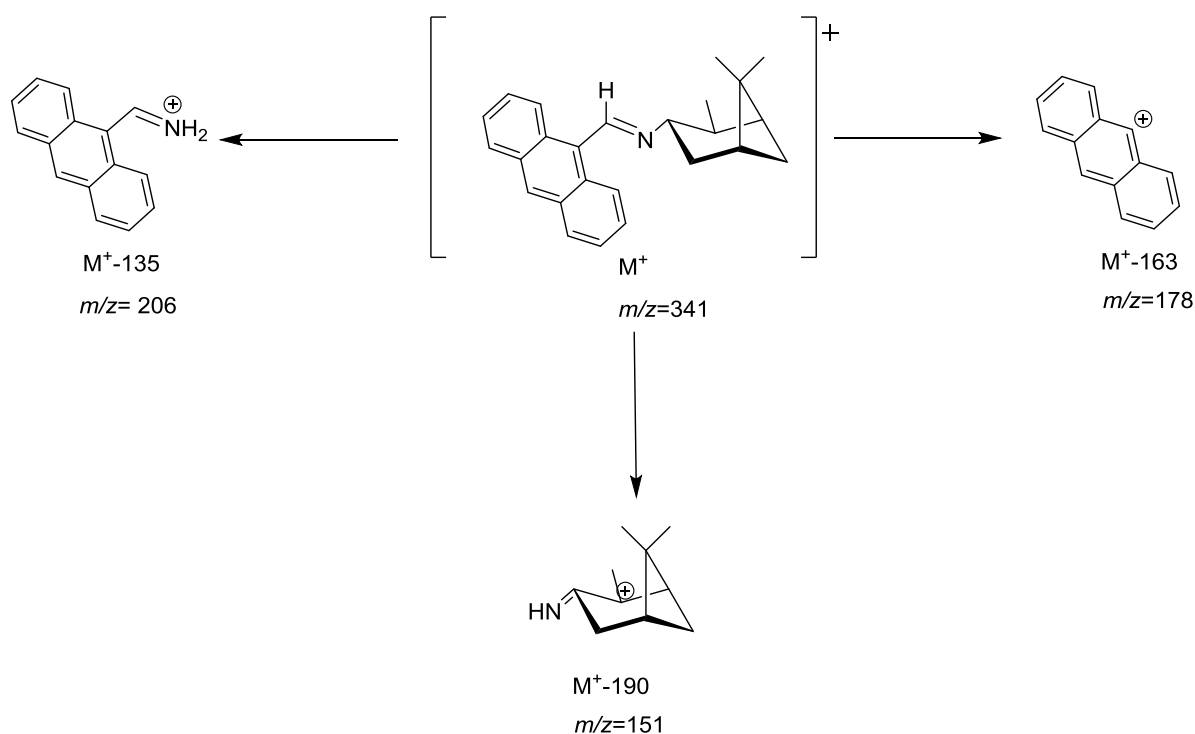
A 9.27 ppm se localiza un singulete integrando para 1 hidrógeno que se encuentra en el carbono imínico C15, en 8.47-8.45 ppm aparece un multiplete integrando a 3 hidrógenos aromáticos, a 8.02-8.00 ppm se observa un multiplete integrando a 2 hidrógenos aromáticos, a 7.54-7.46 ppm se encuentra un multiplete integrando a 4 hidrógenos aromáticos, todas estas señales pertenecen a hidrógenos aromáticos que corresponden a los carbonos C2, C4, C5, C6, C7, C11, C12, C13, C14.

A 3.89-3.84 ppm se ubica una señal múltiple integrando a 1 hidrógeno alifático. Se muestra una señal en 2.56-2.51 ppm integrando a 1 hidrógeno alifático, a 2.48-2.39 ppm se observa un multiplete integrando a 2 hidrógenos alifáticos, a 2.27-2.23 ppm se observa un multiplete integrando a 1 hidrógeno alifático, a 2.09 ppm hay un singulete integrando a 1 hidrógeno alifático, en 1.99-1.97 ppm se localiza un multiplete integrando a 1 hidrógeno alifático, en la región 1.36-1.32 ppm se encuentra una señal múltiple que integra a 4 hidrógenos alifáticos, se observa también en la zona 1.25,1.24 ppm una señal doble que integra a 3 hidrógenos alifáticos, se muestra también un singulete en 1.20 ppm integrando a 3 hidrógenos alifáticos, todas estas señales pertenecen a hidrógenos alifáticos que corresponden a los carbonos C16, C17, C18, C19, C20, C22, C23 C24, C25.

En el espectro de RMN  $^{13}\text{C}$  (500 MHz,  $\text{CDCl}_3/\text{TMS}$ ) [Figura 2.3, pág. 75] se obtuvo el número esperado de señales para la imina. En 157.38 ppm se localiza la señal para el carbono imínico C15, a 131.36, 129.86, 128.87, 128.83, 128.77, 126.56, 125.25, 124.85 ppm que corresponden a los carbonos aromáticos C1-C3, C2, C4-C14, C5-C13, C6-C12, C7-C11, C8-C10, C9, estas ocho señales pertenecen a 14 carbonos debido a la geometría de la molécula, a 72.32 ppm (CH-N, C16), 47.76, 43.50, 41.84, 39.08, 36.12, 34.11, 28.13, 23.73, 20.11 ppm todas estas señales son pertenecientes a los siguientes acarbonos alifáticos C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23, C24, C25.

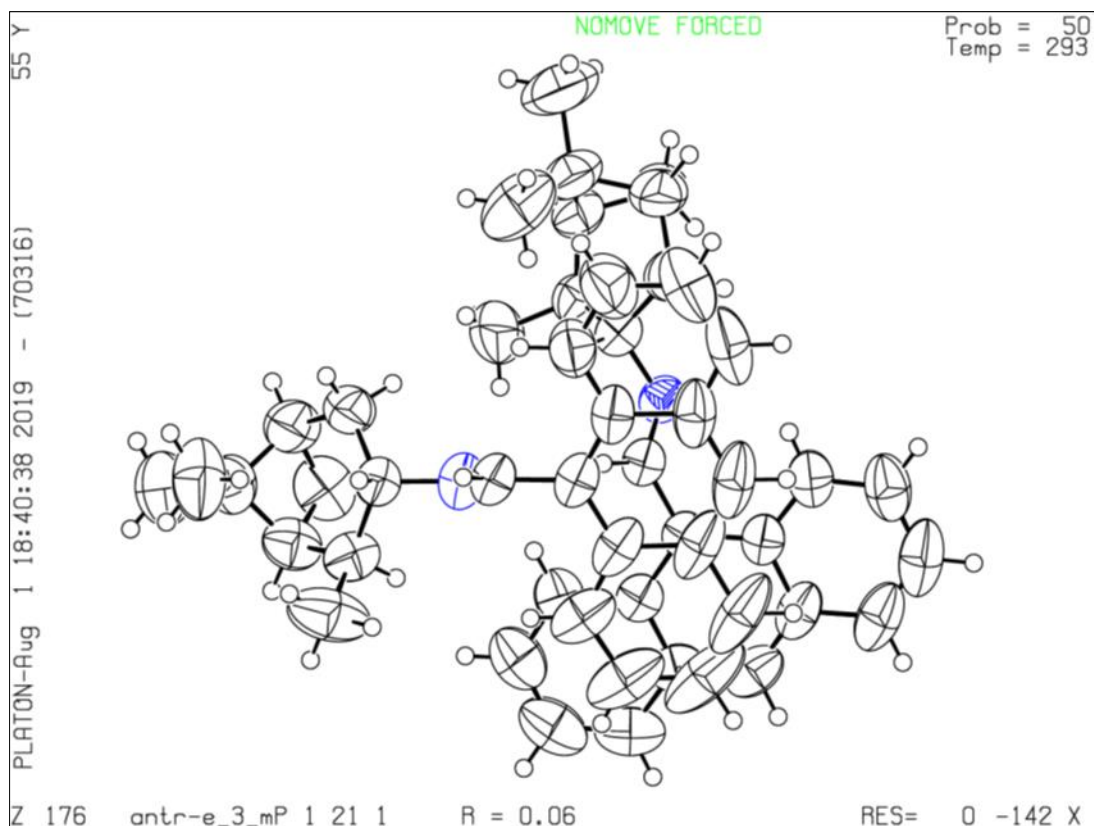
En el espectro de masas de la imina 2 [Figura 2.4, pág. 76] se puede observar al ion molecular del compuesto  $m/z$  341  $\text{M}^+$  y con ello se confirma la fórmula molecular  $\text{C}_{25}\text{H}_{27}\text{N}$  que fue propuesta. Los picos que más sobresalen en el espectro con

relación  $m/z$  206  $C_{15}H_{12}N^+$ , 178  $C_{14}H_{10}^+$ , 151  $C_{10}H_{16}N^+$ , pertenecen a los fragmentos siguientes, ( $M^+ - 135$ ), ( $M^+ - 163$ ), ( $M^+ - 190$ ).



**Figura 23.** Patrón de fragmentación de la imina (+)-9-([[(1S,2S,3S,5R)-2,6,6-trimetilbicyclo[3.1.1.]hept-3-il]imino]metil)antraceno.

La estructura de la imina 2 fue confirmada mediante la técnica de difracción de rayos X de monocristal (figura 23). En el diagrama de Ortep se aprecia la geometría molecular y esquema numérico, el cual cristalizó en el sistema cristalino monocíclico. Los datos cristalográficos, las distancias ( $\text{Å}$ ) y ángulos ( $^\circ$ ) obtenidos se muestran en las siguientes tablas (4, 5, 6).



**Figura 24.** Diagrama de Ortep de la molécula (+)-9-(((1S,2S,3S,5R)-2,6,6,trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino)metil)antraceno.

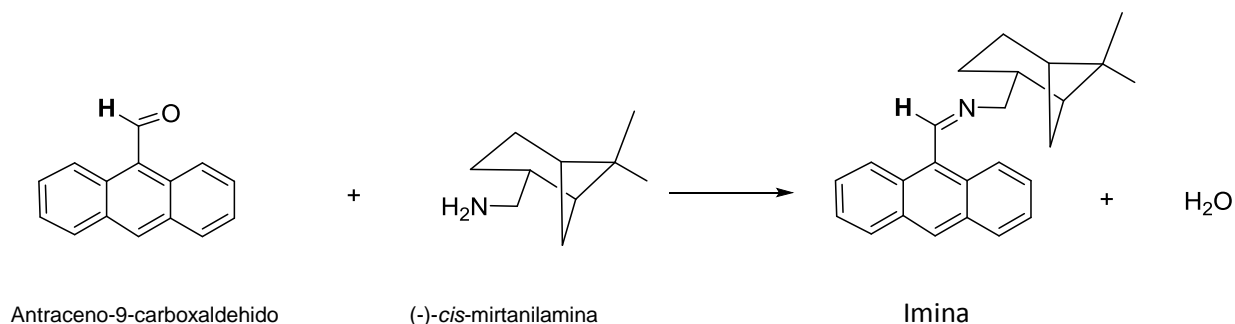
<b>Tabla 4. Datos cristalográficos</b>	
Código de identificación	Antr-E_3_Mo
Formula empírica	C <sub>25</sub> H <sub>27</sub> N
Peso de la fórmula	341,47
Sistema de cristal	monoclínico
Grupo espacial	P2 <sub>1</sub>
Tamaño de celdas unitarias	a= 8.2917 (4)      α = 90° b= 11.2647 (6)    β = 90.095° (4) c= 21.6806 (9)    γ = 90°
Volumen / Å <sup>3</sup>	2025.05 (16)
Z	4 4
ρ <sub>calc</sub> g / cm <sup>3</sup>	1.120
μ / mm <sup>-1</sup>	0,064
Tamaño de cristal / mm <sup>3</sup>	0.765 × 0.245 × 0.15

Tabla 5. Longitudes de enlace					
Átomo	Átomo	Longitud/Å	Átomo	Átomo	Longitud/Å
C001	C005	1.400 (6)	C020	C027	1.545 (5)
C001	C008	1.413 (5)	C020	C032	1.535 (6)
C001	C017	1.478 (5)	C021	C025	1.539 (5)
C002	C004	1.403 (4)	C021	C028	1,541 (5)
C002	C010	1.437 (5)	C022	C044	1.358 (6)
C002	C012	1.417 (6)	C025	C034	1.515 (5)
C003	C004	1.406 (5)	C025	C1	1.526 (6)
C003	C011	1.426 (5)	C026	C046	1.352 (7)
C003	C030	1.419 (5)	C027	C031	1.510 (6)
C004	C009	1.482 (5)	C027	C5	1.516 (6)
C005	C006	1.444 (5)	C028	C042	1.517 (6)
C005	C016	1.410 (6)	C029	C035	1.337 (9)
C006	C023	1.406 (8)	C030	C037	1.360 (6)
C006	C029	1.422 (8)	C031	C036	1.532 (6)
C007	C008	1.443 (7)	C031	C039	1.522 (6)
C007	C023	1.358 (8)	C032	C041	1.518 (6)
C007	C038	1.444 (8)	C033	C034	1.532 (6)
C008	C022	1.418 (7)	C033	C042	1.544 (7)
C009	N019	1.259 (4)	C033	C047	1.518 (7)
C010	C013	1.375 (6)	C033	C3	1.547 (6)
C010	C014	1.421 (6)	C034	C043	1.513 (6)
C011	C013	1.378 (6)	C035	C045	1.398 (8)
C011	C026	1.435 (6)	C036	C041	1.550 (6)
C012	C015	1.369 (5)	C036	C2	1.538 (7)
C014	C024	1.332 (8)	C036	C6	1,546 (7)
C015	C024	1.408 (7)	C037	C046	1.386 (8)
C016	C045	1.353 (7)	C038	C040	1.325 (10)
C017	N018	1.244 (4)	C039	C041	1.512 (7)
N018	C021	1.466 (4)	C040	C044	1.404 (10)
N019	C020	1.467 (4)	C042	C043	1.515 (7)

Tabla de 6. Ángulos de enlace (°)							
Átomo	Átomo	Átomo	(°)	Átomo	Átomo	Átomo	(°)
C005	C001	C008	121,7 (4)	C007	C023	C006	123,6 (5)
C005	C001	C017	118,6 (3)	C014	C024	C015	121,3 (5)
C008	C001	C017	119,7 (4)	C034	C025	C021	112,1 (3)
C004	C002	C010	119,0 (3)	C034	C025	C1	113,9 (4)
C004	C002	C012	123,4 (3)	C1	C025	C021	111,5 (4)
C012	C002	C010	117,6 (3)	C046	C026	C011	121,0 (5)
C004	C003	C011	119,8 (3)	C031	C027	C020	111,7 (3)
C004	C003	C030	122,2 (3)	C031	C027	C5	114,0 (3)

Átomo	Átomo	Átomo	(°)	Átomo	Átomo	Átomo	(°)
C030	C003	C011	118,0 (4)	C5	C027	C020	111,7 (4)
C002	C004	C003	120,3 (3)	C042	C028	C021	113,4 (4)
C002	C004	C009	121,5 (3)	C035	C029	C006	121,3 (5)
C003	C004	C009	118,2 (3)	C037	C030	C003	120,8 (5)
C001	C005	C006	119,8 (4)	C027	C031	C036	115,7 (4)
C001	C005	C016	122,6 (3)	C027	C031	C039	107,1 (3)
C016	C005	C006	117,6 (5)	C039	C031	C036	88,6 (4)
C023	C006	C005	117,1 (5)	C041	C032	C020	113,9 (3)
C023	C006	C029	124,6 (5)	C034	C033	C042	84,6 (3)
C029	C006	C005	118,3 (5)	C034	C033	C3	110,7 (4)
C008	C007	C038	116,8 (7)	C042	C033	C3	111,9 (5)
C023	C007	C008	120,0 (5)	C047	C033	C034	120,8 (4)
C023	C007	C038	123,2 (6)	C047	C033	C042	119,7 (5)
C001	C008	C007	117,7 (5)	C047	C033	C3	107,6 (4)
C001	C008	C022	123,4 (4)	C025	C034	C033	114,9 (3)
C022	C008	C007	118,8 (4)	C043	C034	C025	107,5 (4)
N019	C009	C004	122,6 (3)	C043	C034	C033	88,1 (4)
C013	C010	C002	119,3 (3)	C029	C035	C045	120,5 (7)
C013	C010	C014	121,7 (4)	C031	C036	C041	84,0 (4)
C014	C010	C002	119,0 (5)	C031	C036	C2	121,1 (5)
C003	C011	C026	118,5 (4)	C031	C036	C6	111,0 (5)
C013	C011	C003	118,9 (4)	C2	C036	C041	119,5 (5)
C013	C011	C026	122,6 (4)	C2	C036	C6	108,9 (5)
C015	C012	C002	121,2 (4)	C6	C036	C041	110,3 (5)
C010	C013	C011	122,6 (4)	C030	C037	C046	121,5 (5)
C024	C014	C010	120,9 (5)	C040	C038	C007	121,9 (7)
C012	C015	C024	119,9 (5)	C041	C039	C031	85,6 (4)
C045	C016	C005	121,3 (5)	C038	C040	C044	120,9 (6)
N018	C017	C001	122,8 (3)	C032	C041	C036	111,5 (4)
C017	N018	C021	118,7 (3)	C039	C041	C032	108,2 (4)
C009	N019	C020	117,1 (3)	C039	C041	C036	88,3 (4)
N019	C020	C027	109,4 (3)	C028	C042	C033	112,0 (4)
N019	C020	C032	109,4 (3)	C043	C042	C028	108,3 (4)
C032	C020	C027	112,8 (3)	C043	C042	C033	87,6 (4)
N018	C021	C025	108,7 (3)	C034	C043	C042	86,3 (3)
N018	C021	C028	109,8 (3)	C022	C044	C040	120,7 (7)
C025	C021	C028	114,2 (3)	C016	C045	C035	120,9 (6)
C044	C022	C008	120,8 (5)	C026	C046	C037	120,1 (5)

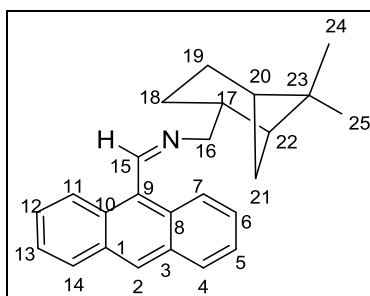
### 2.3. Resultado de la síntesis de la imina(-)-9-({[(1S,2R,5S)-6,6,dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino}metil)antraceno



**Figura 25.** Reacción de la síntesis de (-)-9-({[(1S,2R,5S)-6,6,dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino}metil)antraceno.

La síntesis de la imina 3 (figura 25) se realizó por medio de la reacción entre antraceno-9-carboxaldehído y (-)-*cis*-mirtanilamina, de esta reacción se obtuvo un polvo amarillo con rendimiento del 86%. Punto de fusión 94-96° y un  $[\alpha]_D^{20} = -10.4$  (C=1, CHCl<sub>3</sub>).

El espectro de absorción IR de la imina 3, [Figura 3.1, pág. 77] muestra una banda alrededor de 1632 cm<sup>-1</sup> la cual indica el enlace existente del C=N.



**Figura 26.** Molécula numerada para la imina (-)-9-({[(1S,2R,5S)-6,6,dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino}metil)antraceno

En el espectro de RMN <sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS) [Figura 3.2, pág. 78]

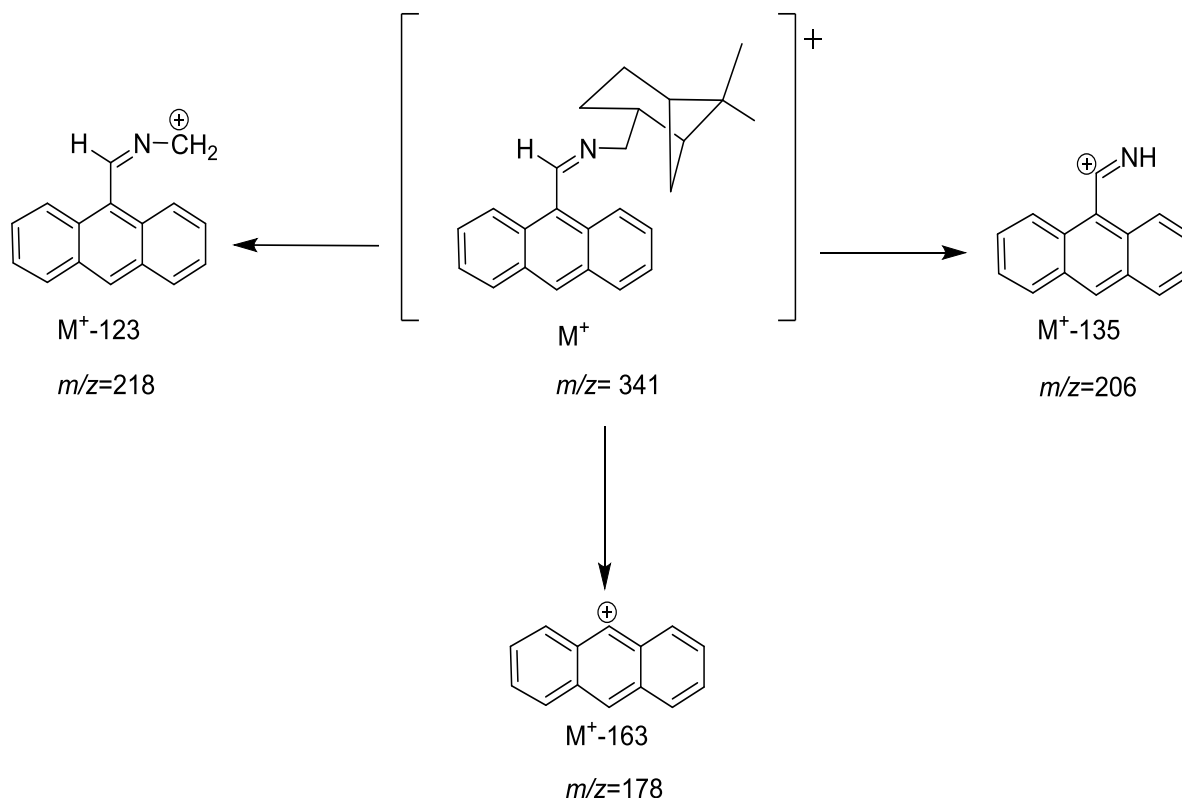
A 9.39 ppm se observa un singulete integrando a 1 hidrógeno, el cual pertenece al carbono C15 que forma el enlace imínico, en 8.49-8.47 ppm aparece una señal múltiple integrando a 3 hidrógenos aromáticos, en 8.02-8.00 ppm se localiza un multiplete integrando a 2 hidrógenos aromáticos, a 7.54-7.46 ppm hay un multiplete integrando a 4 hidrógenos aromáticos, todas estas señales pertenecen a hidrógenos aromáticos que corresponden a los carbonos C2, C4, C5, C6, C7, C11, C13, C14.

Se aprecia un doblete en 3.97, 3.95 ppm el cual integra a 2 hidrógenos alifáticos, a 2.76-2.69 ppm se ubica un multiplete integrando a 1 hidrógeno alifático, a 2.45-2.40 ppm aparece un multiplete integrando a 1 hidrógeno alifático, a 2.19-2.03 ppm se localiza un multiplete integrando a 3 hidrógenos alifáticos, en 2.00-1.91 ppm se encuentra un multiplete integrando a 2 hidrógenos alifáticos, en 1.79-1.69 ppm hay una señal múltiple integrando a 1 hidrógeno alifático, en la región 1.28 ppm hay un singulete integrando a 3 hidrógenos alifáticos, se observa también en la zona 1.19 ppm la presencia de un singulete integrando a 3 hidrógenos alifáticos, se localiza un doblete en la región 1.04, 1.02 ppm integrando a 1 hidrógeno alifático, todas estas señales pertenecen a hidrógenos alifáticos que corresponden a los carbonos C16, C17, C18, C19, C20, C21, C22, C24, C25.

En el espectro de RMN  $^{13}\text{C}$  (500 MHz,  $\text{CDCl}_3/\text{TMS}$ ) [Figura 3.3, pág. 79] se obtuvo el número esperado de señales para la imina. En 160.03 ppm se localiza la señal para el carbono imínico C15, a 131.33, 129.96, 129.08, 128.87, 128.61, 126.61, 125.25, 124.88 ppm que corresponden a los carbonos aromáticos C1-C3, C2, C4-C14, C5-C13, C6-C12, C7-C11, C8-C10, C9, estas ocho señales pertenecen a 14 carbonos debido a la geometría de la molécula, a 69.97 ppm (CH-N C16), 44.54, 42.47, 41.56, 38.85, 33.56, 28.18, 26.35, 23.83, 20.72 ppm todas estas señales son pertenecientes a los siguientes acarbonos alifáticos C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23, C24, C25.

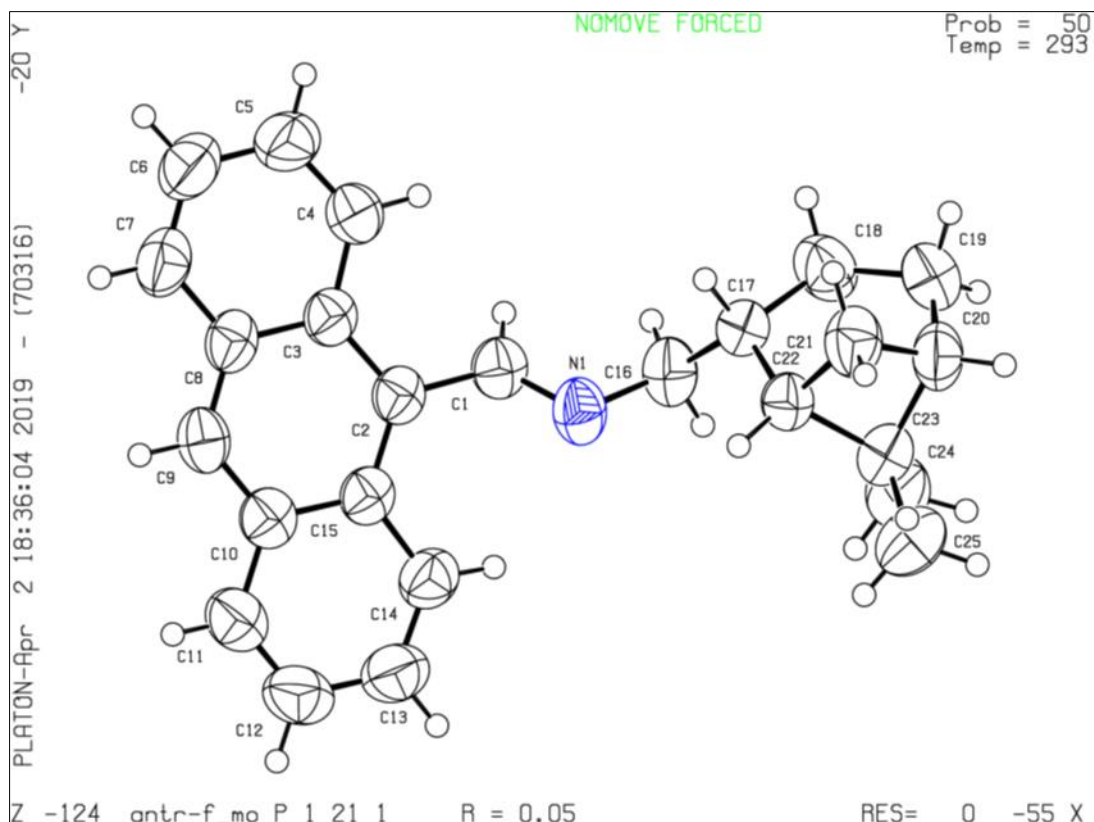
En el espectro de masas de la imina 3 [Figura 3.4, pág. 80] se puede observar el ion molecular del compuesto  $m/z$  341  $\text{M}^+$  y con ello se confirma la fórmula molecular  $\text{C}_{25}\text{H}_{27}\text{N}$  que fue propuesta. Los picos que más sobresalen en el espectro con

relación  $m/z$  218  $C_{16}H_{12}N^+$ , 206  $C_{15}H_{12}N^+$ , 178  $C_{14}H_{10}^+$ , pertenecen a los fragmentos siguientes, ( $M^+ - 123$ ), ( $M^+ - 135$ ), ( $M^+ - 163$ ).



**Figura 27.** Patrón de fragmentación de la imina (-)-9-(((1S,2R,5S)-6,6-dimetilbicyclo[3.1.1]hept-2-il)metilimino)metil)antraceno.

La estructura de la imina 3 fue confirmada mediante la técnica de difracción rayos X de monocristal (figura 27). En el diagrama de Ortep se aprecia la geometría molecular y esquema numérico, el cual cristalizó en el sistema cristalino monocíclico. Los datos cristalográficos, las distancias ( $\text{Å}$ ) y ángulos ( $^\circ$ ) obtenidos se muestran en las siguientes tablas (7, 8, 9).



**Figura 28.** Diagrama de Ortep de la molécula (-)-9-([(1*S*,2*R*,5*S*)-6,6,dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino}metil)antraceno.

<b>Tabla 7. Datos cristalográficos</b>	
Código de identificación	Antr-F_Mo
Formula empírica	C <sub>25</sub> H <sub>27</sub> N
Peso de la fórmula	341,47
Sistema de cristal	monoclínico
Grupo espacial	P2 <sub>1</sub>
Tamaño de celdas unitarias	A= 12.0449 (5)      α= 90° B= 6.07616 (15)    β=112,004° (5) C= 14,4642 (5)     γ= 90°
Volumen / Å <sup>3</sup>	981,48 (7)
Z	2
ρ <sub>calc</sub> g / cm <sup>3</sup>	1.155
μ / mm <sup>-1</sup>	0,066
Tamaño de cristal / mm <sup>3</sup>	0.638 × 0.508 × 0.187

Átomo	Átomo	Longitud/Å	Átomo	Átomo	Longitud/ Å
C15	C2	1.413 (3)	C22	C23	1.559 (3)
C15	C10	1.431 (3)	C1	N1	1.254 (3)
C15	C14	1.430 (3)	N1	C16	1.461 (3)
C2	C3	1.416 (3)	C11	C12	1.354 (4)
C2	C1	1.475 (3)	C16	C17	1.517 (3)
C3	C8	1,433 (3)	C5	C6	1.418 (5)
C3	C4	1.426 (3)	C7	C6	1.335 (4)
C10	C9	1.389 (3)	C17	C18	1.549 (3)
C10	C11	1.425 (3)	C21	C20	1.536 (4)
C9	C8	1.381 (3)	C12	C13	1.403 (4)
C8	C7	1.425 (3)	C23	C20	1.550 (4)
C14	C13	1.348 (4)	C23	C24	1.519 (4)
C4	C5	1.350 (3)	C23	C25	1.535 (4)
C22	C17	1.513 (3)	C20	C19	1.507 (4)
C22	C21	1.545 (3)	C19	C18	1.542 (4)

Átomo	Átomo	Átomo	(°)	Átomo	Átomo	Átomo	(°)
C2	C15	C10	119,85 (19)	C12	C11	C10	120,9 (3)
C2	C15	C14	123,1 (2)	N1	C16	C17	112,81 (19)
C14	C15	C10	117,0 (2)	C4	C5	C6	120,4 (3)
C15	C2	C3	119,8 (2)	C6	C7	C8	121,6 (3)
C15	C2	C1	122,10 (19)	C22	C17	C16	115,35 (19)
C3	C2	C1	118,04 (19)	C22	C17	C18	111,10 (19)
C2	C3	C8	119,32 (19)	C16	C17	C18	110,4 (2)
C2	C3	C4	123,5 (2)	C20	C21	C22	86,04 (18)
C4	C3	C8	117,1 (2)	C11	C12	C13	119,6 (2)
C9	C10	C15	119,2 (2)	C14	C13	C12	121,9 (3)
C9	C10	C11	121,2 (2)	C7	C6	C5	120,2 (3)
C11	C10	C15	119,6 (2)	C20	C23	C22	85,11 (16)
C8	C9	C10	122,0 (2)	C24	C23	C22	121,3 (2)
C9	C8	C3	119,80 (19)	C24	C23	C20	118,7 (2)
C9	C8	C7	121,3 (2)	C24	C23	C25	108,0 (2)
C7	C8	C3	118,9 (2)	C25	C23	C22	110,4 (2)
C13	C14	C15	121,1 (3)	C25	C23	C20	111,9 (2)
C5	C4	C3	121,8 (2)	C21	C20	C23	87,41 (19)
C17	C22	C21	107,39 (19)	C19	C20	C21	109,6 (2)
C17	C22	C23	115,96 (19)	C19	C20	C23	112,5 (2)
C21	C22	C23	86,75 (17)	C20	C19	C18	112,7 (2)
N1	C1	C2	126,5 (2)	C19	C18	C17	115,5 (2)
C1	N1	C16	116,3 (2)				

# **CAPÍTULO 3. PARTE EXPERIMENTAL**

Los espectros de absorción IR se obtuvieron por medio del equipo utilizado Perkin Elmer Spectrum One FT-IR spectrometer Universal ATR sampling accessory.

Los espectros de RMN de  $^1\text{H}$  y RMN  $^{13}\text{C}$ , se realizaron por medio de un espectrómetro Bruker-500 (500 MHz); las posiciones de los picos que indican el desplazamiento químico se expresan en ppm hacia campos bajos en relación con la posición del pico producido por el tetrametilsilano (TMS) ( $\delta=00$ ).

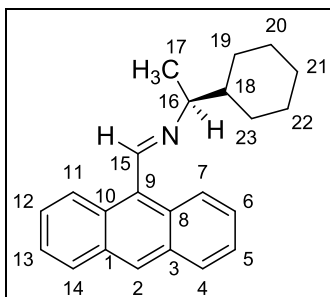
Los espectros de masas se obtuvieron por medio de la técnica de impacto electrónico (IE), para efectuar el análisis se utilizó un espectrómetro JEOL JMS-SX 102<sup>a</sup> su operación se manejó en el modo ion positivo a 70 eV y los resultados obtenidos se expresan en unidades masa/carga (m/z).

La rotación óptica ( $[\alpha]_D^T$ ) se determinó utilizando un polarímetro Perkin-Elmer 241.

Los puntos de fusión se obtuvieron mediante el aparato Electrothermal MEL-TEMP 3.0.

Los espectros de rayos X obtenidos se realizaron en el aparato Agilent Xcalibur Atlas Gemini diffractometer.

### 3.1. Síntesis de (S)-(+)-9-[[1-(1-ciclohexiletil)imino]-metil]antraceno



**Figura 29.** Molecula numerada de (S)-(+)-9-[[1-(1-ciclohexiletil)imino]-metil]antraceno.

La síntesis de la imina 1 (figura 29) se llevó a cabo haciendo reaccionar Antraceno-9-carboxaldehído (138.7 mg, 0.672 mmoles) y (S)-(+)-1-ciclohexiletilamina (85 mg, 0.672 mmoles), utilizando la técnica en medio seco, en donde se obtuvo un polvo amarillo con rendimiento del 81%. Punto de fusión 74-76° y un  $[\alpha]_D^{20} = +28.10$  (C=1, CHCl<sub>3</sub>).

FT-IR =  $\nu = 1632 \text{ cm}^{-1}$  (C=N)

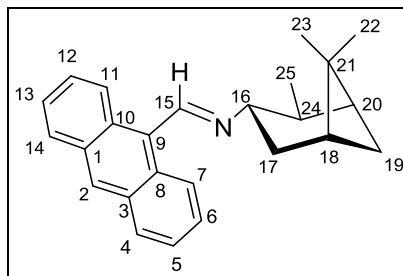
<sup>1</sup>H NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS):  $\delta = 9.34$  ppm (s, 1H; HC=N, C15), en la región de 8.48-8.47 ppm (m, 3H; Ar-H), 8.01, 7.99 ppm (d, 2H; Ar-H), 7.53-7.45 ppm (m, 4H; Ar-H), todas estas señales son correspondientes a hidrógenos aromáticos en los C2, C4, C5, C6, C7, C11, C12, C13, C14. En la zona 3.38-3.33 ppm (m, 1H; CHCH<sub>3</sub>, C16), 1.98-1.93 ppm (m, 2H; alifáticos), 1.84-1.76 ppm (m, 2H; alifáticos), 1.71-1.64 ppm (m, 2H; alifáticos), 1.48, 1.47 ppm (d, 3H; alifáticos), 1.41-1.08 ppm (m, 5H; alifáticos);), todas estas señales corresponden a los hidrógenos alifáticos en los carbonos, C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23.

<sup>13</sup>C NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS):  $\delta = 158.11$  ppm (HC=N, C15) 131.35, 129.93, 128.91, 128.87, 128.76, 126.57, 125.22, 124.88 ppm (C-Ar), todas estas señales corresponden a carbonos aromáticos en los C1-C3, C2, C4-C14, C5-C13, C6-C12, C7-C11, C8-C10, C9. En 74.11 ppm (CH-N, C16), 43.58,

30.34, 29.98, 26.66, 26.46, 26.32, 20.61 (C- alifáticos) ppm, todas estas señales corresponden a los carbonos alifáticos C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23.

I.E. (m/z) 315 M<sup>+</sup>, C<sub>23</sub>H<sub>25</sub>N.

### 3.2. Síntesis de (+)-9-({[(1*S*,2*S*,3*S*,5*R*)-2,6,6,trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino}metil)antraceno



**Figura 30.** Molécula numerada de (+)-9-({[(1*S*,2*S*,3*S*,5*R*)-2,6,6,trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino}metil)antraceno.

La síntesis de la imina 2 (figura 30) se realizó por medio de la reacción entre Antraceno-9-carboxaldehído (122.9 mg, 0.596 mmoles) y (1*S*, 2*S*, 3*S*, 5*R*)-(+)-isopinocamfeilamina (91.4 mg, 0.596 mmoles), utilizando la técnica en medio seco, en donde se obtuvo un polvo amarillo con rendimiento del 94%. Punto de fusión 98-100°y un  $[\alpha]_D^{20} = +42.5$  (C=1, CHCl<sub>3</sub>).

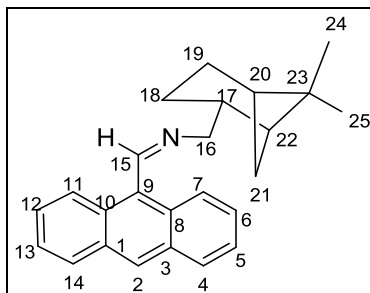
FT-IR =  $\nu = 1633 \text{ cm}^{-1}$  (C=N), (C=C),

<sup>1</sup>H NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS):  $\delta = 9.27$  ppm (s, 1H; HC=N, C15), 8.47-8.45 ppm (m, 3H; Ar-H), 8.02-8.00 ppm (m, 2H; Ar-H), 7.54 -7.46 ppm (m, 4H; Ar-H), todas estas señales son correspondientes a hidrógenos aromáticos en los siguientes carbonos, C2, C4, C5, C6, C7, C11, C12, C13, C14. En la zona 3.89-3.84 ppm (m, 1H; alifático), 2.56-2.51 ppm (m, 1H; alifático), 2.48-2.39 ppm (m, 2H; alifáticos), 2.27-2.23 ppm (m, 1H; alifático), 2.09 ppm (s, 1H; alifático), 1.99-1.97 ppm (m, 1H; alifático), 1.36-1.32 ppm (m, 4H; alifáticos), 1.25-1.24 ppm (d, 3H; alifáticos), 1.20 ppm (s, 3H; CH<sub>3</sub>), todas estas señales corresponden a los hidrógenos alifáticos en los carbonos, C16, C17, C18, C19, C20, C22, C23, C24, C25. <sup>13</sup>C NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS) <sup>13</sup>C NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS):  $\delta = 157.38$  ppm (HC=N, C15) 131.36, 129.86, 128.87, 128.83, 128.77, 126.56, 125.25, 124.85 ppm (C-Ar), todas estas señales corresponden a carbonos aromáticos en los C1-C3, C2, C4-C14, C5-C13, C6-C12, C7-C11, C8-C10, C9. En 72.32 ppm (CH-N, C16), 47.76, 43.50, 41.84,

39.08, 36.12, 34.11, 28.13, 23.73, 20.11 (C- alifáticos) ppm, todas estas señales corresponden a los carbonos alifáticos C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23, C24, C25.

I.E. (m/z) 341 M<sup>+</sup>, C<sub>25</sub>H<sub>27</sub>N

### 3.3. Síntesis de (-)-9-({[(1*S*,2*R*,5*S*)-6,6-dimetilbicyclo[3.1.1]hept-2-il]metilimino}metil)antraceno



**Figura 31.** Molécula numerada de (-)-9-({[(1*S*,2*R*,5*S*)-6,6-dimetilbicyclo[3.1.1]hept-2-il]metilimino}metil)antraceno.

La síntesis de la imina 3 (figura 31) se realizó por medio de la reacción entre Antraceno-9-carboxaldehído (123.1 mg, 0.597 mmoles) y (-)-*cis*-mirtanilamina (91.5 mg, 0.597 mmoles), utilizando la técnica en medio seco, en donde se obtuvo un polvo amarillo con rendimiento del 86%. Punto de fusión 94-96° y un  $[\alpha]_D^{20} = -10.4$  (C=1, CHCl<sub>3</sub>).

FT-IR =  $\nu = 1632 \text{ cm}^{-1}$  (C=N), (C=C),

<sup>1</sup>H NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS):  $\delta = 9.39$  ppm (s, 1H; HC=N, C15), 8.49-8.47 ppm (m, 3H; Ar-H), 8.02-8.00 ppm (m, 2H; Ar-H), 7.54 -7.46 ppm (m, 4H; Ar-H), todas estas señales son correspondientes a hidrógenos aromáticos en los siguientes carbonos, C2, C4, C5, C6, C7, C11, C12, C13, C14. En la zona 3.97,3.95 ppm (d, 2H; alifáticos), 2.76-2.69 ppm (m, 1H; alifático), 2.45-2.40 ppm (m, 1H; alifático), 2.19-2.03 ppm (m, 3H; alifáticos), 2.00-1.91 ppm (m, 2H; alifáticos), 1.79-1.69 ppm (m, 1H; alifático), 1.28 ppm (s, 3H; CH<sub>3</sub>), 1.19 ppm (s, 3H; CH<sub>3</sub>), 1.04, 1.02 ppm (d, 1H; alifático), todas estas señales corresponden a los hidrógenos alifáticos en los carbonos, C16, C17, C18, C19, C20, C21, C22, C24, C25. <sup>13</sup>C NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS) <sup>13</sup>C NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>/TMS):  $\delta = 160.03$  ppm (HC=N, C15) 131.33, 129.96, 129.08, 128.87, 128.61, 126.61, 125.25, 124.88 ppm (C-Ar), todas estas señales corresponden a carbonos aromáticos en los C1-C3, C2, C4-C14, C5-C13, C6-C12, C7-C11, C8-C10, C9. En 69.97 ppm (CH-N, C16), 44.54, 42.47, 41.56,

38.85, 33.56, 28.18, 26.35, 23.83, 20.72 (C- alifáticos) ppm, todas estas señales corresponden a los carbonos alifáticos C17, C18, C19, C20, C21, C22, C23, C24, C25.

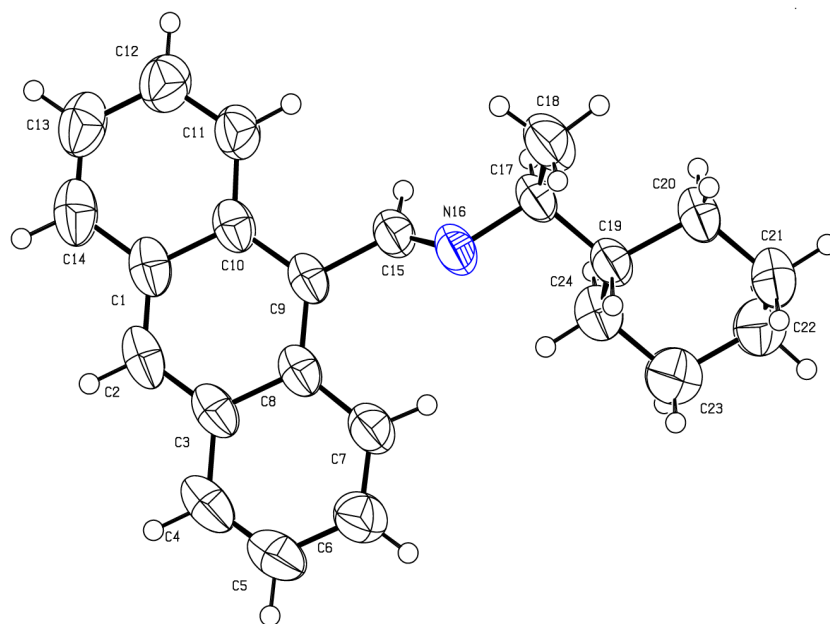
I.E. (m/z) 341 M<sup>+</sup>, C<sub>25</sub>H<sub>27</sub>N.

# **CAPÍTULO 4.**

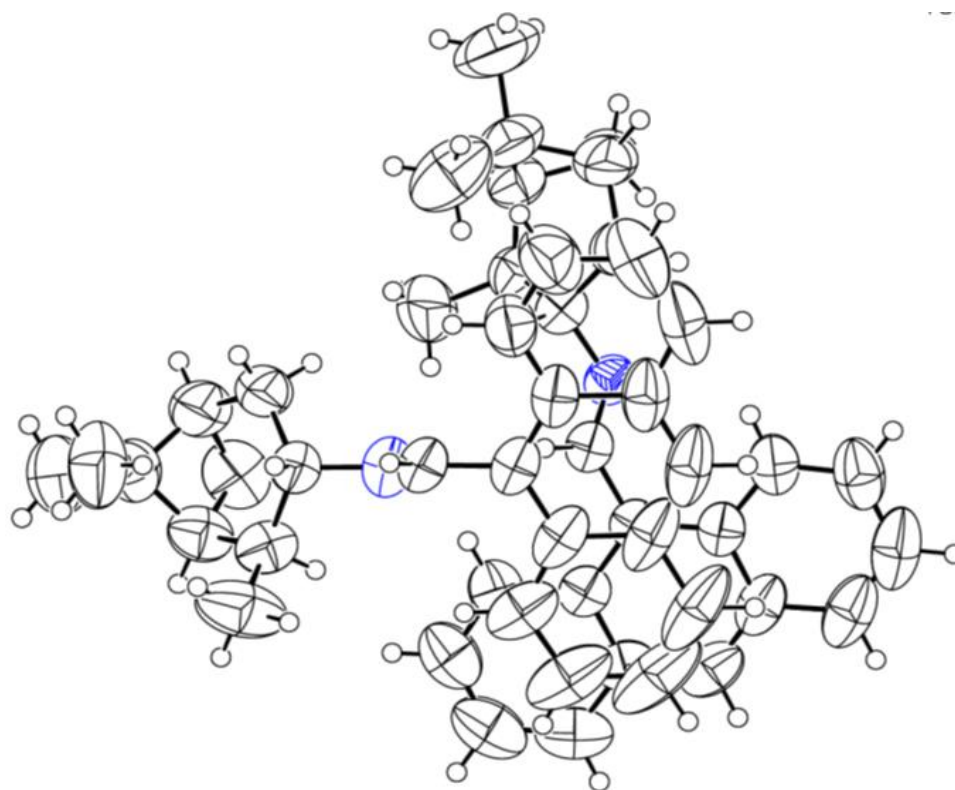
# **CONCLUSIONES**

Los procedimientos realizados en el presente trabajo arrojan las siguientes conclusiones.

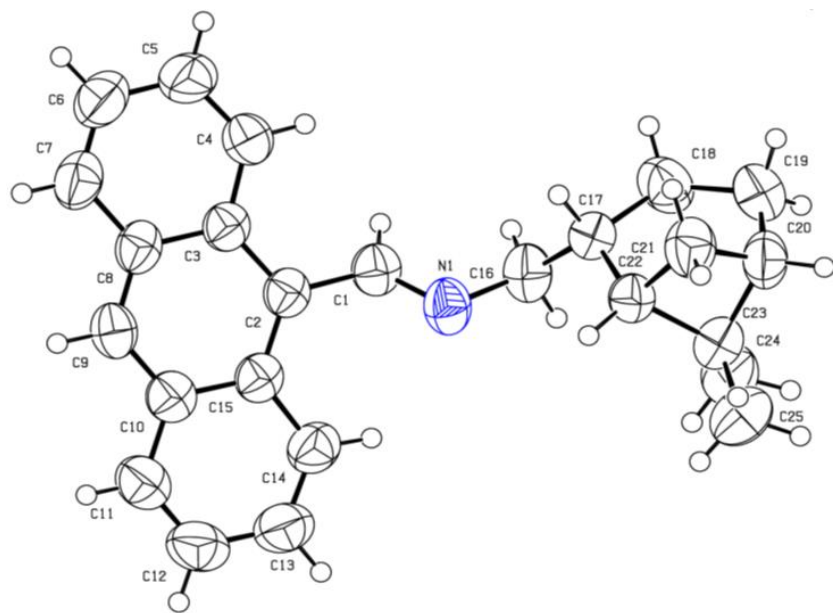
1. Se lograron sintetizar 3 nuevas iminas derivadas del Antraceno-9-carboxaldehído con aminas primarias quirales:
  - a) (S)-(+)-9-[[1-(1-ciclohexiletil)imino]-metil]antraceno.
  - b) (+)-9-[[1-(1*S*,2*S*,3*S*,5*R*)-2,6,6-trimetilbicyclo[3.1.1.]hept-3-il]imino}metil]antraceno.
  - c) (-)-9-[[1-(1*S*,2*R*,5*S*)-6,6-dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino}metil]antraceno.
2. Se estableció un método eficaz de síntesis orgánica mediante la técnica de ausencia de disolventes (Solvent Free), el cual mostro ser eficaz al obtener altos rendimientos de los productos, así como también evita la contaminación del ambiente.
3. Se caracterizaron las iminas sintetizadas por medio de los siguientes estudios espectroscópicos, FT-IR, RMN de  $^1\text{H}$  y de  $^{13}\text{C}$ , espectrometría de masas y rotación óptica  $[\alpha]_D^T$ .
4. Las 3 iminas obtenidas como sólidos de color amarillo después de sucesivas recristalizaciones fueron analizadas por difracción de rayos X, las estructuras obtenidas se muestran a continuación.



**Figura 32.** Diagrama de Ortep de la imina (S)-(+)-9-[[1-(ciclohexiletil)imino]metil]antraceno.



**Figura 33.** Diagrama de Ortep de la imina (+)-9-([[(1S,2S,3S,5R)-2,6,6-trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino]metil)antraceno



**Figura 34.** Diagrama de Ortep de la imina (-)-9-(((1S,2R,5S)-6,6,dimetilbiciclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino)metil)antraceno

## BIBLIOGRAFÍA

1. De Marco, B. A., Rechelo, B. S., Tótolí, E. G., Kogawa, A. C., Salgado, H. R. N. (2018). *Evolution of green chemistry and its multidimensional impacts: A review. Saudi Pharmaceutical Journal.* doi:10.1016/j.jsps.2018.07.011.
2. Jun Li, C., Trost, B. (2008). *Green chemistry for chemical synthesis. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 105, 13197-13202. doi:10.1073/pnas.0804348105.
3. Doria Serrano, Ma. del Carmen. (2009). Química Verde: un nuevo enfoque para el cuidado del medio ambiente. *Educación química*, 20(4), 412-420. Recuperado el 23 de octubre de 2019, de [http://www.scielo.org.Mx/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0187-893X2009000400004&lng=es&tlng=es](http://www.scielo.org.Mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0187-893X2009000400004&lng=es&tlng=es).
4. Anastas, P. T. (2007). *Introduction: Green Chemistry. Chemical Reviews*, 107(6), 2167–2168. doi:10.1021/cr0783784.
5. Anastas, P., & Eghbali, N. (2010). *Green Chemistry: Principles and Practice. Chem. Soc. Rev.*, 39(1), 301–312. doi:10.1039/b918763b.
6. Sierra, A., Meléndez, L., Ramírez, A., Arroyo, M. (2014). La Química Verde y el desarrollo sustentable. *RIDE Revista Iberoamericana para la Investigación y el Desarrollo Educativo*, 5, 9.
7. De Marco, B. A., Rechelo, B. S., Tótolí, E. G., Kogawa, A. C., Salgado, H. R. N. (2018). *Evolution of green chemistry and its multidimensional impacts: A review. Saudi Pharmaceutical Journal.* doi:10.1016/j.jsps.2018.07.011.
8. Yarto, M., Gavilán, A., Martínez, M. A. (2004). La Química Verde en México. *Gaceta Ecológica*, 72, 35-44.
9. Chanshetti, U. (2014). Green Chemistry: Challenges and Opportunities in Sustainable Development. *International Journal of Current Research*, 6, 9558-9561.

10. Manley J., Anastas P., Cue B. (2007). Frontiers in Green Chemistry: meeting the grand challenges for sustainability in R&D and manufacturing. *Journal of Cleaner Production*, 16, 743-750.
11. Anastas, P., Kirchoff, M. M. (2002). *Origins, Current Status, and Future Challenges of Green Chemistry*. *Accounts of Chemical Research*, 35(9), 686–694. doi:10.1021/ar010065m.
12. Toda, F. (1995). *Solid State Organic Chemistry: Efficient Reactions, Remarkable Yields, and Stereoselectivity*. *Accounts of Chemical Research*, 28(12), 480–486. doi:10.1021/ar00060a003.
13. Baig, N., Varma, R. S. (2013). *Solvent-free synthesis. An Introduction to Green Chemistry Methods*, 18–38. doi:10.4155/ebo.13.4.
14. Malipeddi, H., Das, P., Karigar, A. (2011). Green technique-solvent free synthesis and its advantages. *IJRAP*. 2. 1079-1086.
15. Tanaka, K., & Toda, F. (2000). *Solvent-Free Organic Synthesis*. *Chemical Reviews*, 100(3), 1025–1074. doi:10.1021/cr940089p.
16. Ali E., Naimi M.R., Dekamin, M.G. (2013). Highly efficient and rapid synthesis of imines in the presence of nano-ordered MCM-41-SO<sub>3</sub>H heterogeneous catalyst. *Scientia Iranica*, 20(3), 592-597.
17. Da Silva, C. M., da Silva, D. L., Modolo, L. V., Alves, R. B., de Resende, M. A., Martins, C. V. B., & de Fátima, Â. (2011). Schiff bases: A short review of their antimicrobial activities. *Journal of Advanced Research*, 2, 1-8.
18. Lobaina, C. A. R., Tamayo Orue, Y., Zamora Castel, Y. (2005). Obtención de Bases de Schiff por Condensación del Ohidroxibenzaldehido con Anilina y P-derivados. *Revista Cubana de Química*, XVII, 33-43.
19. Guzen, K. P., Guarezemini, A. S., Órfão, A. T. G., Cella, R., Pereira, C. M. P., Stefani, H. A. (2007). *Eco-friendly synthesis of imines by ultrasound irradiation*. *Tetrahedron Letters*, 48(10), 1845-1848. doi:10.1016/j.tetlet.2007.01.014.

20. Vázquez, M. Á., Landa, M., Reyes, L., Miranda, R., Tamariz, J., Delgado, F. (2004). *Infrared Irradiation: Effective Promoter in the Formation of N-Benzylideneanilines in the Absence of Solvent*. *Synthetic Communications*, 34(15), 2705–2718. doi:10.1081/scc-200026190.
21. Wade, L.G. (2012). *Química orgánica*. México: Pearson.
22. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*. México, DF: Cengage Learning.
23. Skoog, D. A., Holler, F. J., Crouch, S. R. (2008). *Principios de análisis instrumental*. México: Cengage Learning.
24. Fox, M. A., Whitesell, J. K. (2000). *Química orgánica*. México: Addison Wesley Longman.
25. Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. G., Aboul-Enein, H. Y. (2015). *X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications*. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289–299. doi:10.1080/10408347.2014.949616.
26. The Minimization and Prevention of Pollution; Green Chemistry. (2007). *Environmental Chemistry*, 296–323. doi:10.1007/978-0-387-31435-8\_12
27. Chhabra, N., Aseri, M., & Padmanabhan, D. (2013). *A review of drug isomerism and its significance*. *International Journal of Applied and Basic Medical Research*, 3(1), 16. doi:10.4103/2229-516x.112233
28. Rhee, H., June, YG., Lee, JS. *et al.* Femtosecond characterization of vibrational optical activity of chiral molecules. *Nature* 458, 310–313 (2009). <https://doi.org/10.1038/nature07846>
29. Absolute Configuration and the (R) and (S) System. (2020, May 30). Retrieved June 15, 2021, from <https://chem.libretexts.org/@go/page/45152>

30. Kuldeep Singh, Pragati Shakya, Arun Kumar, Shashi Alok, Mehnaz Kamal and Satya Prakash Singh. (01 November **2014**). STEREOCHEMISTRY AND ITS ROLE IN DRUG DESIGN. International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research, 5(11), 4644-4659.
31. Foster, J.J., Temple, S.E., How, M.J. et al. Polarisation vision: overcoming challenges of working with a property of light we barely see. Sci Nat 105, 27 (2018). <https://doi.org/10.1007/s00114-018-1551-3>
32. Roberts, J. D., & Caserio, M. C. (**2021**, March 5). Plane-Polarized Light and the Origin of Optical Rotation. Retrieved June 15, 2021, from <https://chem.libretexts.org/@go/page/22297>
33. Britannica, T. Editors of Encyclopaedia (**2018**, January 21). Polarimetry. Encyclopedia Britannica. <https://www.britannica.com/science/polarimetry>
34. Anastas, P. T., & Kirchhoff, M. M. (**2002**). Origins, Current Status, and Future Challenges of Green Chemistry†. Accounts of Chemical Research, 35(9), 686–694. doi:10.1021/ar010065m
35. Anastas, P. T. and Warner, J. C. Green Chemistry: Theory and Practice. Oxford University Press: New York, **1998**, p. 30. By permission of Oxford University Press.
36. 5.5 Polarimetry. (**2019**, May 19). Retrieved June 15, 2021, from <https://chem.libretexts.org/@go/page/17124>
37. Kupče, Ě., Frydman, L., Webb, A.G. et al. Parallel nuclear magnetic resonance spectroscopy. Nat Rev Methods Primers 1, 27 (**2021**). <https://doi.org/10.1038/s43586-021-00024-3>
38. X-ray diffraction (XRD) basics and application. (**2020**, November 29). Retrieved June 15, 2021, from <https://chem.libretexts.org/@go/page/148442>

39. Smith, R. W. (2013). Mass Spectrometry. Encyclopedia of Forensic Sciences, 603–608. doi:10.1016/b978-0-12-382165-2.00250-6
40. Finehout, E. J., & Lee, K. H. (2004). An introduction to mass spectrometry applications in biological research. Biochemistry and Molecular Biology Education, 32(2), 93–100. doi:10.1002/bmb.2004.494032020331

# ESPECTROS

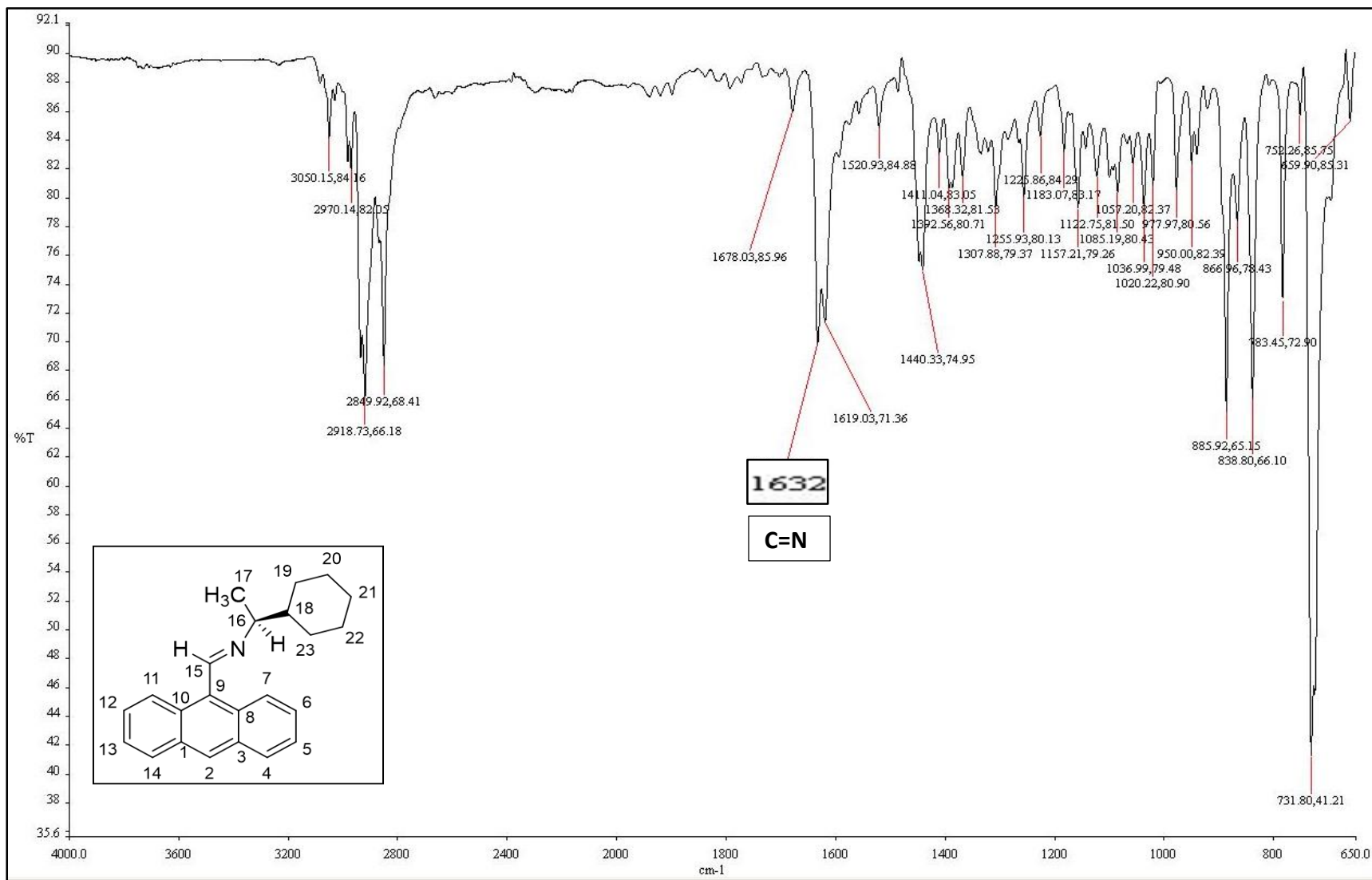


Figura 1.1. Espectro IR de la imina (S)-(+)-9-[[1-(ciclohexiletil)imino]-metil]antraceno.

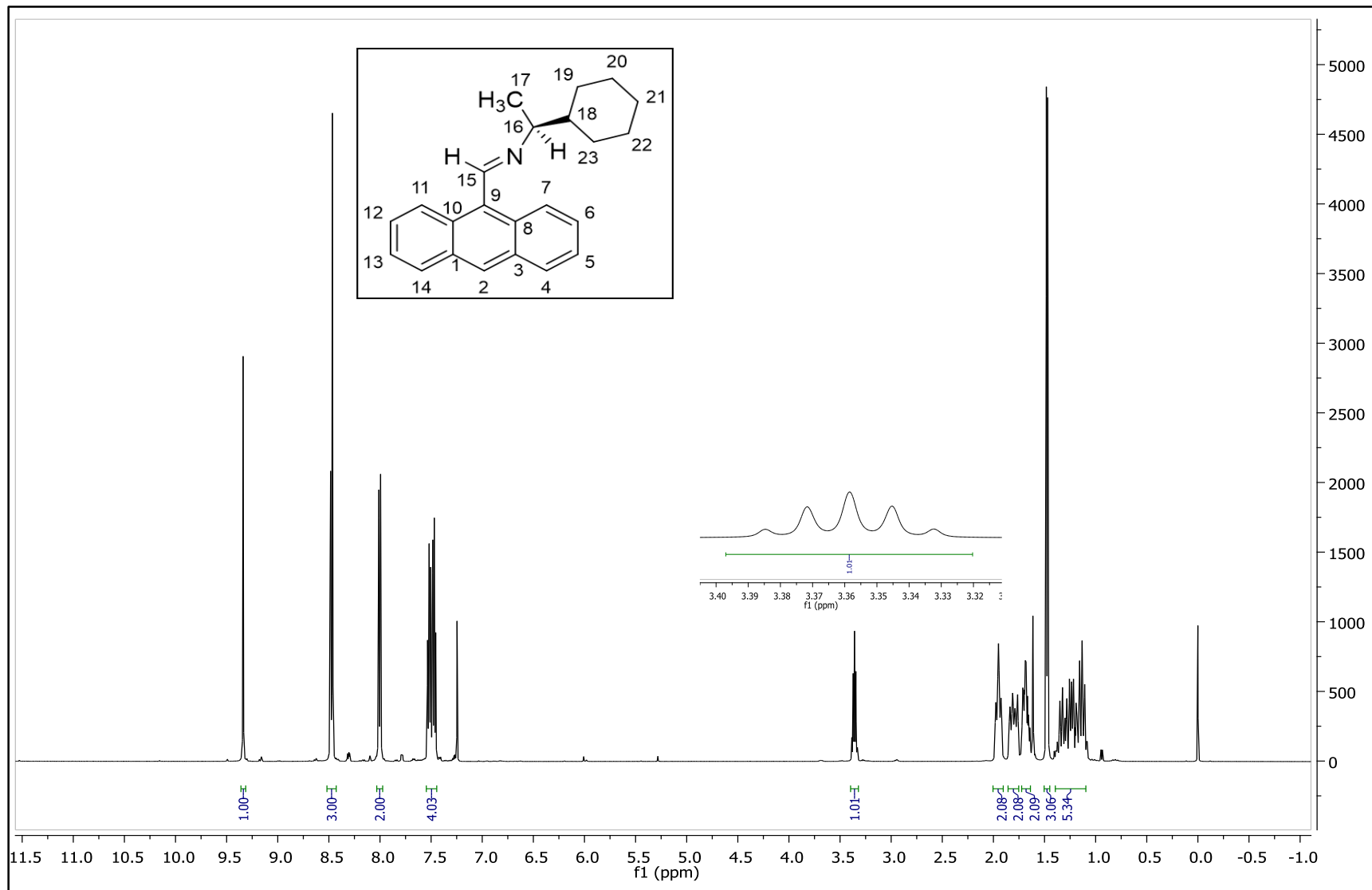


Figura 1.2. Espectro RMN <sup>1</sup>H de la imina (S)-(+)-9-[[1-ciclohexiletil]imino]-metil}antraceno.

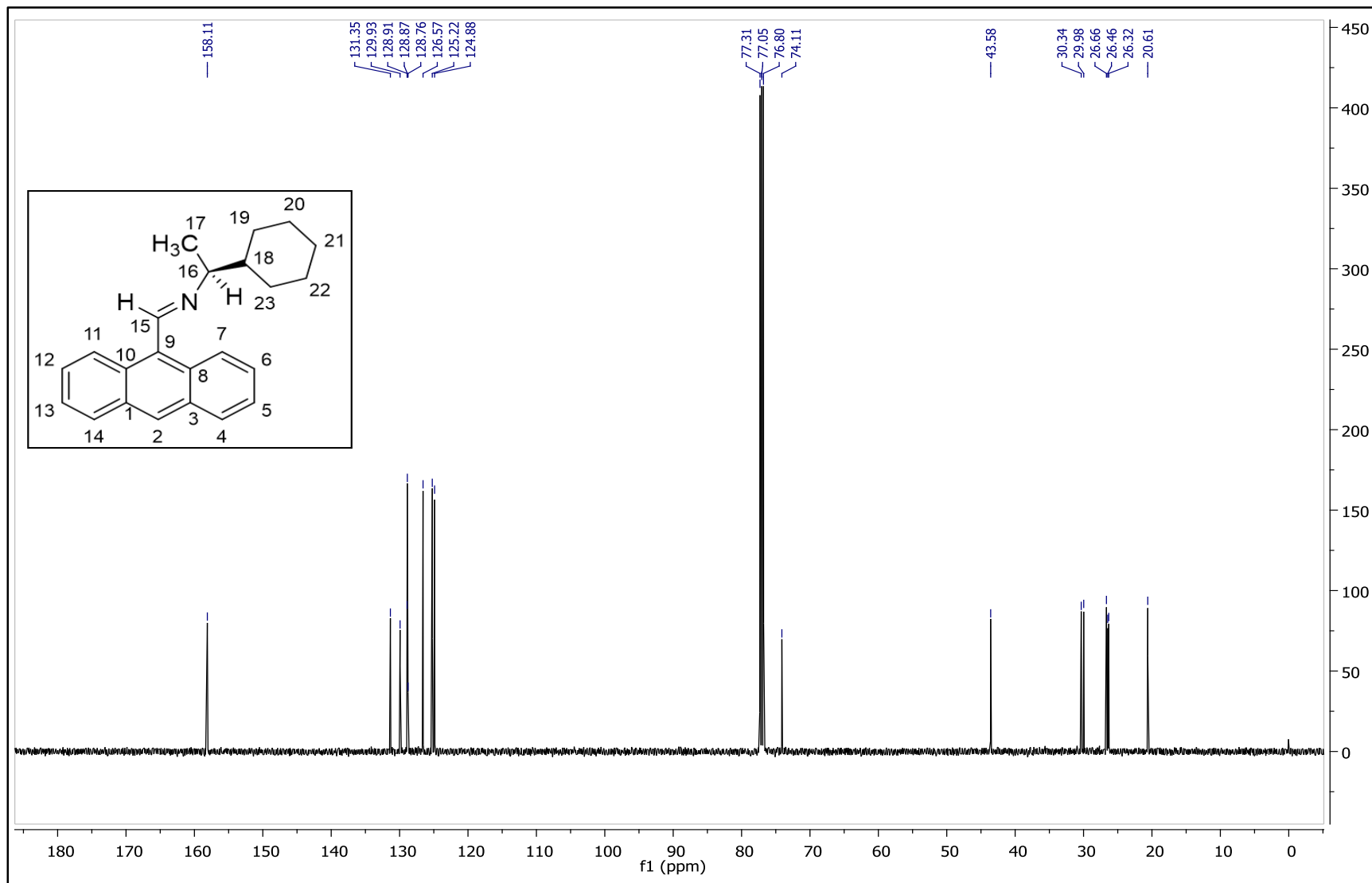


Figura 1.3. Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  de la imina (S)-(+)-9-[[1-(ciclohexiletil)imino]-metil]antraceno.

Sample: Antr-D 315\_2118  
Note : VLADIMIR  
Inlet : Direct Ion Mode : EI+  
Spectrum Type : Normal Ion [MF-Linear]  
RT : 1.55 min Scan# : (21,23)  
BP : m/z 232.0000 Int. : 932.45  
Output m/z range : 31.0979 to 324.1246 Cut Level : 0.00 %

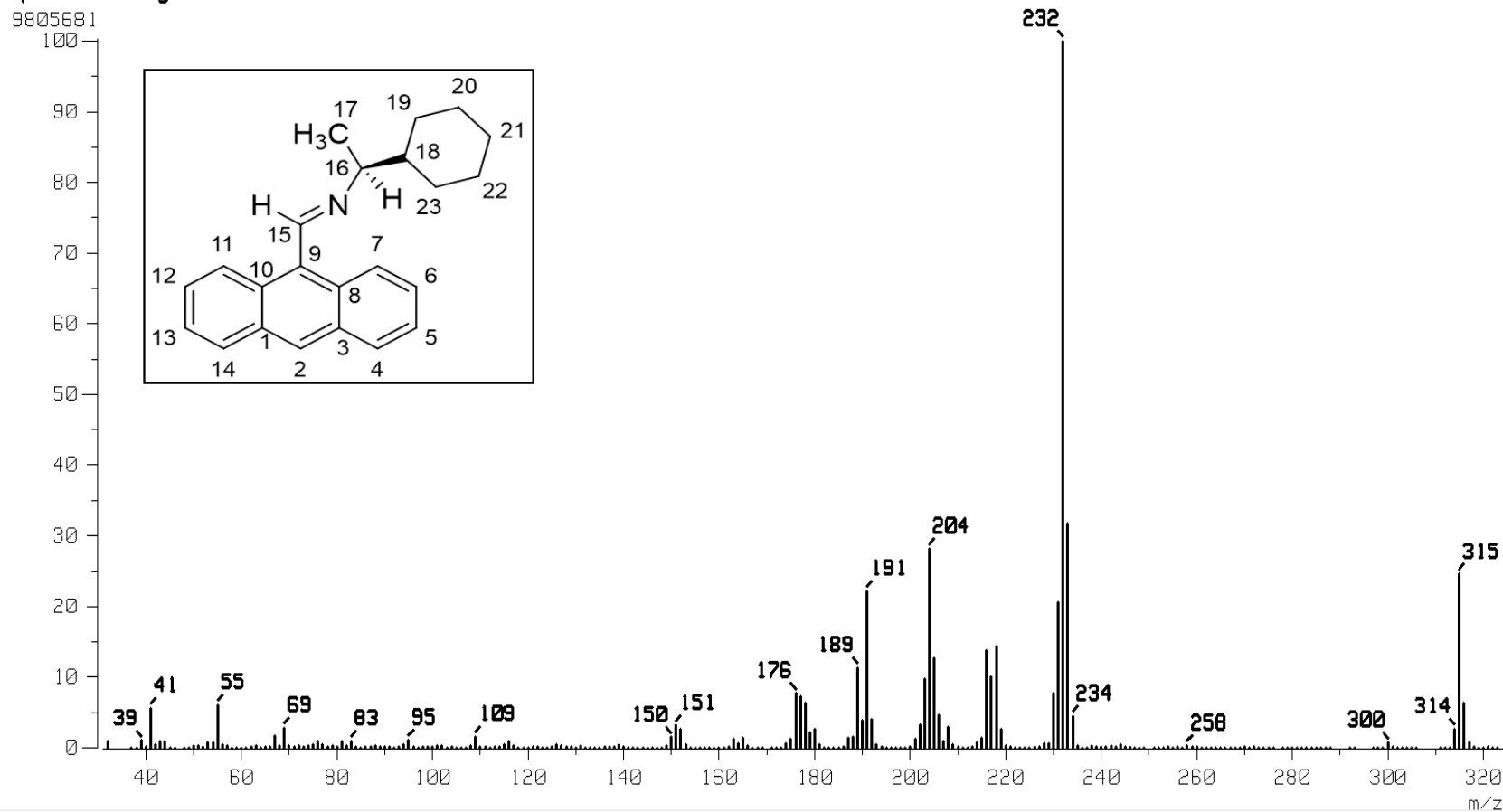
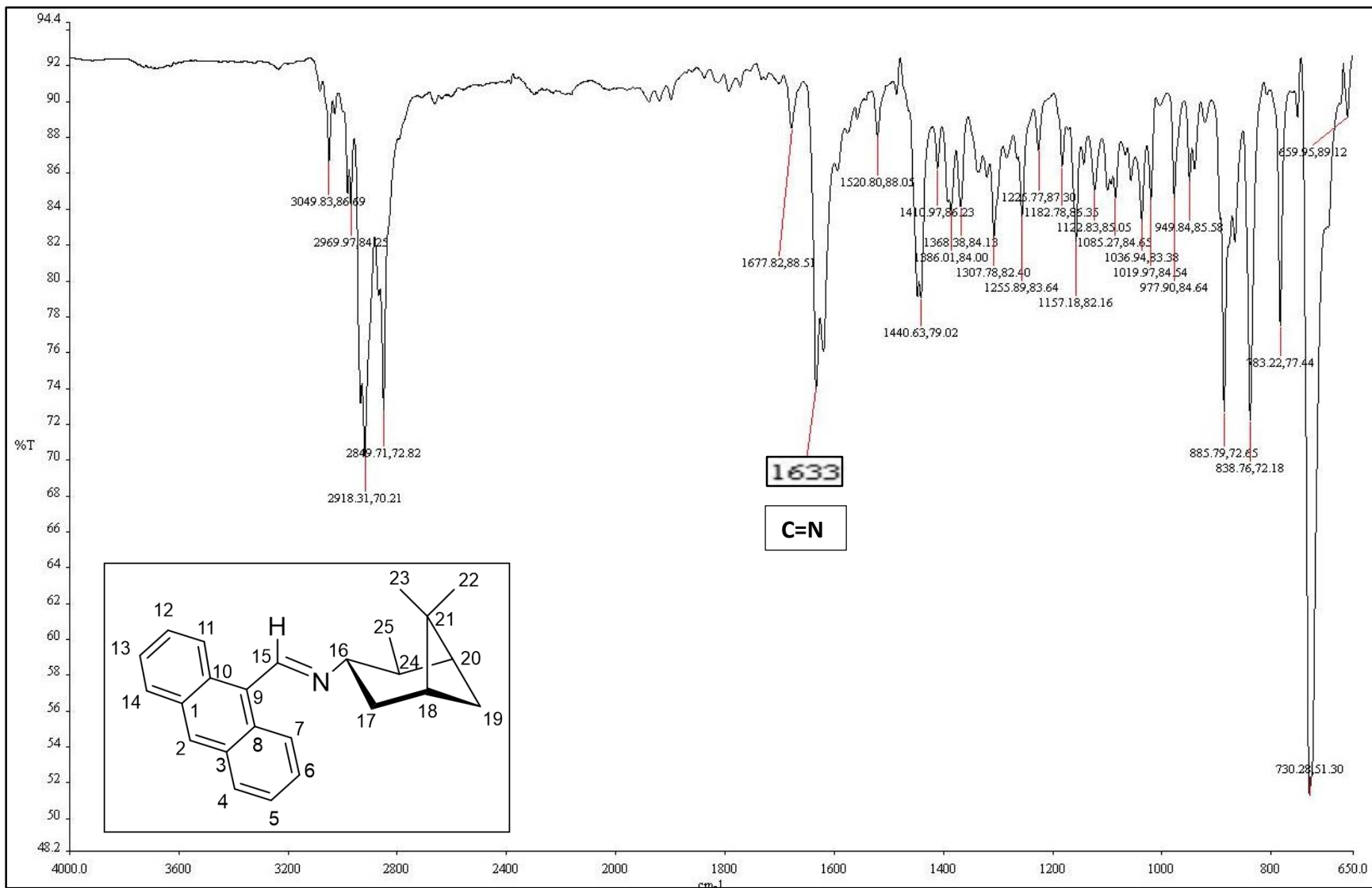


Figura 1.4. Espectro de masas de la imina (S)-(+)-9-[[1-(1-ciclohexiletil)imino]-metil]antraceno.



**Figura 2.1.** Espectro IR de la imina (+)-9-(((1S,2S,3S,5R)-2,6,6-trimetilbicyclo[3.1.1.]hep-3-il]imino}metil)antraceno.

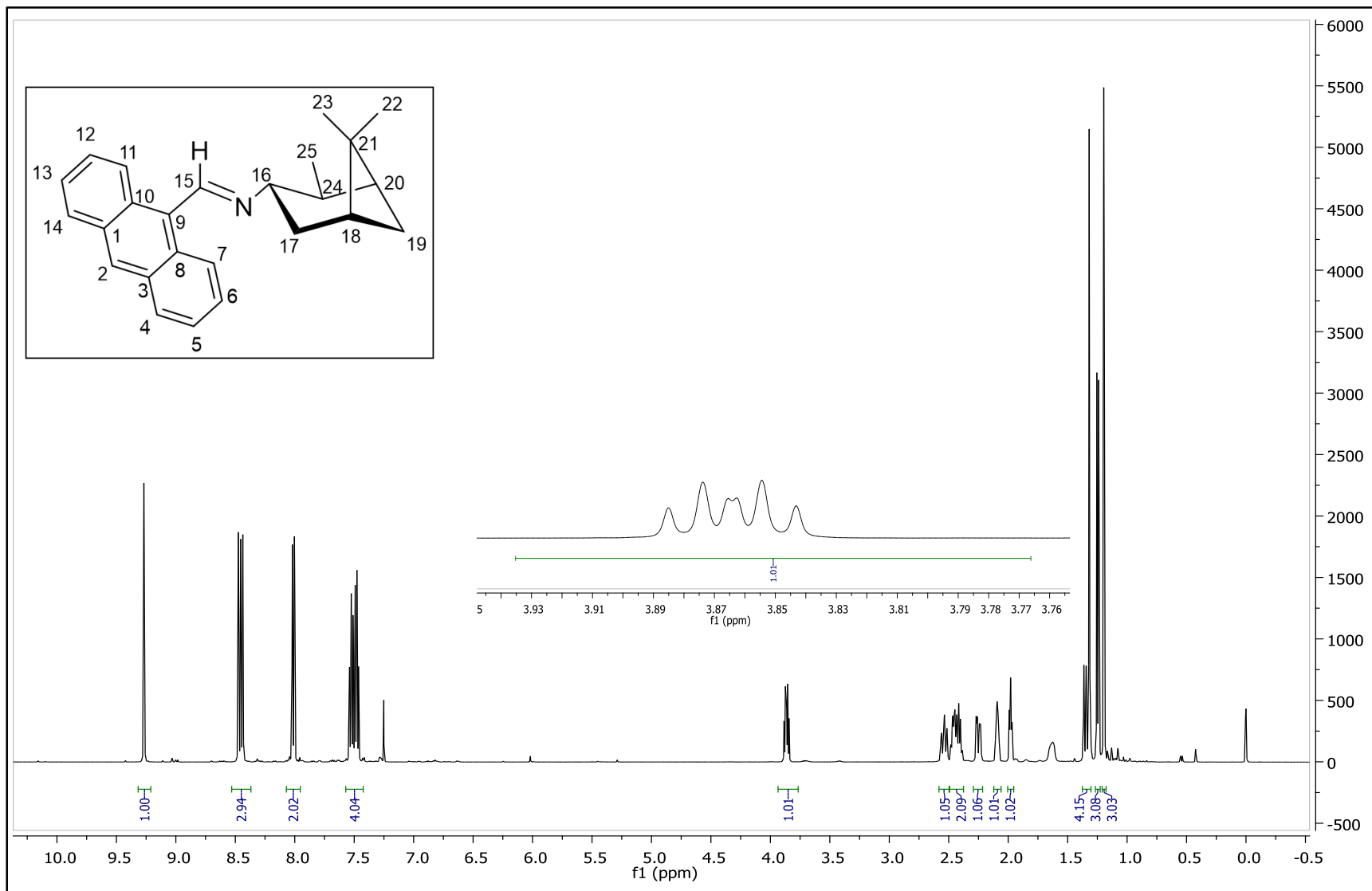
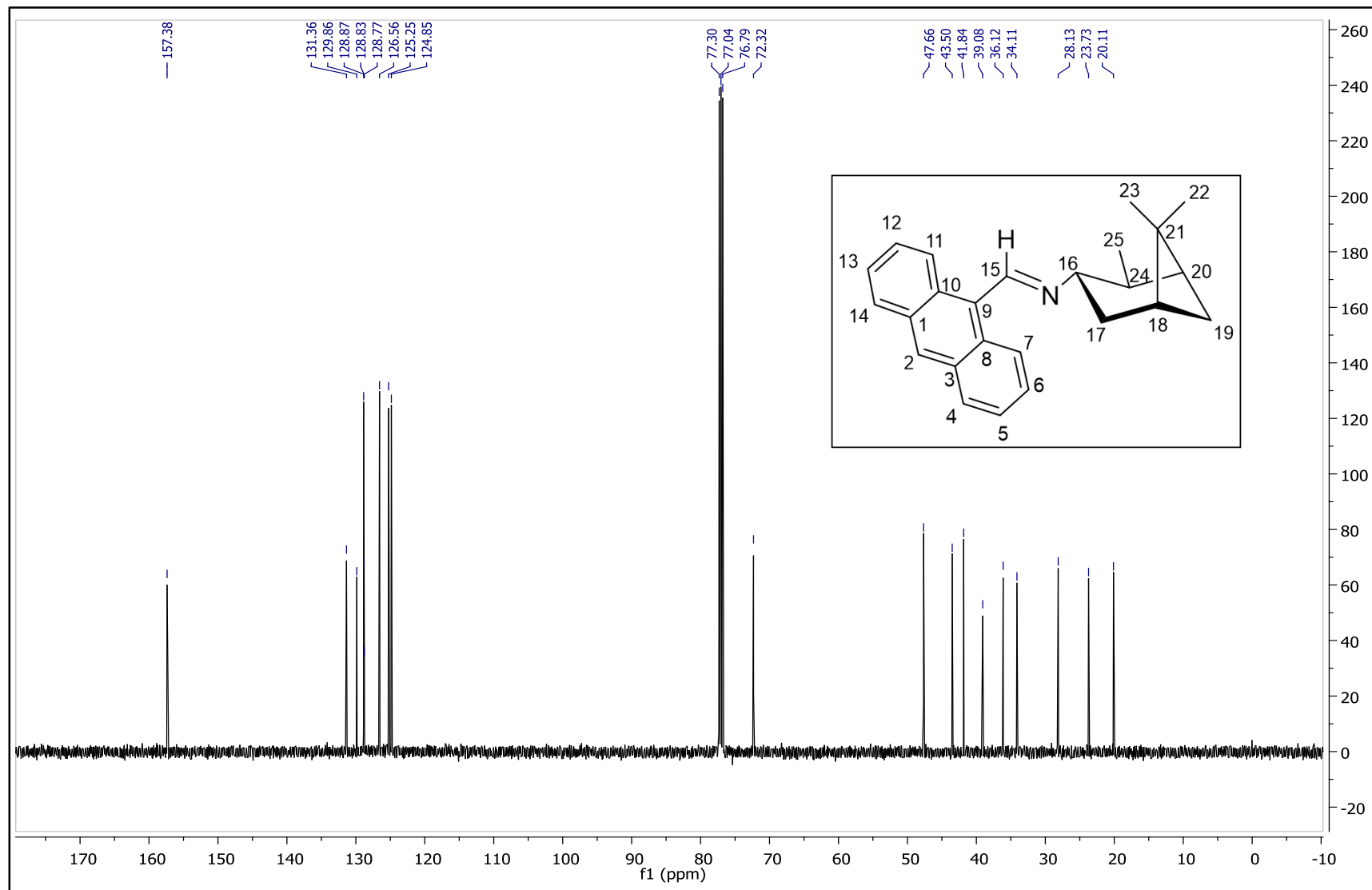


Figura 2.2. Espectro RMN <sup>1</sup>H de la imina (+)-9-((1S,2S,3S,5R)-2,6,6-trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino)metil)antraceno.



**Figura 2.3.** Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  de la imina (+)-9-((1S,2S,3S,5R)-2,6,6-trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino}metil)antraceno.

Sample: Antr-E-341\_2108  
Note : VLADIMIR  
Inlet : Direct Ion Mode : EI+  
Spectrum Type : Normal Ion [MF-Linear]  
RT : 1.84 min Scan# : (19,33)  
BP : m/z 206.0000 Int. : 60.76  
Output m/z range : 42.5651 to 353.8934 Cut Level : 0.00 %

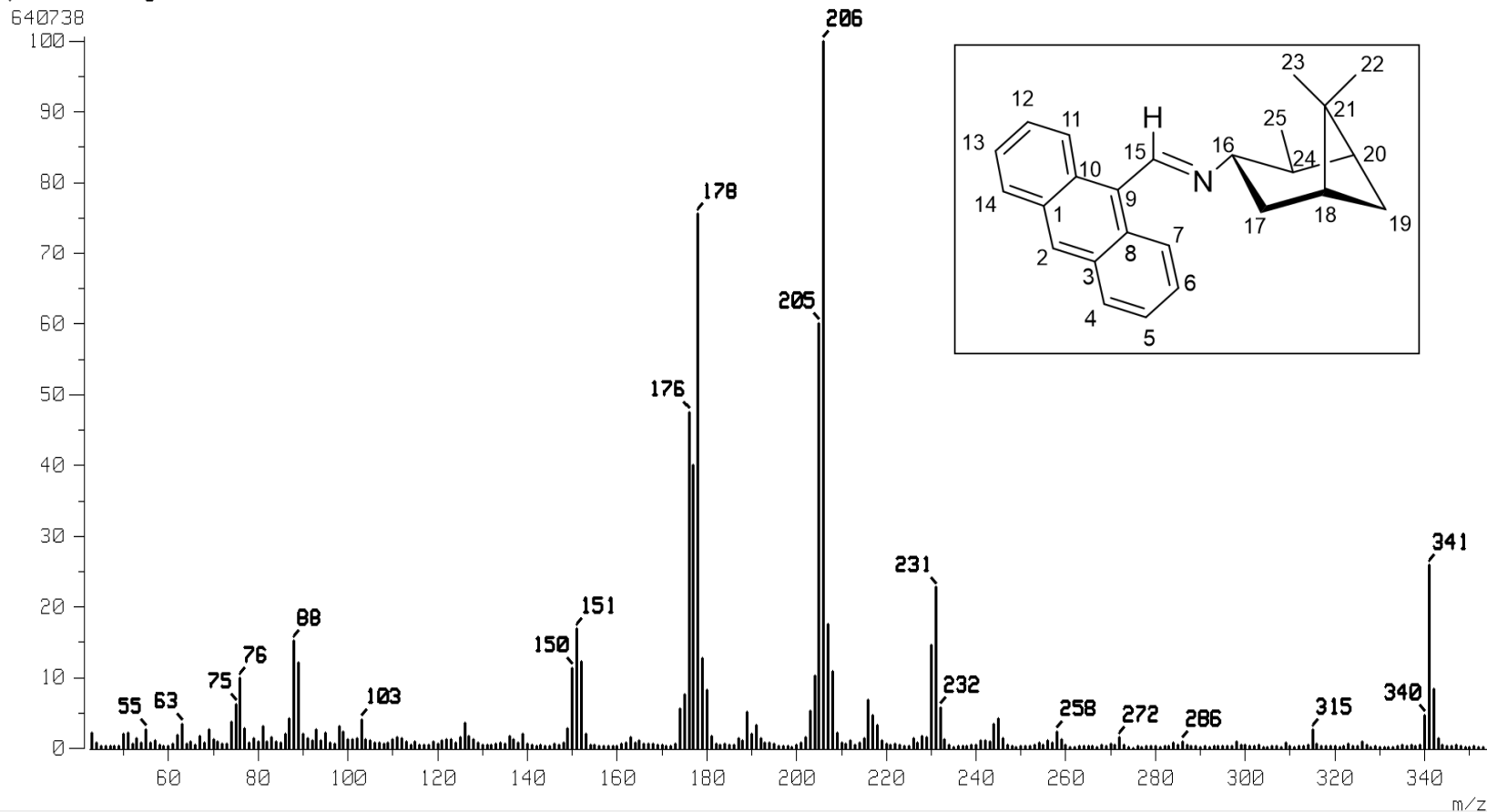
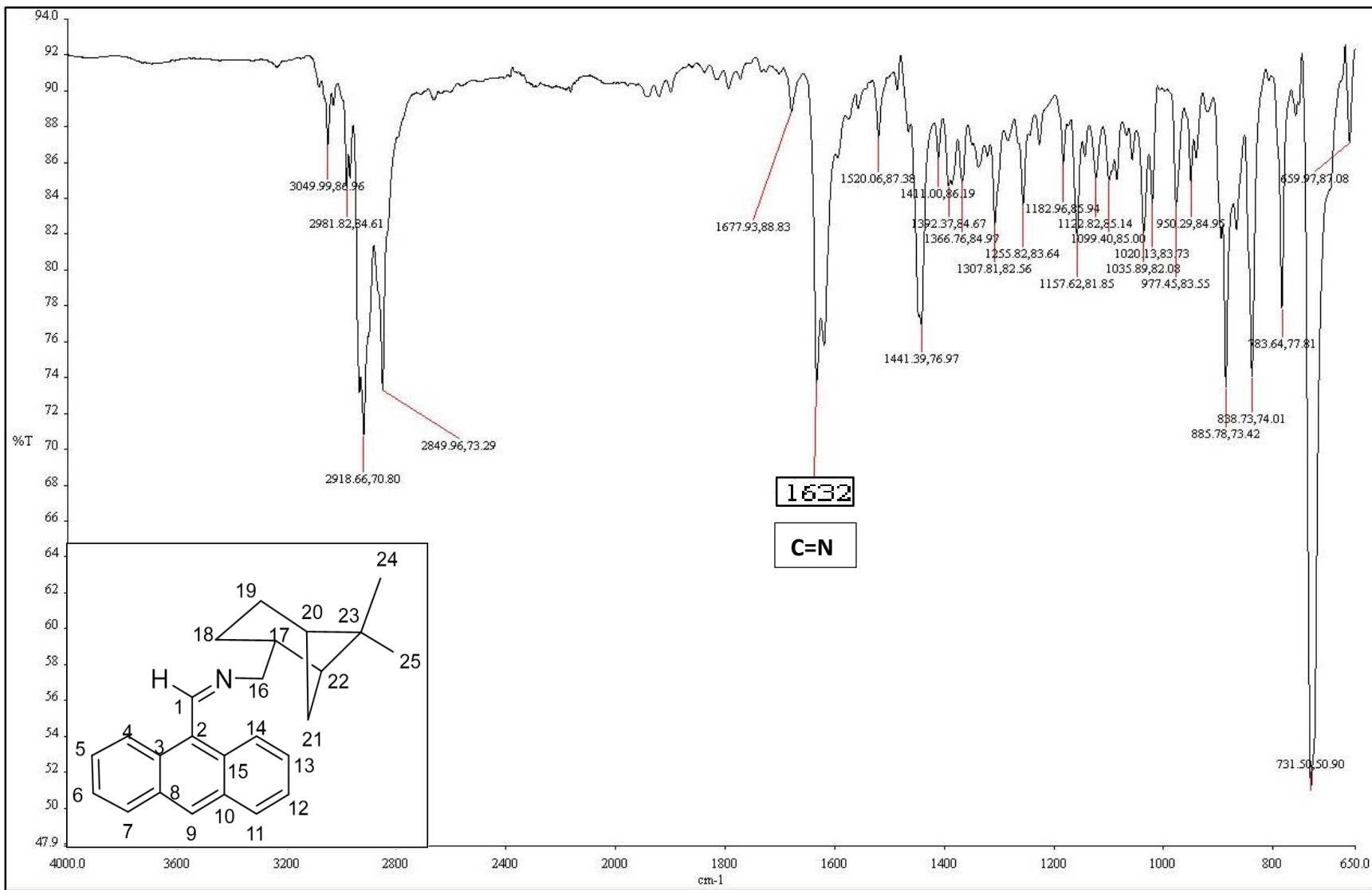


Figura 2.4. Espectro de masas de la imina (+)-9-((1S,2S,3S,5R)-2,6,6,trimetilbiciclo[3.1.1.]hep-3-il]imino)metil)antraceno.



**Figura 3.1.** Espectro IR de la imina (-)-9-(((1S,2R,5S)-6,6-dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino)metil)antraceno.

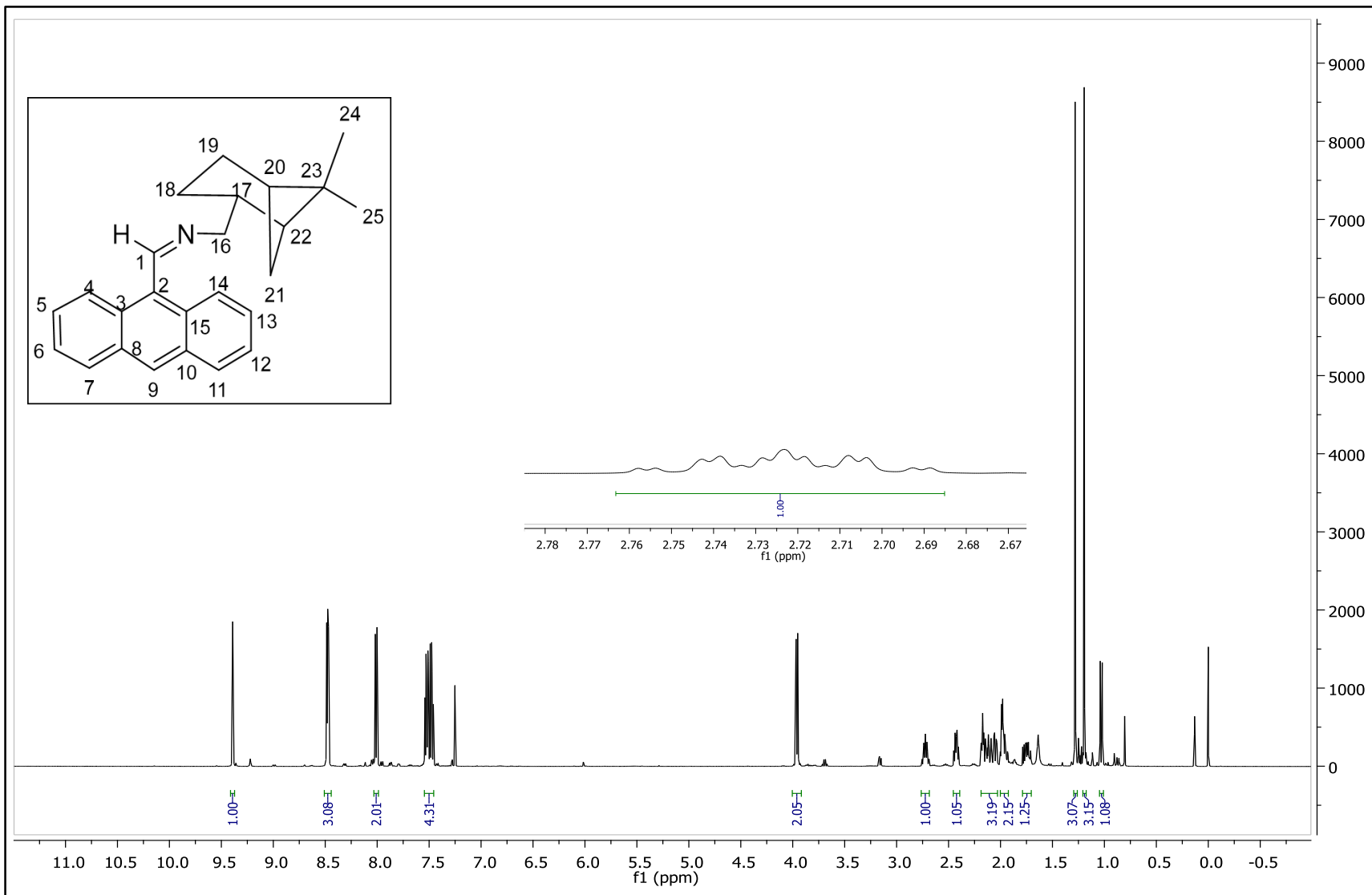


Figura 3.2. Espectro RMN  $^1\text{H}$  de la imina (-)-9-((1S,2R,5S)-6,6,dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino}metil)antraceno.

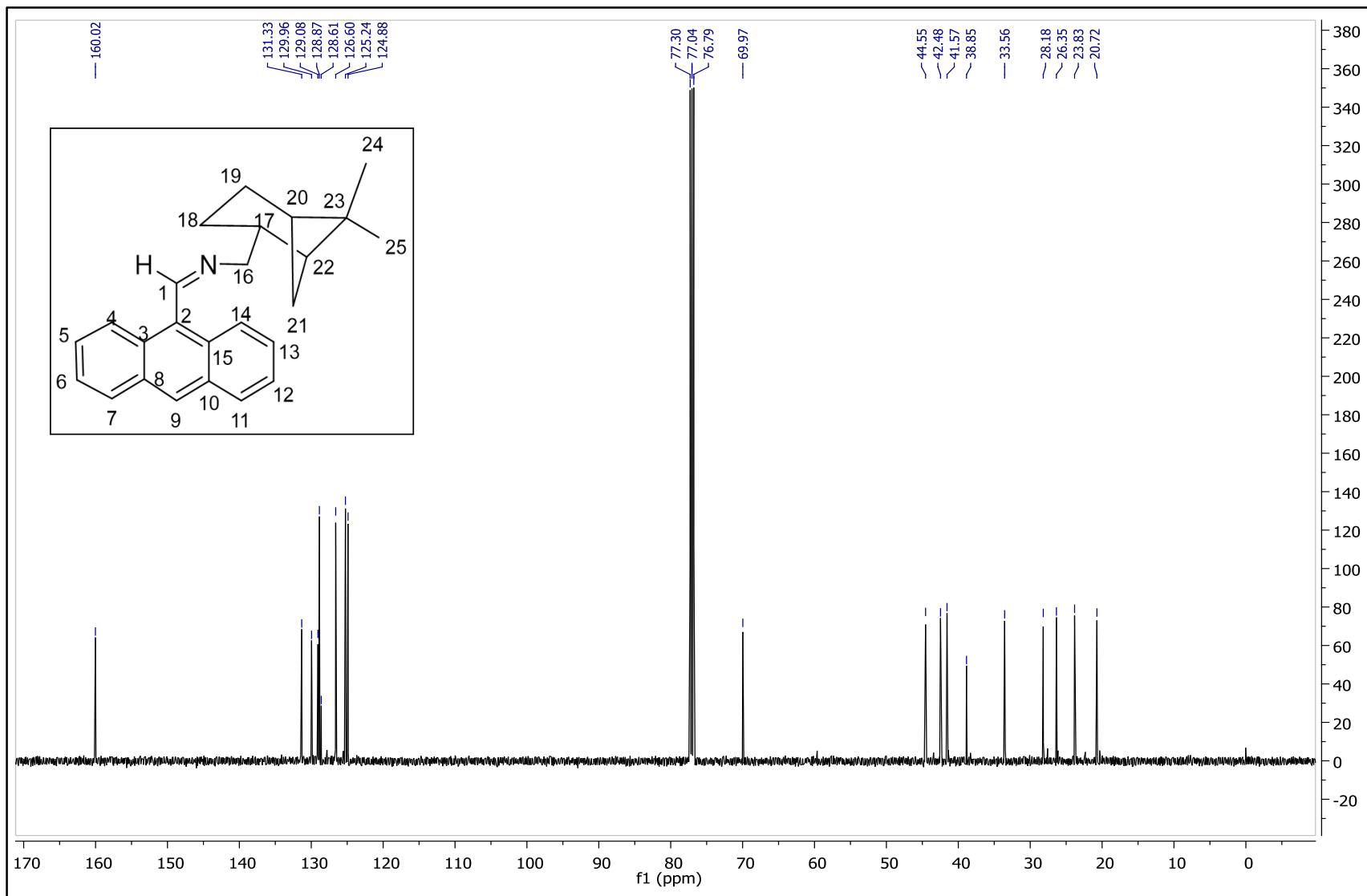
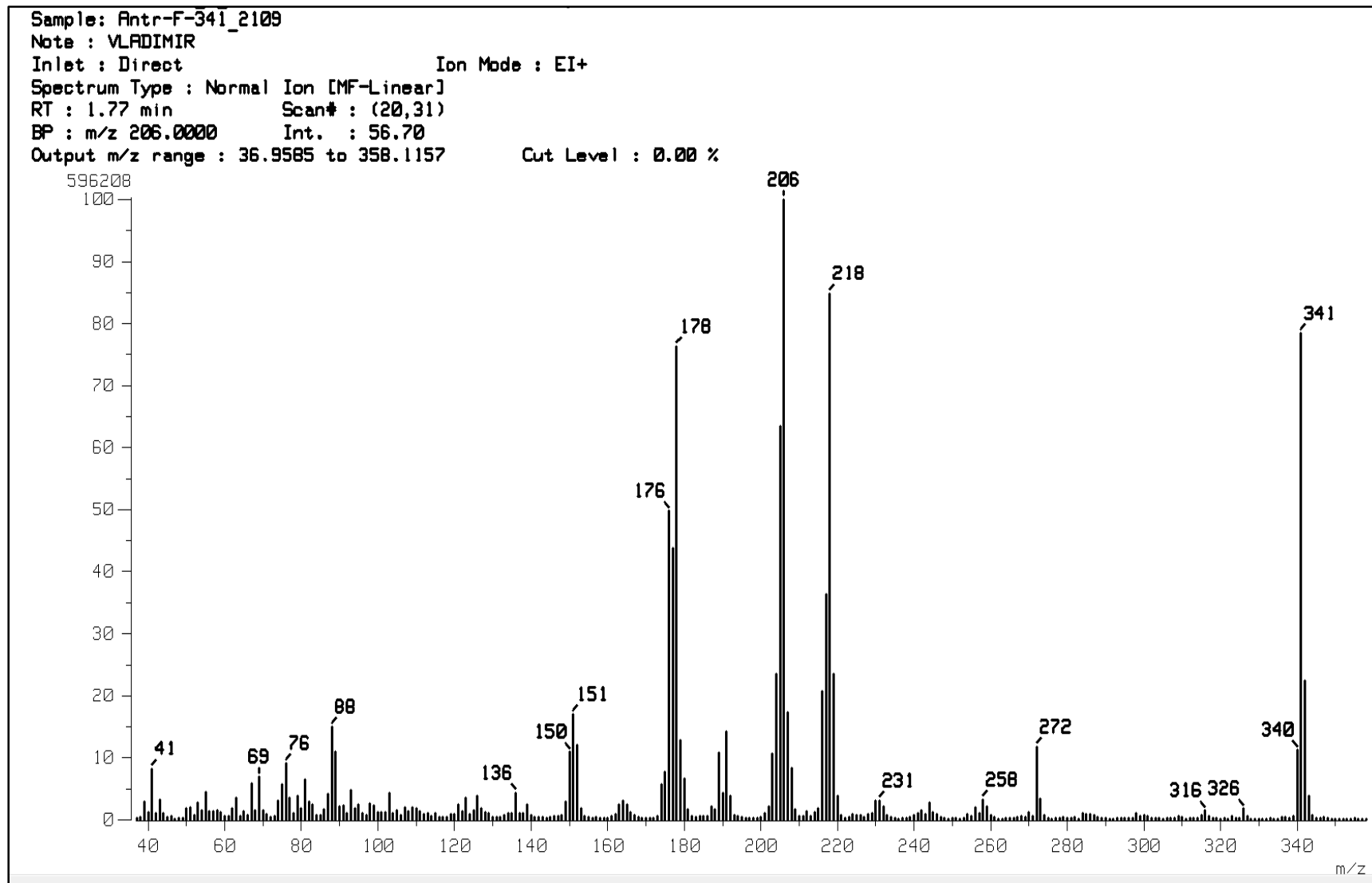


Figura 3.3. Espectro RMN  $^{13}\text{C}$  de la imina (-)-9-(((1S,2R,5S)-6,6-dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il]metilimino)metil)antraceno.



**Figura 3.4.** Espectro de masas de la imina (-)-9-(((1S,2R,5S)-6,6-dimetilbicyclo[3.1.1.]hept-2-il)metilimino)metil)antraceno.