

PRÁCTICA 6. QUÍMICA VERDE

SÍNTESIS DE PIRROLES TÉCNICA QUÍMICA VERDE. OBTENCIÓN DEL 1-FENIL-2,5-DIMETILPIRROL

OBJETIVOS.

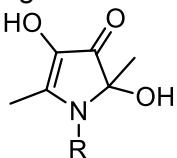
- Ilustrar la reacción de Paal-Knorr.
- Obtener el 1-fenil-2,5-dimetilpirrol a través de una reacción de condensación entre la 2,5-hexanodiona y la anilina.

PALABRAS CLAVE: Pirroles, Compuestos 1,4-dicarbonílicos, Reacciones de Paal-Knorr y Maillard.

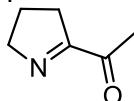
INFORMACIÓN.

Los compuestos 1,4-dicarbonílicos se ciclizan con facilidad para formar anillos heterocíclicos de 5 miembros con 1 heteroátomo, por medio de la reacción de Paal-Knorr. Así la reacción de la acetonilacetona (2,5-hexanodiona) con anilina (o derivados de la misma) en presencia de un catalizador ácido, forma el 1-fenil-2,5-dimetilpirrol correspondiente.

Los derivados de pirrolinona se forman por medio de la reacción de aminas primarias con la 1-desoxiglucosidulosa (producto de degradación del azúcar).

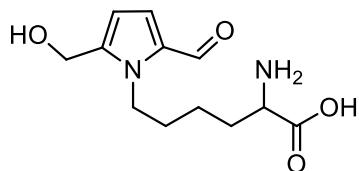
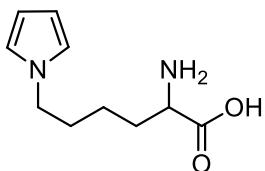


Uno de los compuestos responsables del sabor en la costra del pan blanco es la 2-acetil-1-pirrolina. Es la responsable del aroma a palomitas de maíz y de la carne cocida.

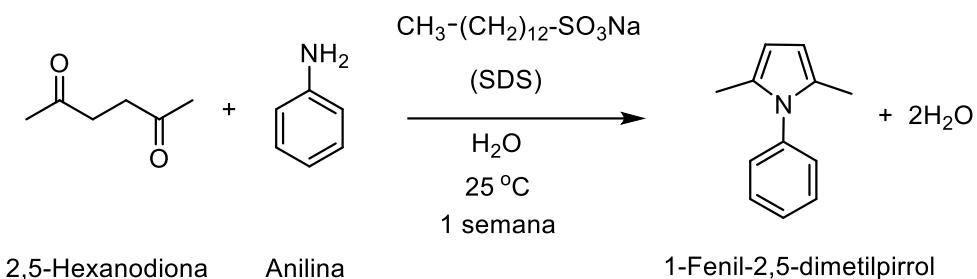


2-acetil-1-pirrolina

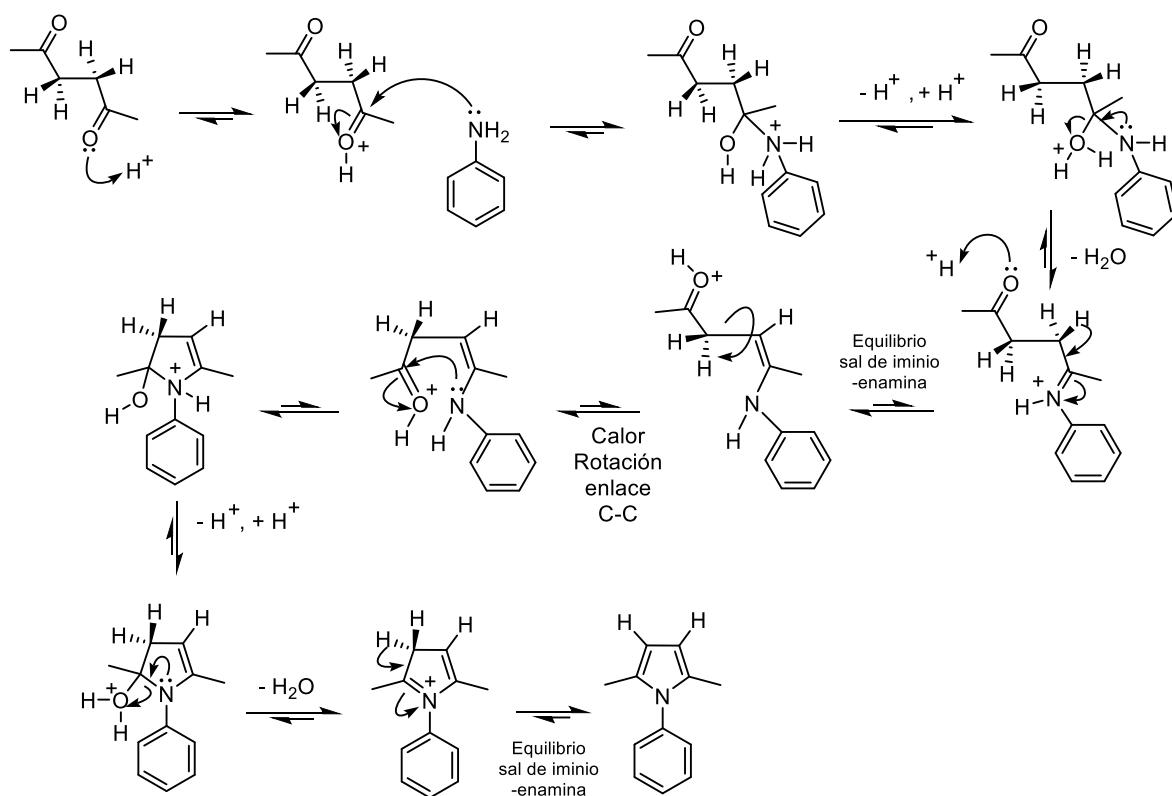
Se han realizado estudios experimentales que describen la formación de ϵ -(2-formil-5-hidroximetil-pirrol-1-il)-L-norleucina, en la reacción de Maillard entre la L-lisina y la D-glucosa. En las mieles, durante la tercera etapa de la reacción de Maillard los compuestos dicarbonílicos reaccionan con grupos amino o guanidino de las proteínas para formar productos finales de glicación avanzada (AGE). Derivados de lisina con un resto pirrol como la pirralina y la N- ϵ -pirrolilnorleucina se forman durante la reacción de 3-desoxiosonas y compuestos amino.



REACCIÓN.



MECANISMO DE REACCIÓN.



MATERIAL

Frasco vial de 10 mL con tapa, ámbar	1	Parrilla con agitación magnética	
Agitador de vidrio	1	Pinzas de 3 dedos con nuez	1
Barra de agitación magnética	1	Pipeta de 1 mL	1
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta de 25 mL	2
Espátula	1	Recipiente de peltre	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Vaso de precipitados de 30 mL	1
Matraz Kitasato de 50 mL con manguera	1	Vidrio de reloj	2

REACTIVOS	CANTIDAD
Acetonilacetona (2,5-hexanodiona) (QP)	0.50 mL.
Agua destilada	25.00 mL
Anilina recién destilada (QP)	0.39 mL
Dodecilsulfato de sodio (SDS) (QP)	0.03 g
Etanol (QP)	5.00 mL

PROCEDIMIENTO.

En un frasco vial de 10 mL disolver 0.03 g (0.1 mmol) de dodecilsulfato de sodio (SDS), en 4 mL de agua destilada, adicionar con agitación 0.39 mL (0.396 g, 4.25 mmol) de anilina y 0.50 mL (0.485 g, 4.25 mmol) de 2,5-hexanodiona. Dejar la mezcla de reacción en reposo, a temperatura ambiente hasta la siguiente sesión.

La mezcla de reacción se vierte en un matraz Erlenmeyer que contenga 10 mL de agua destilada y se enfriá en un baño de hielo. El producto se aísla por filtración al vacío y se lava con 3 porciones de 3 mL de agua destilada fría. El producto se purifica por recristalización por par de disolventes etanol-agua, se filtra al vacío y se deja secar, se pesa y se determina punto de fusión (el punto de fusión reportado es de 50-51°C).

INVESTIGACIÓN PREVIA.

- 1) Métodos generales de obtención de pirroles.
- 2) Fundamento químico y mecanismo de la reacción de Paal-Knorr.
- 3) Derivados del pirrol con importancia en alimentos.

BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Práctica propuesta y optimizada por Juan Gómez Dueñas, Martha Menes Arzate y Fernando León Cedeño.
- 2) Gómez, J.; Salazar, R.; Villalva, N. P.; León, F.; Santos, E.; *XIII Congreso Nacional de Educación Química*, del 22 al 25 de noviembre de 1993, en Cancún, Quintana Roo, México. Resumen: 87.
- 3) Dueñas, J. G.; Santos, E. S.; León, F. C.; *Memorias del IX Simposio de Estudiantes de Posgrado en Química Fernando Romo*, págs. 24-30, 16 y 17 de noviembre (**1995**).
- 4) Al-Awar, R.; Wahl, G; *J. Chem. Educ.*, **1990**, 67, 265-266.
- 5) Shaw, D.; Wood, W.; *J. Chem. Educ.*, **1992**, 69, A313.
- 6) Veisi, H.; Azadbakht, R.; Ezadifar, M.; Hemmati, S.; *J. Heterocycl. Chem.*, 2013, **50**, E241.
- 7) Acheson, R. M.; *Química Heterocíclica*, págs. 120-121, Ed. Publicaciones Cultural, México, 1981.
- 8) Paquette, L. A.; *Fundamentos de Química Heterocíclica*, págs. 119-120, Ed. Limusa, México, 1987.
- 9) Henle, T.; Bachmann, A. *Z Lebensm Unters Forsch.*, **1996**, 202, 72 - 74.
- 10) Hellwig, M.; Henle, T. *Eur. Food. Res. Technol.*, **2010**, 230, 903 - 914.
- 11) Hellwig, M.; Henle, T. *Eur Food Res. Technol.*, **2012**, 235, 99 - 106.
- 12) García-Ortega, H. *Química Heterocíclica Aromática*. Primera aproximación, 3. Ed. Universidad Nacional Autónoma de México, 2016. Primera edición, 3.

