

**SÍNTESIS Y DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL
DE LA 4,4'-BISMALEIMIDOBENZIDINA**

Presentado por:

LADY MARIANA PINEDA PÉREZ Código 62777

**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLOGÍAS
PROGRAMA DE QUÍMICA
ARMENIA
Abril de 2007**

**SÍNTESIS Y DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL
DE LA 4,4'-BISMALEIMIDOBENZIDINA**

Presentado por:

LADY MARIANA PINEDA PÉREZ Código 62777

Proyecto presentado como requisito para optar al título de Químico

Director de Trabajo de Grado:

**M.Sc. HOOVER ALBEIRO VALENCIA
Profesor Universidad Tecnológica de Pereira.**

**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLOGÍAS
PROGRAMA DE QUÍMICA
ARMENIA
Abril de 2007**

Nota de aceptación:

Firma del director de proyecto

Firma del jurado

Firma del jurado

Armenia, 16 de Abril de 2007

DEDICATORIA

A mi madre, quien me ha brindado su apoyo incondicional, a mis hermanos que depositaron en mí la confianza y a todos aquellos que hicieron posible la culminación de esta etapa en mi vida.

AGRADECIMIENTOS

A John Jairo Sandoval por su colaboración y compañía en esta etapa de mi vida.

A M.Sc. Hoover Albeiro Valencia por su apoyo y asesoría durante la realización del proyecto.

A Gerardo Zuluaga, Cristina León y Martín Montoya por su amabilidad en el préstamo de materiales, equipos y reactivos.

A Luís Eduardo Hurtado de la Universidad del Valle por su colaboración en la toma de espectros.

A mis compañeros de laboratorio Diana, Jorge, Leider, Nelson, Karen, Omar y Juan por su amistad y los buenos momentos que compartimos.

A todos aquellos que me brindaron su apoyo y hospitalidad, haciendo posible la obtención de este logro.

CONTENIDO

| | pág |
|---|-----|
| 1. INTRODUCCIÓN | 1 |
| 2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA | 2 |
| 3. JUSTIFICACIÓN | 3 |
| 4. OBJETIVOS | 4 |
| 5. MARCO TEÓRICO Y ANTECEDENTES | 5 |
| 5.1 IMIDAS CÍCLICAS | 1 |
| 5.1.1 Maleimidas | 1 |
| 5.1.2 Métodos de obtención de maleimidas | 6 |
| 5.1.3 Aplicaciones de las maleimidas | 8 |
| 5.2 CRISTALIZACIÓN | 14 |
| 5.2.1 Recristalización de soluciones | 15 |
| 5.2.2 Crecimiento desde soluciones | 15 |
| 5.3 MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS | 16 |
| 5.3.1 Espectroscopia Ultravioleta | 17 |
| 5.3.2 Espectroscopia Infrarrojo | 20 |
| 5.3.3 Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear | 26 |
| 5.3.4 Espectrometría de Masas | 31 |
| 6. METODOLOGÍA | 33 |
| 6.1 SÍNTESIS DE LA 4,4'-BISMALEIMIDOBENZIDINA | 33 |
| 6.1.1 Síntesis del ácido bisámico | 33 |
| 6.1.2 Síntesis de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 33 |
| 6.2 AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN | 34 |
| 6.3 DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL DE LA 4,4'-BISMALEIMIDO- BENZIDINA MEDIANTE MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS | 34 |

| | | |
|------------|---|-----------|
| 6.3.1 | Espectroscopia Ultravioleta- Visible | 34 |
| 6.3.2 | Espectroscopia de Infrarrojo | 34 |
| 6.3.3 | Espectrometría de Masas | 34 |
| 6.3.4 | Espectroscopia de resonancia Magnética Nuclear | 35 |
| 7. | RESULTADOS | 36 |
| 7.1 | SÍNTESIS DE LA 4,4'-BISMALEIMIDOBENZIDINA | 36 |
| 7.1.1 | Síntesis del ácido bisámico | 36 |
| 7.1.2 | Síntesis de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 36 |
| 7.2 | AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN | 36 |
| 7.3 | DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL DE LA 4,4'-BISMALEIMIDO- BENZIDINA MEDIANTE MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS | 37 |
| 7.3.1 | Espectroscopia Ultravioleta- Visible | 37 |
| 7.3.2 | Espectroscopia de Infrarrojo | 37 |
| 7.3.3 | Espectrometría de Masas | 39 |
| 7.3.4 | Espectroscopia de resonancia Magnética Nuclear | 39 |
| 8. | ANÁLISIS DE RESULTADOS | 41 |
| 8.1 | SÍNTESIS DE LA 4,4'-BISMALEIMIDOBENZIDINA | 41 |
| 8.2 | DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL DE LA 4,4'-BISMALEIMIDO- BENZIDINA MEDIANTE MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS | 41 |
| 8.2.1 | Espectroscopia Ultravioleta- Visible | 41 |
| 8.2.2 | Espectroscopia de Infrarrojo | 42 |
| 8.2.3 | Espectrometría de Masas | 46 |
| 8.2.4 | Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear | 49 |
| 9. | CONCLUSIONES | 54 |
| 10. | RECOMENDACIONES | 56 |
| 11. | BIBLIOGRAFÍA | 57 |
| 12. | ANEXOS | 61 |

LISTA DE TABLAS

| | | pág |
|-----------------|--|-----|
| Tabla 1 | Máximos de absorción Ultravioleta de cromóforos orgánicos | 16 |
| Tabla 2 | Absorciones en el Infrarrojo para grupos funcionales orgánicos | 21 |
| Tabla 3 | Desplazamientos químicos frecuentes en RMN- ¹ H | 25 |
| Tabla 4 | Desplazamientos químicos encontrados en RMN- ¹³ C | 27 |
| Tabla 5 | Resultados de la solubilidad de los compuestos obtenidos | 32 |
| Tabla 6 | Asignación de las bandas en el espectro Infrarrojo del ácido bisámico | 38 |
| Tabla 7 | Asignación de las bandas en el espectro Infrarrojo de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 40 |
| Tabla 8 | Picos con mayor abundancia relativa en el espectro de masas de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 42 |
| Tabla 9 | Desplazamientos químicos en el espectro de RMN- ¹ H de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 46 |
| Tabla 10 | Desplazamientos químicos en el espectro de RMN- ¹³ C de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 47 |

LISTA DE FIGURAS

| | | pág. |
|------------------|--|------|
| Figura 1 | Estructura de las Maleimidias | 1 |
| Figura 2 | Estructura del 2-etil-3-metil-maleimido-N- β -D-glucopiranosídeo | 2 |
| Figura 3 | Síntesis de Maleimidias | 3 |
| Figura 4 | Obtención de maleimidias a partir de esteres glioxilatos | 3 |
| Figura 5 | Obtención de derivados maleimidicos | 4 |
| Figura 6 | Obtención de maleimidias a partir de anhídrido oxabicclico | 4 |
| Figura 7 | Derivados maleimidicos con potencial biológico | 5 |
| Figura 8 | Estructura de la N-fenetilmaleimida | 6 |
| Figura 9 | Estructura de la N-antipirino-3,4-dicloromaleimida | 7 |
| Figura 10 | Complejos metálicos de maleimidias | 8 |
| Figura 11 | Iniciación de la polimerización por radiación UV | 9 |
| Figura 12 | Polímero formado por homopolimerización de una bismaleimida | 10 |
| Figura 13 | Espectro electromagnético | 12 |
| Figura 14 | Transiciones electrónicas entre los distintos niveles de energía | 15 |
| Figura 15 | Vibraciones de tensión | 18 |
| Figura 16 | Vibraciones de flexión en el plano | 19 |
| Figura 17 | Vibraciones de flexión fuera del plano | 20 |
| Figura 18 | Espectrómetro de resonancia magnética nuclear | 24 |
| Figura 19 | Síntesis del ácido bisamico | 29 |
| Figura 20 | Síntesis de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 29 |
| Figura 21 | Espectro infrarrojo del ácido bisamico | 34 |
| Figura 22 | Espectro infrarrojo de la 4,4'-Bismaleimidobenzidina | 34 |
| Figura 23 | Espectro de masas de la 4,4'-Bismaleimidobenzidina | 35 |

| | | |
|------------------|--|----|
| Figura 24 | Espectro RMN- ¹ H de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 35 |
| Figura 25 | Espectro RMN- ¹³ C de la 4,4'-bismaleimidobenzidina | 36 |
| Figura 26 | Ruta 1 de fragmentación, iniciación por un anillo | 43 |
| Figura 27 | Ruta 1 de fragmentación, iniciación por ambos anillos | 44 |
| Figura 28 | Ruta 2 de fragmentación, iniciación por un anillo | 44 |
| Figura 29 | Ruta 2 de fragmentación, iniciación por ambos anillos | 45 |
| Figura 30 | Ruta 3 de fragmentación | 45 |