

## SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y CRISTALOGRÁFICA DEL N-FUROIL-O-ETIL-S-METILCARBONIMIDOTIOATO

J. Rodríguez<sup>a</sup>, R. Pomés<sup>b</sup>, H. Márquez<sup>c</sup>, G. Aguero<sup>c</sup>, A. M. Plutín<sup>c</sup>

<sup>a</sup> Centro de Investigaciones para la Industria Minero-Metalúrgica (CIPIMM)

<sup>b</sup> Albert Schweitzer International University, Geneve, Switzerland

<sup>c</sup> Facultad de Química, Universidad de la Habana, Cuba

### RESUMEN

En este trabajo se reporta la síntesis del N-furoil-O-etil-S-metilcarbonimidotioato, así como su caracterización usando IR, RMN-<sup>1</sup>H y RMN-<sup>13</sup>C; además se caracterizó cristalográficamente obteniendo los siguientes resultados: a = 9.695 (4) b = 14.011 (5) c = 8.406 (6) Å;  $\alpha = 90.74$  (5)  $\beta = 95.79$  (5)  $\gamma = 77.20$  (3) ° y grupo espacial P-1.

### PALABRAS CLAVES

N-furoil-O-etil-S-metilcarbonimidotioato, Difracción de Rayos-X, Caracterización Cristalográfica.

### INTRODUCCIÓN

Los N-furoil-O-alkil-S-metilcarbonimidotioatos son compuestos que utilizados en pequeñas cantidades en baños galvánicos, pueden modificar sustancialmente la forma y estructura de los recubrimientos metálicos obtenidos, produciendo efectos favorables en la calidad del recubrimiento.<sup>1</sup>

En la década del 90 se obtuvieron efectos muy favorables en los depósitos al utilizar mezclas de productos que al reaccionar en el seno del electrolito producen nuevos compuestos que comunican efecto abrillantador y nivelante.<sup>2</sup>

Estos compuestos cuando se combinan con algunos organofosforosos o amidas aumentan su solubilidad en agua y su efectividad como herbicidas<sup>3, 4</sup>. En el presente trabajo se describe la síntesis y caracterización química y cristalográfica del compuesto N-furoil-O-etil-S-metilcarbonimidotioato lo que contribuye a una mejor comprensión de sus propiedades y aplicaciones.

## MATERIALES Y MÉTODOS

La síntesis del compuesto se llevó a cabo en un balón de 50 mL de capacidad, equipado con embudo goteador, condensador de reflujo, tubo de cloruro de calcio y agitación magnética, se adicionan 8 mmol del tiocarbamato correspondiente (disuelto en la mínima cantidad de dimetilformamida) y 8 mmol de carbonato de potasio. Se agita durante 10 ó 15 minutos aproximadamente. A continuación se gotean, con agitación 0.01 mol de sulfato de dimetilo disueltos en dimetilformamida. La mezcla reaccionante se calienta en baño de agua durante 2 horas. Posteriormente se vierte el contenido del balón sobre hielo triturado. El sólido se filtra a presión reducida, separándose los cristales que corresponden al N-furoil-O-etil-S-metilcarbonimidotioato. El producto final se recrystaliza en acetona.

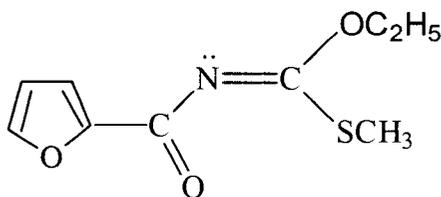


Fig.1. Estructura del N-furoyl-O-ethyl-S-methylcarbonimidetioate

El valor de la temperatura de fusión del producto obtenido se determinó en un equipo de calentamiento por horno Electrothermal modelo 9100, en capilares abiertos y las temperaturas no fueron corregidas. Las mediciones se repitieron dos veces.

El espectro infrarrojo se registró en la región de 400 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  en un espectrofotómetro Bruker Vector 22 con resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$ . La muestra se preparó en pastillas de KBr a temperatura ambiente.

Los espectros de RMN- $^1\text{H}$  y RMN- $^{13}\text{C}$  se registraron mediante un espectrómetro de pulso y transformada de Fourier Bruker AC-250F, a las frecuencias de 250MHz ( $^1\text{H}$ ) y 62.8 MHz ( $^{13}\text{C}$ ). La naturaleza de los átomos de carbono-13 se determinó mediante la técnica de edición espectral DEPT (Distortionless Enhancement by Polarization Transfer)<sup>5</sup> con pulsos protónicos de 135° y 90°. La muestra fue disuelta en  $\text{CDCl}_3$  y se utilizó TMS como referencia interna, respecto al cual se dan los desplazamientos químicos en ppm. Para la interpretación de los espectros de RMN se utilizó el programa de modelación "Advanced Chemistry Development"(ACD/NMR)<sup>6, 7</sup>.

El patrón de difracción de Rayos X fue obtenido usando radiación  $\text{K}\alpha\text{Co}$  ( $\lambda = 1.79026 \text{ \AA}$ ) filtrada con Fe en un difractómetro Philips PW 1710, operado a 30 Kv y 20 mA. El alineamiento del difractómetro fue chequeado usando un standard externo de Silicio del Instituto Nacional de Standard y Tecnología NIST-SRM-640b con parámetro de celda  $a = 5.430940 (35) \text{ \AA}$  a 25 °C. El patrón de polvo fue registrado a 25(1)°C de 6 a 60° (2 $\theta$ ) usando un paso angular de 0.02° y un tiempo de conteo de 5s.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Rend. (%):81, T. f(°C): 118-9

IR (KBr)  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 3115.4 ( $\nu=\text{CH}$ ); 2984.8, 2928.2, 2810.1 ( $\nu\text{CH}$ ); 1630.5 ( $\nu\text{C}=\text{O}$ ); 1522.0 ( $\nu\text{C}=\text{C}$ ), ( $\nu\text{C}=\text{N}$ ); 1464.3 ( $\nu\text{C}=\text{C}$ ), 1390.9 ( $\delta\text{CH}_2$ ); 1228.1. ( $\nu^a\text{C}=\text{O}$ ); 1127.2 ( $\nu^s\text{C}=\text{O}$ ); 1008.0 ( $\nu\text{C}-\text{O}-\text{C}$ ); 844.0, 785.5 ( $\gamma\text{CH}$ ).

RMN- $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ , ppm: 7.58 (1H, m,  $^3\text{J}_{54}=1.7\text{H}_z$ , H5); 7.11 (1H, m,  $^3\text{J}_{34}=3.4\text{H}_z$ , H3); 6.48 (1H,  $^3\text{J}_{43}=3.4\text{H}_z$ ,  $^3\text{J}_{45}=1.7\text{H}_z$ , H4); 4.51 (2H, c,  $\text{OCH}_2$ ); 2.36 (3H, s,  $\text{SCH}_3$ ); 1.42 (3H, t,  $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ).

RMN- $^{13}\text{C}$  ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ , ppm: 173.0 ( $\text{N}=\underline{\text{C}}$ ); 166.5 ( $\text{C}=\text{O}$ ); 150.3 (C2); 146.6 (C5); 118.1 (C3); 111.9 (C4); 66.9 ( $\text{OCH}_2$ ); {14.0 ( $\text{CH}_3$ ), [ $\text{CH}_2\text{CH}_3$ ]; 13.9 ( $\text{CH}_3$ ), [ $\text{SCH}_3$ ]}\*.

\* Asignación intercambiable.

La intensidad y posición de los máximos fueron extraídos por funciones del tipo Pearson VII para los máximos de difracción. Las posiciones de los máximos de difracción fueron entradas en el programa de refinamiento por mínimos cuadrados de la celda unidad LSUCRI<sup>9</sup>. Los parámetros de la celda iniciales para el refinamiento fueron obtenidos de la salida del programa de adjudicación de índices TREOR<sup>10</sup>, obteniendo las siguientes figuras de méritos  $M_{20} = 11$  y  $F_{20} = 12$ .

En la tabla 1. Se reportan los datos de difracción de polvo y en la figura 2. El patrón de difracción de rayos X de polvos del compuesto N-furoil-O-etil-S-metilcarbonimidotioato.

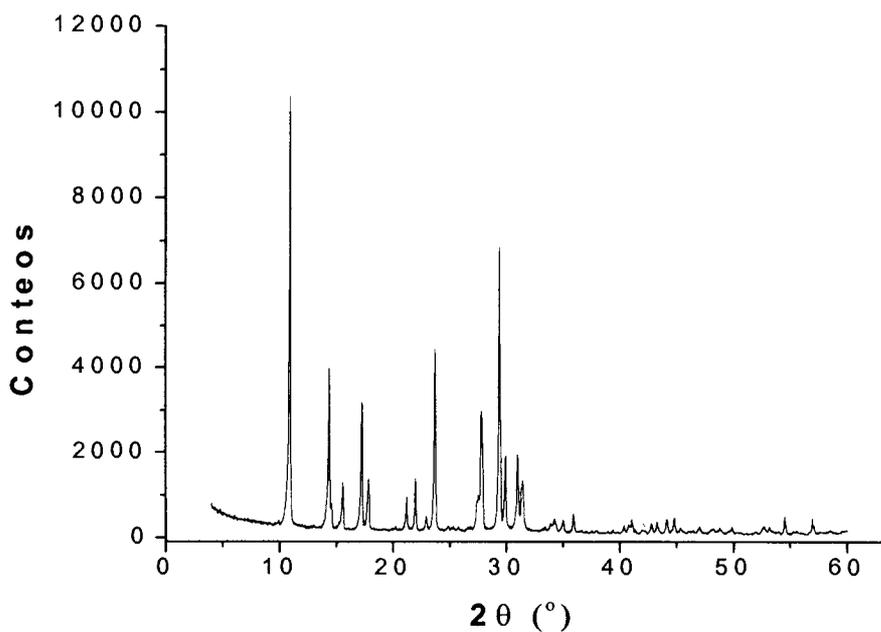


Fig. 2. Patrón de difracción de Rayos X del compuesto N-furoil-O-etil-S-metilcarbonimidotioato.

Tabla 1. Datos de difracción de polvo para el compuesto N-furoil-O-etil-S-metilcarbonimidotoato

Rad K $\alpha$ Co ( $\lambda = 1.79026 \text{ \AA}$ )		filtro Fe	
Sis. Triclinico		Grupo Espacial: P-1	
a = 9.695 (4) b = 14.011 (5) c = 8.406 (6) $\text{\AA}$		V = 1107.8 (8) $\text{\AA}^3$	
$\alpha = 90.74 (5) \beta = 95.79 (5) \gamma = 77.20 (3)$		Z = 2	
hkl	$2\theta_{\text{obs}}(^{\circ})$	$d_{\text{obs}}(\text{\AA})$	I/Io
100	10.968	9.366	100
01-1; 011	14.405	7.139	39
1-10	14.565	7.061	8
10-1	15.581	6.604	13
101	17.255	5.967	31
111	17.821	5.779	13
121	21.222	4.861	9
200	22.001	4.691	13
130	22.920	4.505	5
21-1; 220	23.716	4.356	43
1-30	27.406	3.779	8
1-12	27.528	3.762	9
221	27.833	3.722	29
2-20	29.418	3.525	66
140	29.938	3.465	19
2-2-1	31.018	3.348	19
231	31.409	3.307	13
30-1	34.280	3.038	4
24-1	35.048	2.973	4
330	35.952	2.900	6
02-3	40.393	2.593	3
-2-42	40.829	2.566	3
25-1	41.087	2.551	4
123; 33-2	41.993	2.498	2
1-50	42.272	2.482	2
3-21	42.800	2.453	3
242; 13-3	43.323	2.425	3
41-1; 03-3	44.177	2.380	4
2-32	44.837	2.347	4
213	45.343	2.322	2
421	47.036	2.243	2
41-2; 06-1	48.043	2.199	2
2-50	48.819	2.166	2
2-5-1	49.872	2.123	2
36-1	51.998	2.042	2
024; 3-2-3	52.699	2.017	3
45-1; 204	53.156	2.001	3
2-1-4	54.508	1.955	5
1-3-4; 43-3	56.944	1.878	5

## ABSTRACT

The title compound **N-furoyl-O-ethyl-S-methylcarbonimidetioate** has been investigated by means of X-Ray powder diffraction, IR, RMN-<sup>1</sup>H y RMN-<sup>13</sup>C. This compound is triclinic with unit-cell parameters: a = 9.695 (4) b = 14.011 (5) c = 8.406 (6) Å; α = 90.74 (5) β = 95.79 (5) γ = 77.20 (3) °, space group P-1.

## KEYWORDS

N-furoyl-O-ethyl-S-methylcarbonimidetioate, X-Ray Powder Diffraction and Crystallographic Characterization.

## REFERENCIAS

Machado, T. Tesis de Maestría “Síntesis y Estudio Estructural de N-aciltiocarbamatos -O- alquilsustituidos y algunos de sus derivados S-metilados”; La Habana, 2000.

Halzlebeck, D. A. Modeling of electroplating of a through-hole considering additive effects and convection; J. Electrochem. Soc.; 138, 7, 1991.

Gray R. A. & D. L. Hyzak. Patente 4652296; USA; 1987.

Gray R. A. & D. L. Hyzak. Patente 4652302; USA; 1987.

Braun S. & H. O. Kalinowski. S. Berge 100 and More Basic NMR experiment VCH publishers; New Your; USA; experiment 6.9, 150; 1996.

Advanced Chemistry Development Inc., 133 Richmond ST. West Suite 605, Toronto; ON M5H 2L3 Canada; <sup>13</sup>C: Versión 2.51, 1997.

Advanced Chemistry Development Inc., 133 Richmond ST. West Suite 605, Toronto; ON M5H 2L3 Canada; <sup>1</sup>H: Versión 3.50, 1998.

Pomés, R. “Análisis de fases cuantitativo usando difracción de Rayos - X”, Editorial Quetzatcoal, Mex. 1997, 140.

Garvey, R. “LSUCRI PCUnit Cell Refinement with Indexing for the Personal Computer”, Powder Diffraction (1), 1986, 114-116.

Werner, P. E.; L. Eriksson & M. Westdahl. "TREOR, a semi exhaustive trail-and-error powder indexing program for all symmetrics", J. Appl. Crystallogr., (18), 1985, 367-370.

*Recibido marzo del 2002, aceptado junio del 2002.*

