

FECHA DE DEVOLUCION

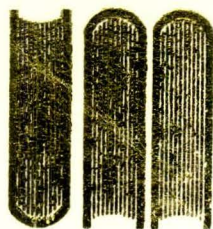
El último sello marca la fecha tope para ser devuelto este libro.

Vencido el plazo, el lector pagará ^{\$40.00} 1.000 peso por cada día que pase. (11-013)

27 NOV. 1987	20 OCT. 1988	
28 ABR. 1987		
29 ABR. 1987		
28 ABR. 1987		
29 ABR. 1987		
22 SET. 1988		
29 SET. 1988		
12 OCT. 1988		

Montantes

UNIVERSIDAD DE MONTERREY
DIVISION DE CIENCIAS NATURALES
Y EXACTAS



UNIVERSIDAD
DE MONTERREY

Clasif.
040.5466
E 825
1982
C.1

folio
801405

Título
SINTESIS Y CARACTERIZACION DE TRES
COMPUESTOS ORGANICOS:

Amarillo Martius, Amarillo Naftol S. y Naranja I

REPORTE DEL PROGRAMA DE
EVALUACION FINAL
QUE PRESENTA

Autos
FRANCISCO ESTRADA AGUAYO

EN OPCION AL TITULO DE
LIC. EN QUIMICA CON ESPECIALIDAD EN
QUIMICA INDUSTRIAL

MONTERREY, N. L.

DICIEMBRE DE 1982

A DIOS NUESTRO SEÑOR

Por haberme permitido llegar al
fin de mi carrera.

A MIS PADRES

Sr. Antonio Estrada Medina
Sra. Esperanza Agúayo de Estrada
en agradecimiento a sus esfuerzos
y apoyos brindados.

A MIS HERMANOS

Consuelo, Teresa, Jesús, Antonio,
Guadalupe, Esperanza y Alejandra
por ser como son.

A MIS COMPAÑEROS Y AMIGOS

Por su valiosa ayuda y amistad
A Mary, con todo mi amor.

Agradezco al Ing. Aureliano García Fernández asesor de mi carrera, a la L.Q.I. Miriam Montante Leal, asesor de este trabajo y a todos mis maestros por sus enseñanzas y consejos.

A la Universidad de Monterrey por su ayuda económica durante mi carrera.

A la Sra. Dolores Morales de Lobo, por la ayuda brindada durante mis estudios.

" Pues el mismo Dios que dijo de
las tinieblas brille la luz, -
ha hecho brillar la luz en - -
nuestros corazones."

I N D I C E

INTRODUCCION	3
MATERIALES Y METODOS	8
RESULTADOS	18
DISCUSION Y CONCLUSIONES	28
RESUMEN	30
BIBLIOGRAFIA	31

INDICE DE ABREVIATURAS Y CLAVES

ac.	ácido
c.p.	cromatografía en papel
P.f.	Punto de fusión
I.R.	Infrarrojo
U.V.	Ultra Violeta
nm	nanómetros
cm	centímetros
mm	milímetros
lt	litros
g	gramos
ml	mililitros
mg	miligramos
min	minutos
hr	horas
b.m.	baño maría
b.v.	baño vapor
V/V	Volúmen sobre Volúmen

I N T R O D U C C I O N

Desde los primeros tiempos hasta épocas comparativamente recientes, todos los colorantes eran de origen natural. De acuerdo con Gettens y Stout (1), era lógico para el hombre prehistórico que deseaba decorar sus implementos o su persona, hacer grabados de su modo de vida o pintar imágenes del mundo, usando materiales con los que tenía contacto a diario.(2).

Una nueva época en la historia de los colorantes empieza en 1856, - cuando William Perkin en Inglaterra, anunció la preparación del primer colorante sintético, que fué el púrpura. Debe, sin embargo, ser reconocido que los colorantes orgánicos sintéticos precedieron a este descubrimiento.

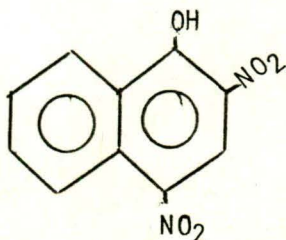
La utilidad de los colorantes es muy variada, así tenemos los que se usan para teñir las fibras naturales y sintéticas, cueros, pieles, papel, sustancias alimenticias y cosméticos.(3), generalmente se fijan a la materia por reacciones químicas proporcionándole color, lo cual es debido a que poseen grupos cromóforos, tales como -

azo, nitro, nitroso, etc.; según el cromóforo que poseen se clasifican como se muestra en la tabla I. Los grupos que hacen posible la fijación permanente a la materia se denominan auxocromos, ejemplo de éstos son: Los grupos amino, oxhidrilo fenólico, carboxilo y sulfónico. (3,4).

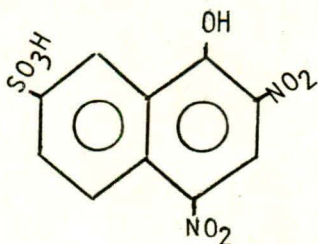
La clasificación de los colorantes según los métodos de teñido se muestra en la tabla II. (3).

El presente trabajo se enfoca a los colorantes de tipo textil, tales como: Amarillo Martius, Amarillo Naftol S, y Naranja I.

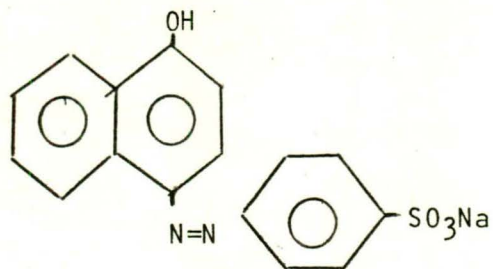
Amarillo Martius (Amarillo Manchester) ó 2,4 dinitro-1-Naftol. Se prepara por nitración del ac. 1-naftol-2,4-disulfónico. Se empleó mucho en otros tiempos para el teñido de la lana, pero actualmente solo se usa como colorante de jabón y de algunos otros cuerpos (5).



Amarillo Naftol S. (Ac. Flaviánico) ó ac. 2,4-dinitro-1-naftol-7-sulfónico. Se prepara por nitración del ac. 1-naftol-2,4,7-trisulfónico. Es un colorante mucho más fijo que los demás. Se emplea para teñir las fibras animales, especialmente la lana y para atribuir tonos diversos a otros colorantes. Generalmente toma un tono parduzco cuando se expone a la luz. También es usado en sustancias alimenticias. (5)



Naranja I ó 4-(4'-sulfofenil azo)-1-naftol. Es un colorante azoico, se prepara copulando el sulfonato de p-bencen diazonio con alfa-naftol. Se utiliza para teñir las fibras.



El objetivo de este trabajo es sintetizar y caracterizar los tres colorantes antes mencionados, partiendo de la materia más accesible.

T A B L A I

CLASIFICACION QUIMICA COLORANTES

C O L O R A N T E	CROMOFORO PRESENTE	PREPARACION
ETILENICOS	-CH = CH-	
NITROSO NITROCOLORANTES	- NO - NO ₂	
DIFENILMETANO	FUCSON - IMINICO	
TRIFENILMETANO	FUCSONICOS FUCSON - IMINICOS	CONDENSACION ALDEHIDOS AROMATICOS - CON ALQUILANILINAS.
AZOICOS	-N = N-	COPULACION DE COMPUESTO DIAZO CON - FENOLES, NAFTOLES Y ENOLES.
XANTENICOS	XANTENICO FUCSONICO	CONDENSACION ANHIDRIDO FTALICO CON FENOLES.
INDIGOIDES	INDIGOIDE	CONDENSACION FENIL OLICINAS SUSTITU- IDAS CON Na NH ₂ .
QUINONICOS	ORTO - QUINONA PARA - QUINONA	
AZINICOS	FENACINA FENOTIACINA FENOXACINA	CONDENSACION OXIDANTE DE PARA-DIAMI- NAS AROMATICAS, DE PARA-AMINO FENO - LES.
ACRIDINICOS	NUCLEO DE ACRIDINA	CONDENSACION DE META-DIAMINAS CON - ALDEIDO FORMICO.
FTALOCIANINAS	ANILLOS PIRROLICOS	A PARTIR DE DINITROFTALICO Y DE SA- LES METALICAS.
AL AZUFRE		

T A B L A II

CLASIFICACION SEGUN METODOS DE TEÑIDO

C O L O R A N T E	C A R A C T E R I S T I C A S	T E Ñ I D O
ACIDOS	Presentan uno o varios grupos sulfónicos.	Lana, Nylon, seda, alimentos.
BASICOS		
DIRECTOS	Tiñen al algodón directamente.	Algodón, lino, rayón.
AL MORDIENTE	Forman complejos de coordinación con metales.	Lana. algodón.
A LA TINA	Insolubles	Pieles, orlón.
PIGMENTOS	Insolubles medio donde se usan.	Pintura, plásticos.
AL AZUFRE	Insolubles.	
RELATIVOS DIRECTOS	Forman verdaderos enlaces químicos con la celulosa.	Seda, orlón, pieles.
SOLUBILIZANTES ELIMINABLES	Una vez fijados se descomponen y se transforman en colorante insoluble.	Algodón, Rayón.
MISOLUBLES SOBRE FIBRA		Algodón.

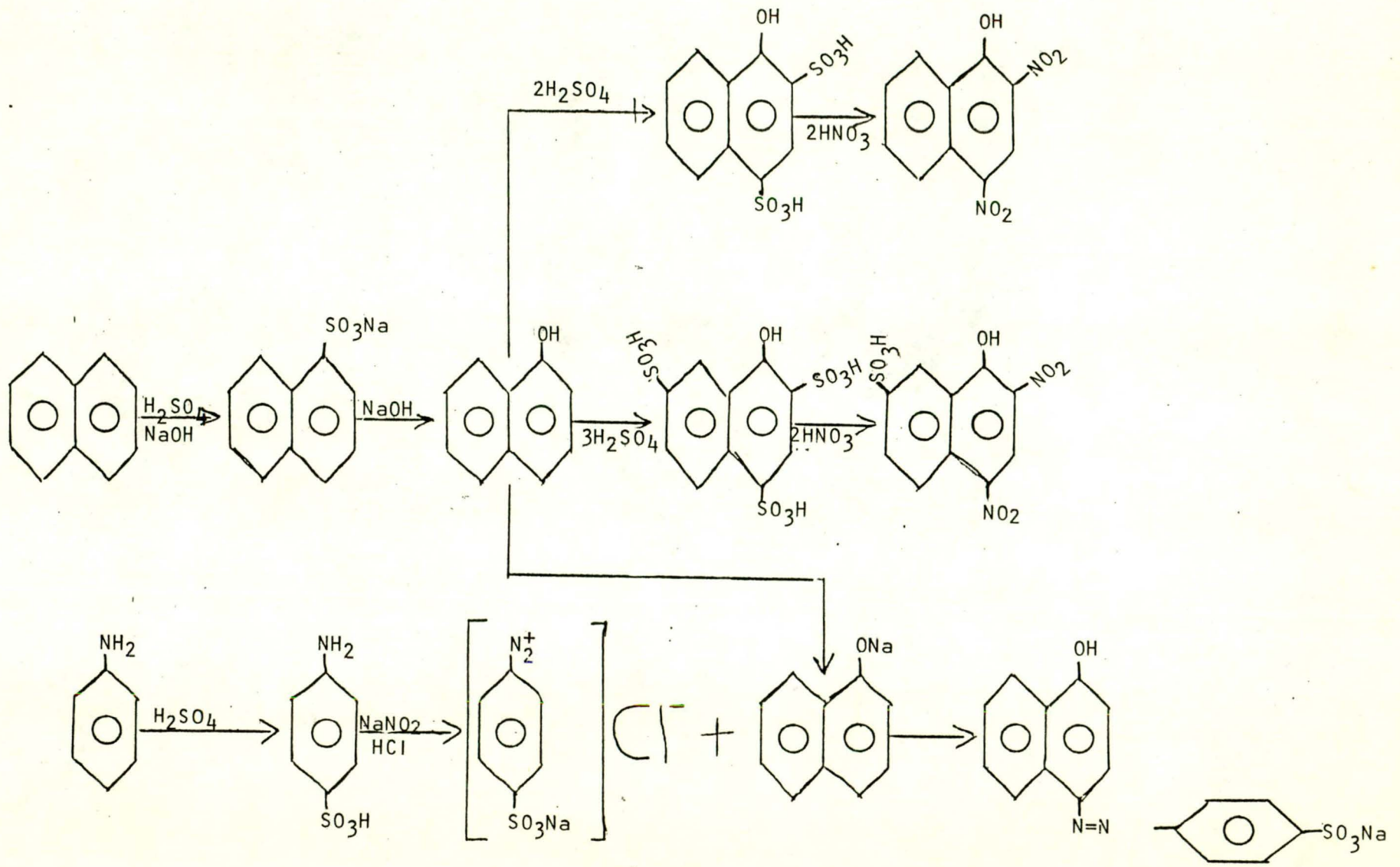
M A T E R I A L E S Y M E T O D O S

Para la realización de este trabajo, la materia prima que se empleó fué el Naftaleno y la Anilina.

El estudio de la síntesis de los compuestos se llevó a cabo durante los meses de agosto a noviembre del año de 1982, en el Laboratorio de Síntesis Orgánica de la División de Ciencias Naturales y Exactas de la Universidad de Monterrey.

1).- METODOS DE PREPARACION.-

A partir del naftaleno por sulfonación seguida de neutralización y fusión con sosa se obtiene alfa-naftol compuesto a partir del cual se obtienen los tres colorantes de la siguiente manera: - por sulfonación y nitración nos da Amarillo Martius y Amarillo Naftol S., por copulación con la sal de diazonio del ac.sulfanílico se obtiene el Naranja I.



Preparación de alfa-naftalen sulfonato de sodio

En un matraz balón de 250 ml. de tres bocas, se colocan 50 g, de naftaleno finamente pulverizado. En las bocas laterales se coloca un termómetro y un embudo de separación conteniendo 35 ml. de ac. sulfúrico concentrado. En la boca central se coloca un agitador mecánico.

En un baño de aceite se calienta el naftaleno manteniendo la temperatura en un rango de 90° - 100° C.. Se inicia la agitación, se añade gota a gota el ac. sulfúrico concentrado. Se continúa la agitación ocasionalmente durante cuatro horas, tiempo durante el cual se mantendrá la temperatura dentro del rango de 90° - 100° C.

Una vez terminada la reacción, se vierte la solución sobre 400 g. de hielo picado. Ya cristalizado el ac. alfa-naftalensulfónico se purifica calentando la solución* y se agrega una pizca de carbón animal, se filtra por succión. La solución cristalina se neutraliza con hidróxido de sodio al 30%. Para precipitar la sal, se hierve la solución y se satura con cloruro de sodio para que éste se disuelva en el agua de la solución y así desplace a la sal que se desea obtener.

Una prueba para detectar que se ha saturado la solución es sacar el agitador y dejarlo enfriar: si se forman cristales en la superficie de éste, se da por terminada la reacción. Se deja reposar la solución.

Se recrystaliza el precipitado usando esta vez 15 g. de cloruro de sodio. (6,7,8,9).

* Para eliminar el naftaleno se calienta la solución del ac. alfa-naftalensulfónico y debido a que el naftaleno es fácilmente sublimable se recoge en vidrio de reloj.

Preparación de alfa-naftol

150 g. de sosa cáustica con 50 cm³ de agua se ponen en un crisol - - de cobre y se calienta a fuego directo hasta 280°. Se agita con - - termómetro de unos 15 cm. de largo, protegido por una vaina de cobre o de vidrio. Para que pase mejor el calor, se llena la vaina con -- 1 cm³ de aceite (deben usarse gafas protectoras y guantes). En el - líquido claro que resulta, se va añadiendo en porciones y removiendo bien 50g. de alfa naftalen sulfonato de sodio, cuidando de que la temperatura nunca baje a menos de 260° y haciéndola subir enseguida a - 280°. Después se eleva hasta 300° y la masa que se ha ido espesan- - do desprende vapor de agua, hinchándose y se convierte en una ma- sa mucilaginosa de color amarillo claro. Al final se mantiene la -- temperatura, durante 10 min., a 310°-320° y entonces la masa fundida da mucha espuma y vuelve a ponerse líquida, tomando color pardo. -- Cuando ésto ocurra, se deja enfriar.

Para separar el líquido que se ha solidificado, se vierte el crisol sobre un plato poroso y se calienta el fono y las paredes con el me chero. Casi siempre se puede separar, mediante un golpe, la capa de naftolato sódico, especialmente ligera, de la capa de sulfito só -- dico. El naftolato sódico se tritura y se disuelve en la menor can- tidad posible de agua caliente. Se acidula con clorhídrico y des- - pués de enfriar se enjuagan los cristales.

El precipitado se lleva a un matraz erlenmeyer conteniendo 150 ml. - de agua helada, se disuelve el alfa naftol con hidróxido de sodio al 30% y una vez disuelto se agregan 0.5g. de sulfato de sodio. Se eli minan las impurezas por filtración y se precipitan con ac. acético. Se calienta por 5 min., se deja enfriar y se filtra. (6,7,10).

Preparación del Amarillo Martius

En un matraz erlenmeyer de 125 ml., se colocan 5g. de alfa naftol finamente pulverizado (P.f.95°- 96°C.)*. Se añaden 10 ml. de ac. - sulfúrico concentrado y se calienta la mezcla con agitación en - un b.v. por espacio de 5 min.. Al cabo de este tiempo el sólido ya debe estar disuelto y recobrado su color inicial. Se enfría en ba- ño de hielo y se agregan 25 ml. de agua hasta alcanzar la tempera- tura de 15°C.. A esta solución se incorporan 6 ml. de ac.nítri- - co en porciones de 0.5 ml. utilizando para este propósito una bure- ta.

Durante esta reacción de nitración, se mantiene una temperatura de 15°- 20°C., para lo cual se necesita un baño de hielo-sal. Una vez terminada la reacción exotérmica (1-2 min), se calienta la mez- -- cla lentamente a 50°C. por un min. El producto de nitración debe - separarse como una pasta amarilla y dura. Una vez ocurrido ésto, - se aplica de lleno el calor del b.v. por un minuto, se llena el ma- traz con agua y se agita vigorosamente para homogenizar la mez- -- cla, se filtra y lava con agua helada. Se cristaliza con metanol - (7,9,10).

* En caso de no coincidir con el P.f. reportado, se destila a - - presión atmosférica.

Obtención de Amarillo Naftol S.

En un matraz erlenmeyer de 50 ml. se colocan 20 ml. de ac.sulfúrico fumante (25% S₀), se agregan 5g. de alfa naftol finamente pulverizado los cuales se añaden en porciones de 1g. La mezcla se calienta en baño de aceite a temperatura de 125°C. por espacio de 1 hora y media. Para verificar si todo el naftol ha reaccionado se toma una pequeña muestra y se mezcla con 10 ml. de ac.nítrico concentrado y se calienta casi hasta ebullición. Si la solución amarilla no se enturbia al enfriarse ni precipita, se procede a la nitración, si no, se calienta por media hora más.

La mezcla se vierte lentamente y se agita, en 50g. de hielo picado. Se filtra la solución parda. En un vaso de precipitado de 250 ml. se colocan 4 ml. de ac. nítrico concentrado, se añaden 1.5 ml. de agua y se enfría en baño de hielo esta solución. A continuación se añade lentamente la solución del ac.alfa naftol trisulfónico, se debe mantener la temperatura en un rango de 30-35°C., después de 2 min., se añaden lentamente 4 ml. de ac.nítrico concentrado y se agita. Al cabo de 6 min. se retira el baño de hielo y se mantiene a temperatura ambiente por espacio de 15 min. Se calienta la solución a 50°C. por 15 min.

Al pasar 12 hrs. de reposo a la temperatura ambiente se filtra y recristaliza con ac. clorhídrico y butanol. Se seca sobre papel filtro y en un desecador al vacío conteniendo hidróxido de sodio y ac. sulfúrico concentrado.(7,11).

Preparación del Acido Sulfanílico

En un matraz balón de 250 ml., se vierten 25 ml. de anilina recién destilada, además se agregan 40 ml. de ac. sulfúrico concentrado - en porciones de 5 ml. (precaución: Reacción exotérmica).

Se calienta la mezcla en baño de aceite a 180° - 190° C., durante - - 5 hrs. Al finalizar este período de reacción se toma una alícuo -- ta pequeña, se diluye en agua y se alcaniliza con sosa al 30%. Si no muestra presencia de gotas oleosas a anilina, se prosigue con - la reacción y si ésto ocurre, se calienta 1 hr. más.

Se deja enfriar la mezcla un poco, después, se vierte sobre 100g.- de hielo picado y 150 ml. de agua contenidos en un vaso de precipi tado de 600 ml. Se deja reposar el precipitado 3 hrs., "no más", - se filtra y se lava con tres porciones de 25 ml. de agua helada.

Se colocan los cristales en un matraz erlenmeyer de 1000 ml. conte niendo 400 ml. de agua caliente, si nó se disuelven, se agregan - - 150 ml. más de agua. A continuación se calienta a ebullición y - - se agrega una pizca de carbón animal, se agita y se filtra con dos hojas de papel filtro.

Se deja reposar por una noche, "no más". Se filtran y se recogen los cristales, se secan a b.m., se tratan las aguas madres. (7, 8,- 9).

Preparación del Naranja I

Una mezcla de 10.5 g. de ac. sulfanílico, 26.5 g. de carbonato de sodio anhidro y 50 ml. de agua, se calientan y se agitan hasta que se disuelva todo el ac. sulfanílico y la disolución se enfría después en baño de hielo a 15°C. Se añade una disolución de 3.7g. de nitrito de sodio en 10 ml. de agua y la solución resultante se vierte de una vez sobre una mezcla de 10.6 ml. de ac. clorhídrico concentrado y 60 g. de hielo picado contenidos en un vaso de precipitado de 200 ml. de capacidad. Esta disolución se abandona en un baño de hielo mientras se prepara la disolución de naftolato, la cual se prepara como sigue: 7.2 g. de alfa naftol finamente pulverizado (P.f. = 95-96°C.) se disuelven, en la solución obtenida disolviendo 11 g. de sosa con 60 ml. de agua. La solución de naftolato se enfría a 25°C. y se añaden 40 g. de hielo picado sobre ella. Se incorporan entonces, la sal de diazonio (durante la copulación se requiere una temperatura baja para evitar la formación de compuestos diazo).

La mezcla se agita bien y se deja en reposo durante una hora.

Después se calienta y a la vez se agregan 40 g. de cloruro de sodio en porciones de 5 g. Se deja enfriar y se filtra. Se cristaliza con metanol. (7,9,12).

2).- METODOS DE PURIFICACION.

2.1).- Purificación con carbón activado.

Los compuestos se disuelven y se les agrega carbón activado, se calientan de 2-4 min. y se filtran.

El carbón activado tiene la propiedad de atraer impurezas, clarificando la solución. (13).

2.2).- Cristalización.

Se dejan evaporar lentamente las soluciones, formándose de este modo, cristales de gran tamaño. (7,8).

Para cristalizar el alfa naftalen sulfonato de sodio, se disuel - ve en agua caliente y se satura con cloruro de sodio, se evapora - a la mitad y se deja enfriar a temperatura ambiente, formándose - cristales color nácar. Se corre cromatografía éter-agua (V/V) - - (9.5:0.5).

Para el alfa naftol se disuelve en sosa al 40% y se precipita con ac. acético. El color del alfa naftol es polvo rosa, se corre cromatografía en un sistema agua-metanol (V/V) (8:2) R.f.= 0.3.

Amarillo Martius, se recristaliza con metanol y se evapora, se deja enfriar a temperatura ambiente, se forman agujas color amari - llo naranja. Se corre cromatografía en un sistema agua-acetona - (V/V) (4:1) R.f.= 0.45.

Amarillo Naftol S., se recristaliza con agua, butanol y ac.clorhí - drico (V/V) (2,2,6) se evapora y se enfría a temperatura ambiente, se forman agujas de color amarillo canario. Se corre cromatogra - fía en un sistema butanol-ac. clorhídrico (V/V) (2:8) R.f.= 0.6.

Ac.sulfanílico. Se disuelve en agua caliente y se hierve la solu - ción por 5 min. Se deja enfriar y precipitan cristales en forma - de tablas rómbicas color blanco.

Naranja I. Se disuelve en metanol y se evapora $1/8$ del volúmen original, se forma polvo morado obscuro y se corre cromatografía en un sistema hexano-metanol (V/V) (7:3) R.f. = 0.35.

Todas las cromatografías se corrieron con el fin de verificar la pureza de los compuestos. Se corrieron en cromatografía de papel, se utilizó papel filtro Whatman # 1. (14).

3).- METODOS DE CARACTERIZACION.

Para la caracterización de los compuestos obtenidos se utilizaron los siguientes métodos:

- 3.1).- Métodos de espectros ultravioleta. Se utilizó un aparato Beckman DB-GT.
- 3.2).- Métodos de espectros infrarrojo .
- 3.3).- Métodos físicos como punto de fusión. Se utilizó un aparato Mel-Temp, 50/60 cycles, 110-120 Volts.

R E S U L T A D O S

Los resultados de los tres colorantes sintetizados se describen -
a continuación.

Rendimientos Obtenidos

	Por ciento	gramos
A) Amarillo Martius		
Estequiométrico	100.00%	8.73 g.
Bibliográfico	88.50%	7.70 g.
Experimental	60.00%	5.20 g.
B) Amarillo Naftol S.		
Estequiométrico	100.00%	11.70 g.
Bibliográfico	71.00%	8.31 g.
Experimental	60.00%	6.99 g.

	por ciento	gramos
C) Naranja I		
Estequiométrico	100.00%	20.57 g.
Bibliográfico		
Experimental	61.00%	12.55 g.

En la tabla III se muestran los P.f. teórico y experimental así como su solubilidad y el R.f. experimental, el cual se saca con el procedimiento antes mencionado, así como también su color y forma de cristales.

En la figura I se muestra el espectro ultravioleta del Amarillo - Martius, la longitud de onda máxima experimental fué 256 nm.

En la figura II se muestra el espectro ultravioleta del Amarillo Naftol S., la longitud de onda máxima experimental fué 435nm, - 397nm.

En la figura III se muestra el espectro ultravioleta de Naranja I, la longitud de onda máxima experimental fué 201nm.

El espectro del Amarillo Martius se muestra en la figura IV y sus bandas características son:

- a).- Alargamiento N-O asimétrico, 1650, 1610 cm^{-1}
- b).- Alargamiento N-O simétrico, 1310 cm^{-1}
- c).- Alargamiento C-N, 840 cm^{-1}
- d).- Alargamiento O-H, 3500 - 3000 cm^{-1}
- e).- Alargamiento C-C anular, 1572, 1530, 1440, 1410 cm^{-1}
- f).- Flexión C-H fuera del plano, 800, 770, 760 cm^{-1}

El Amarillo Naftol S. Tiene su espectro I.R. el cual se muestra - en la figura V y sus bandas características son:

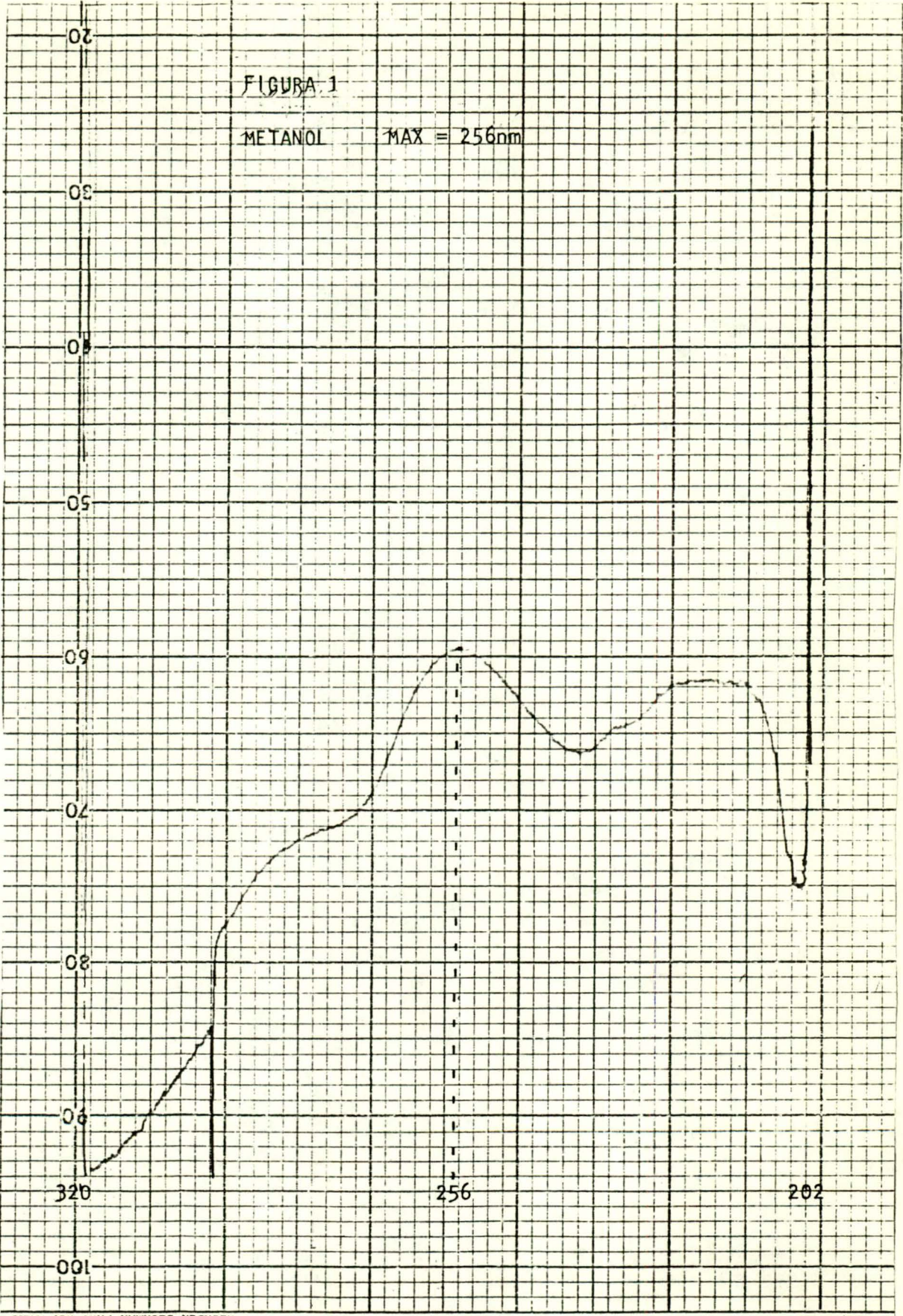
- a).- Alargamiento N-O asimétrico, 1650, 1610 cm^{-1}
- b).- Alargamiento N-O simétrico, 1330 cm^{-1}
- c).- Alargamiento S(=O)₂ asimétrico, 1351 cm^{-1}
- d).- Alargamiento S(-O)₂ simétrico, 1090, 1035 cm^{-1}
- e).- Alargamiento S-O-H, 940, 810, 700 cm^{-1}
- f).- Flexión C-H fuera del plano, 1465, 1420 cm^{-1}
- g).- Alargamiento C-C anular, 1550, 1540 cm^{-1}
- h).- Alargamiento C-O, 1250, 1175 cm^{-1}
- i).- Banda ancha O-H, 3500-3100 cm^{-1}

En la figura VI se observa el espectro I.R. del Naranja I cuyas - bandas características son:

- a).- Alargamiento O-H, hidrógeno enlazado intermolecular, - - - -
3500 - 3300 cm^{-1}
- b).- Bandas sobretona, 2000 - 1700 cm^{-1}
- c).- Flexión O-H en el plano, 1340 - 1310 cm^{-1}
- d).- Alargamiento C-O, 1230 - 1180 cm^{-1}
- e).- Flexión C-H fuera del plano 770 cm^{-1}
- f).- Flexión O-H fuera del plano 700 cm^{-1}
- g).- Alargamiento N=N aromático 1610, 1540 cm^{-1}
- h).- Alargamiento N=N asimétrico 1380, 1435 cm^{-1}
- i).- Alargamiento S(=O)₂ simétrico 1140 cm^{-1}
- j).- Alargamiento S-O-Na 1050 cm^{-1}

T A B L A III

N O M B R E	P.f. TEORICO	PF EXPERIMENTAL	COLOR Y FORMA CRISTALES	SOLUBILIDAD	R.f. EXPERIMENTAL
Amarillo Martius	130°C	136° - 137°C.	Agujas Gruesas Amarillo Naranja	Etanol, Metanol Acetona, Eter.	Agua - Acetona 4:1 (V/V) = 0.45
Amarillo Naftol S.	100	127 - 128°C.	Agujas Finas Amarillo Canario	Agua, Etanol HCl - Agua HCl - Butanol	Butanol-Agua ac.clorhídrico 2:2:6 (V/V) = 0.60
Naranja I			Polvo Morado Obscuro	Agua, Etanol Acetona, Alkali	Hexano-Metanol 7:3 (V/V) = 0.35



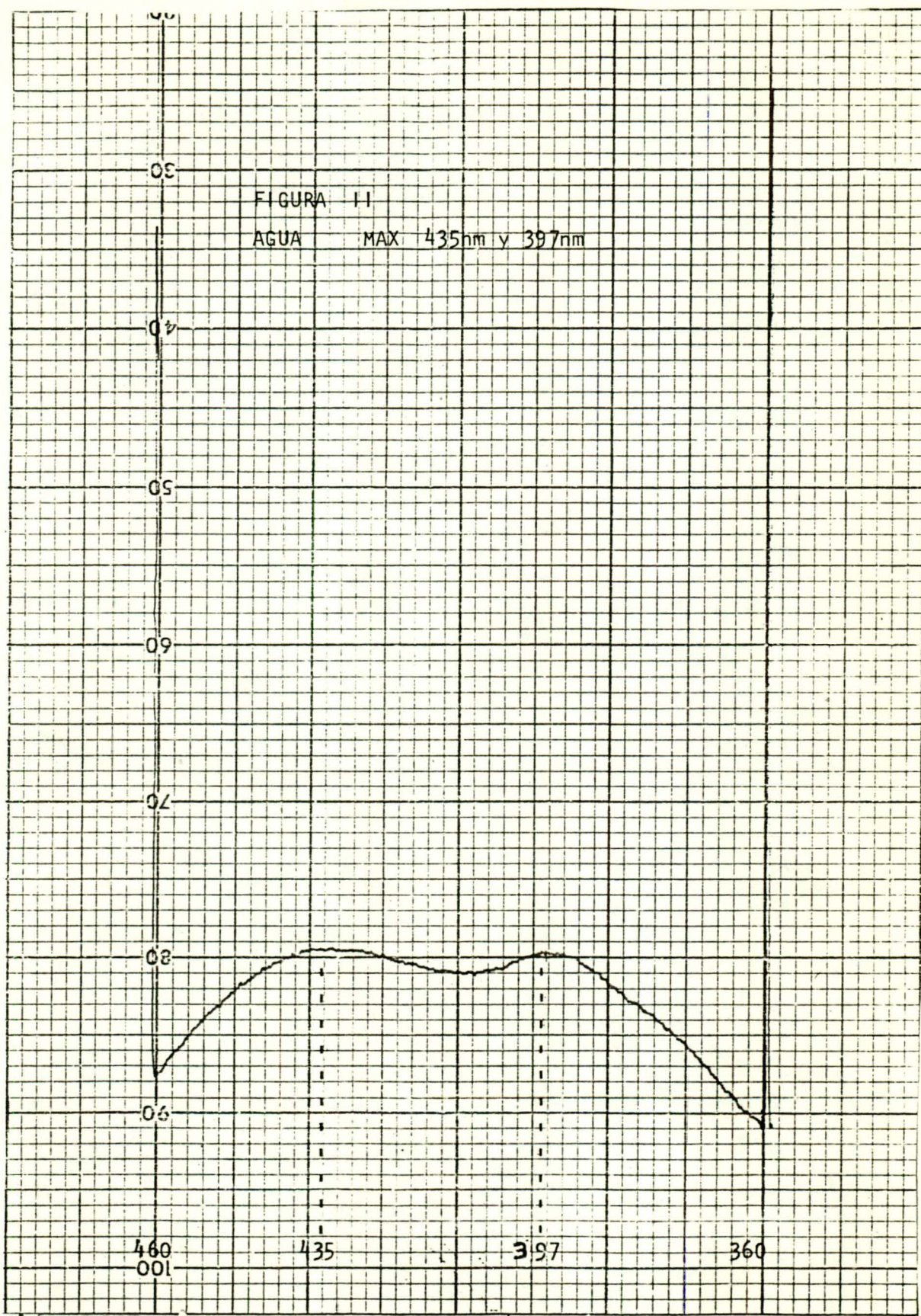
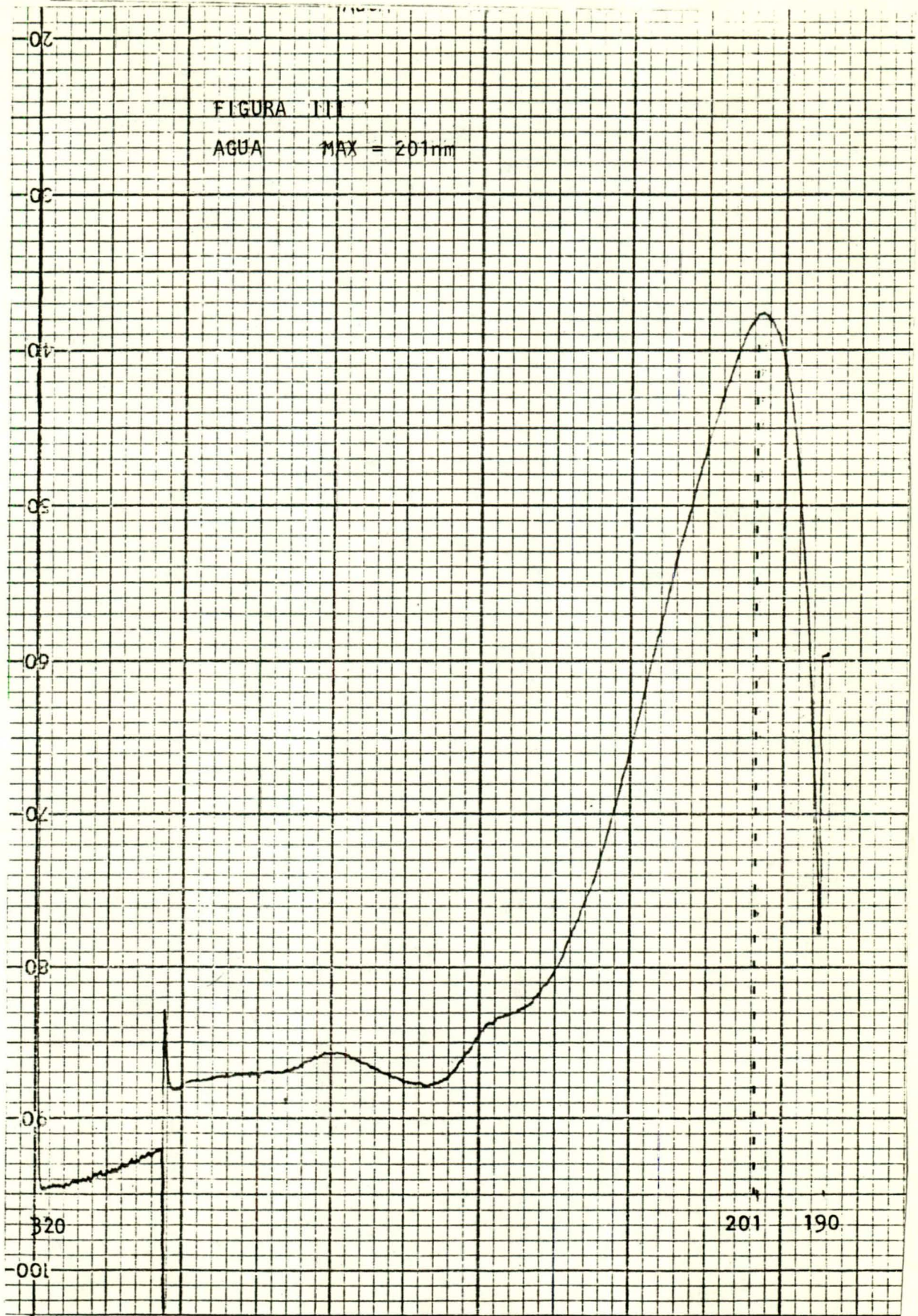
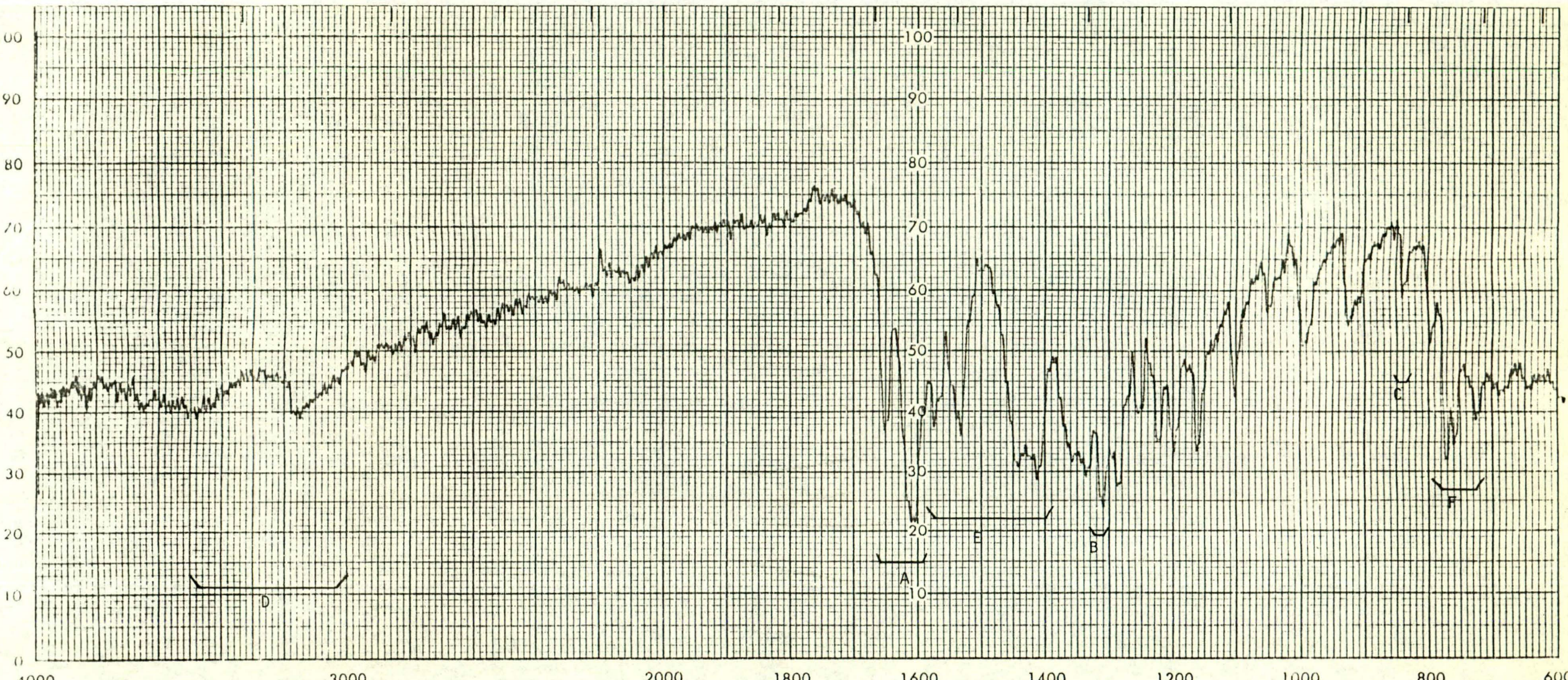


FIGURA III
AGUA MAX = 201nm



WAVELENGTH IN MICRONS

2.5 3 3.5 4 4.5 5 5.5 6 6.5 7 7.5 8 9 10 11 12 14 16



WHEN REORDERING SPECIFY CHART NO. 106568

2-79

WAVENUMBER CM⁻¹

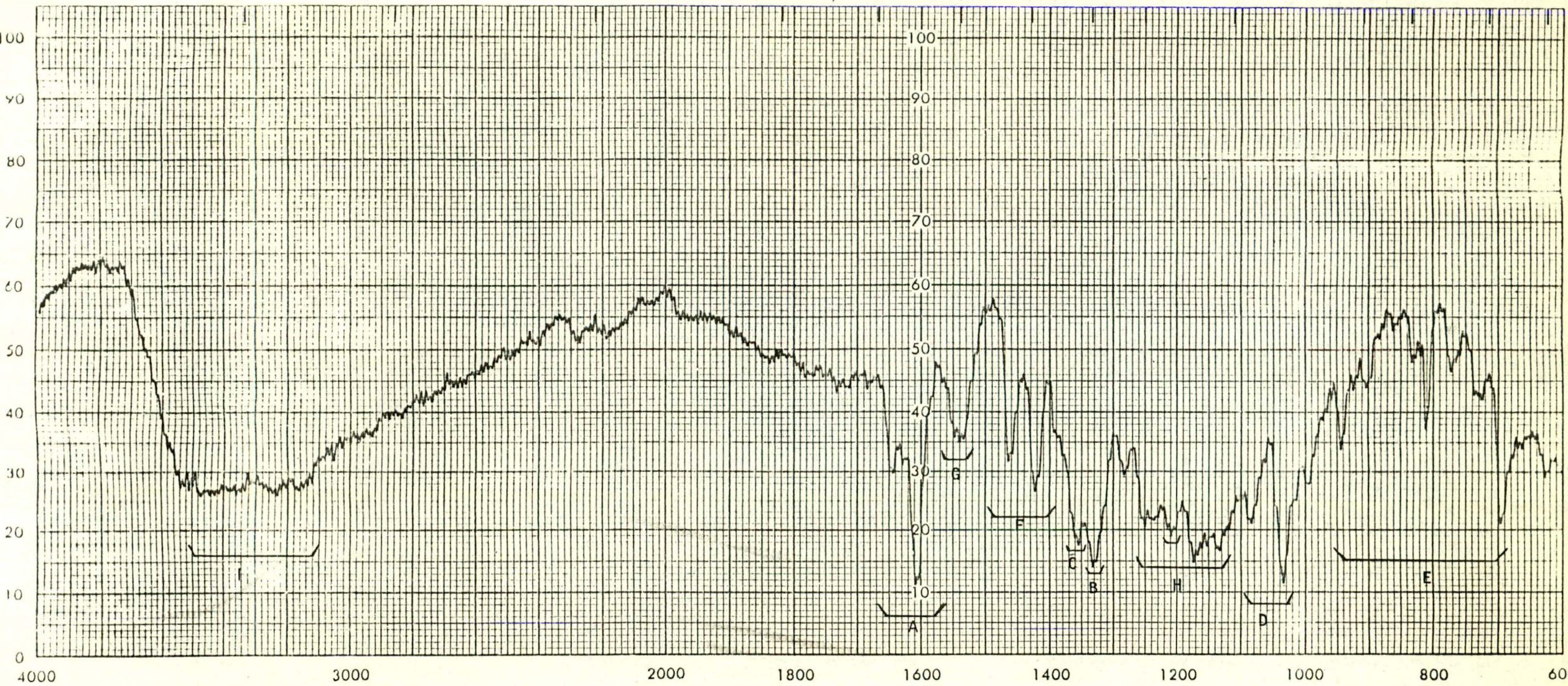
BECKMAN INSTRUMENTS INC., FULLERTON, CALIFORNIA, U.S.A.

PRINTED IN U.S.

FIGURA IV

WAVELENGTH IN MICRONS

2.5 3 3.5 4 4.5 5 5.5 6 6.5 7 7.5 8 9 10 11 12 14 16



WHEN REORDERING SPECIFY CHART NO. 106568

2-79

WAVENUMBER CM⁻¹

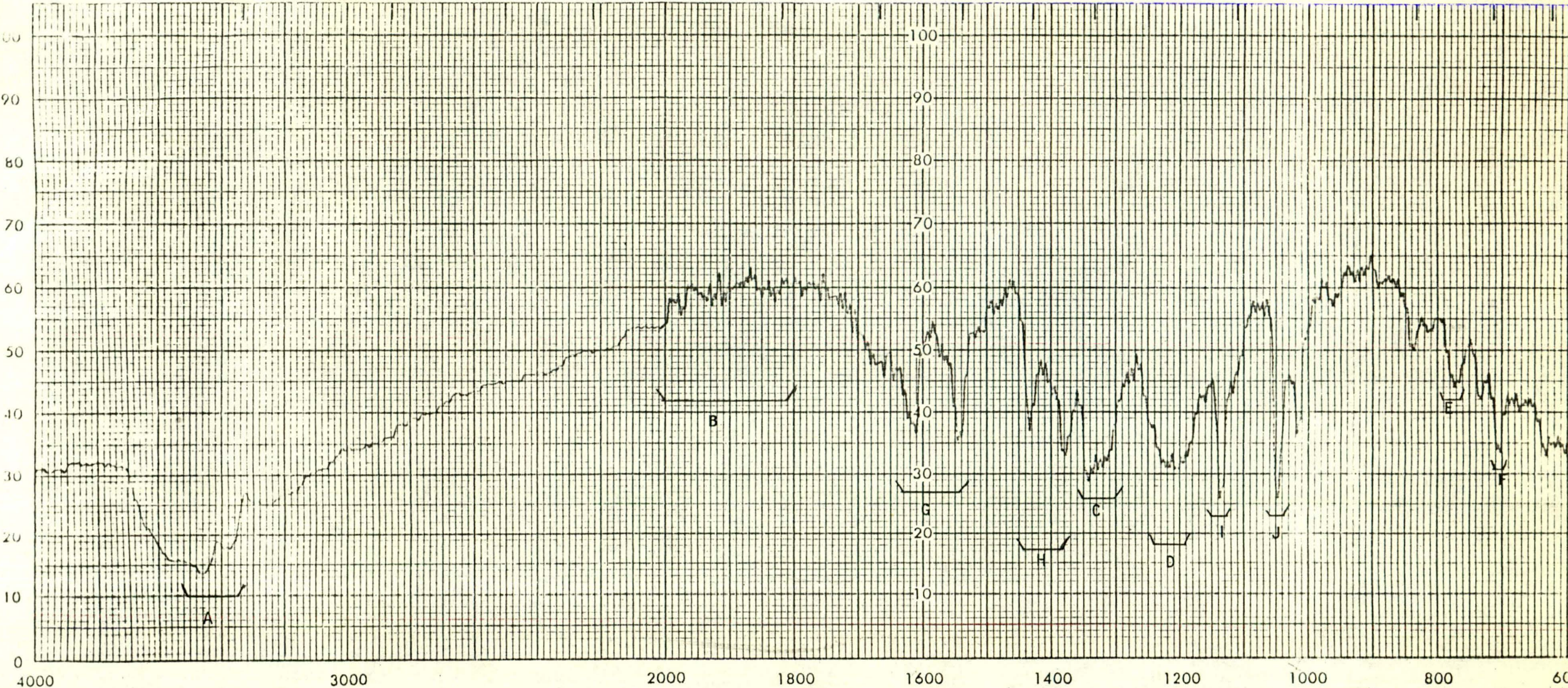
BECKMAN INSTRUMENTS INC., FULLERTON, CALIFORNIA, U.S.A.

PRINTED IN U.S.A.

FIGURA V

WAVELENGTH IN MICRONS

2.5 3 3.5 4 4.5 5 5.5 6 6.5 7 7.5 8 9 10 11 12 14 16



WHEN REORDERING SPECIFY CHART NO. 106568

2-79

WAVENUMBER CM⁻¹

BECKMAN INSTRUMENTS INC., FULLERTON, CALIFORNIA, U.S.A.

PRINTED IN U.S.A.

FIGURA VI

DISCUSIONES Y CONCLUSIONES

En el presente trabajo se obtuvieron tres colorantes.

El Amarillo Martius se obtuvo en forma pura, su Pf. experimental difirió del teórico en 1°C. , la longitud de onda máxima experimental concuerda con la teórica lo que nos indica la presencia de un cromóforo como lo es el grupo nitro. El espectro I.R. nos confirma la presencia del grupo funcional nitro con bandas intensas en 1650 y 1610 cm^{-1} , banda de mediana intensidad en 1310 cm^{-1} y la aromaticidad se representa en las -bandas 1572 , 1530 , 1440 y 1410 cm^{-1} . Al concordar los resultados teóricos y experimentales de éste colorante llegamos a la conclusión de su total identificación.

El Naranja I se obtuvo en forma de sal por lo cual no fué posible la determinación de su Pf., la longitud de onda máxima experimental que presenta este compuesto indica la presencia de un cromóforo el cual es el grupo azo. Los grupos funcionales fueron caracterizados por medio de I.R. el cual presenta banda ancha de $3500 - 3300\text{ cm}^{-1}$, banda de sobretono de $2000-1700\text{ cm}^{-1}$, bandas an-

chas de mediana intensidad en 1340, 1310, 1230 y 1180 cm^{-1} , todas estas son propias de un grupo hidroxilo, el grupo azo presentó bandas de igual intensidad en 1610 y 1540 cm^{-1} , banda intensa en 1380 y 1435 cm^{-1} , el grupo sulfonato presentó bandas intensas en 1140 u 1050 cm^{-1} . Con esta información y la de U.V. se concluye con una identificación parcial la cual pudiera ser total con alguna prueba química tal como algún derivado, el cual no se pudo determinar por falta de bibliografía.

Por lo que respecta al Amarillo Naftol S., se obtuvo en forma pura, su P_f. experimental difirió del teórico en 28°C., el espectro U.V. proporcionó las longitudes de onda máxima experimental corridas a la izquierda de las teóricas, además el I.R. caracterizó a los grupos funcionales hidroxilo, sulfónico y nitro. El grupo hidroxilo presentó banda ancha en 3500-3100 cm^{-1} , bandas en 1250 y 1175 cm^{-1} , las bandas de mediana intensidad en 1351, 1090, 1035, 940, 810 y 700 cm^{-1} son propias del grupo sulfónico, mientras que las observadas en 1650, 1610 y 1330 cm^{-1} corresponden al grupo nitro. Recopilando la información anterior concluimos con la obtención de un compuesto que no fué el Amarillo Naftol S. el cual se puede llegar a identificar totalmente en trabajos posteriores.

La sulfonación es una reacción que requiere de un control exacto de la temperatura para que se lleve a cabo en las posiciones deseadas, debido a este factor podemos concluir que no se logró obtener el colorante deseado probablemente a una alteración en dicho factor.

R E S U M E N

El presente trabajo tuvo por objetivo la síntesis y caracterización del Amarillo Martius, Amarillo Naftol S. y Naranja I.

Se logró la obtención y caracterización total del Amarillo Martius. Obtención y caracterización parcial del Naranja I. Obtención de un colorante que podría tratarse del Amarillo Naftol S., cuya total caracterización podrá realizarse en futuras investigaciones.

B I B L I O G R A F I A

- 1.- Gettens, Rutherford J. and George L, Stout,
Painting Materials, a Short Encyclopaedia.
New, York, D Van Nostrad Co., 1942, pp. 99-162.
- 2.- Lyde, S. Pratt, The Chemistry and Phycis of Organic Pigments.
New, York, John Wiley & Sons, 1947, pp. 359.
- 3.- Mestre, R. Juan, Enciclopedia de la Ciencia y de la Técnica,
Vol. II.
Barcelona España, Danae, S.A., 1977.

- 4.- Domínguez, A.Xorge, Química Orgánica.
México, Compañía Editorial Continental, S.A.,
1980, pp. 543.
- 5.- Stephen, Mall, Diccionario de Química.
México, D.F., Editorial Atlante, S.A., 1943.
pp. 1002.
- 6.- Giral, Rojohn, Preparación de Productos Químicos y Farmaceuti-
cos, Vol. I y II.
México, D.F., Editorial Atlante, S.A., 1942.
pp. 1002.
- 7.- Domínguez, A.Xorge, Experimentos de Química Orgánica, 5a. Edi-
ción.
México, Editorial Limusa, 1980, pp.203.
- 8.- Lieb, H. y W, Schoniger, Preparaciones Orgánicas en Microesca-
la.
Madrid España, Aguilar, S.A., 1945, pp.214.
- 9.- Domínguez, A. Xorge, Química Orgánica Experimental, 5a. Edi --
ción..
Monterrey, N.L., México, ITESM, 1971, pp.450.
- 10.- Fieser, F. Louis, Organic Experiments, 2a. Edición.
U.S.A., Raytheon Company, 1964, pp.342.
- 11.- Wexgand, Conrad, Organic Preparations.
New York, U.S.A., Interscience Publisher, 1945, pp.534.
- 12.- Blatt, A., Síntesis Orgánica, 3a. Edición.
Barcelona España, Editorial Gili, S.A., 1950.
pp.651.

- 13.- Guajardo, Murillo, Marycruz, " Estudio Químico de la Parte -
Aerea de la Schaefferia luneifelia."
Monterrey, N.L., UDEM, pp. 47.
- 14.- Domínguez, A Xorge, Cromatografía en Papel y en Capa Delgada.
The General Secretarial of The Organization of American - -
States, Washington, D.C., 1945.
pp. 80.
- 15.- Sánchez, Ma.Luisa y Patricia Cabañas, Síntesis e Identifica -
ción de Dos Compuestos Orgánicos Llamados: Estilbeno y Cuma
rina.
Monterrey, N.L., UDEM., pp.47.
- 16.- Friedel, A.Robert, Ultraviolet Spectra of Aromatic Compounds.
U. S. A., John Wiley & Sons, Inc., 1951. pp.52.
- 17.- Daniel, J. Pasto y Carl R. Johnson, Determinación de Estructu
ras Orgánicas.
España, Editorial Reverté, S.A., 1974, pp.577
- 18.- Silverstein, M.Robert, Clayton Bassler y Terence C.
Morrill, Identificación Espectrometrica de Compuestos Orgá
nicos.
México, Editorial Diana, 1980, pp.353.
- 19.- Grasselli, S.A. and Ritche, N.M., Atlas of Spectral Data and
Physical Constants For Organic Compounds., Vol.1-V
Cleveland Ohio, CRS Press, Inc., 1975.
- 20.- Zweig, Gunter and Joseph Sherma, Handbook of Cromatografic,
Vol. I.
Cleveland, Ohio, CRC Press, Inc., 1972.

- 21.- Weast, Robert, Handbook of Chemistry and Physics.
Cleveland, Ohio, CRC Press Inc. 1977.
- 22.- Brioux, A.Jorge, Mecanismo de las Reacciones Orgánicas.
Washington, D.C., The Pan American Union, 1968.
pp.59.
- 23.- Breslow, Ronald, Mecanismo de Las Reacciones Orgánicas.
España, Editorial Reverté, S.A., 1978, pp.223.
- 24.- Pérez, A.Ossorio, Rafael, Mecanismo de las Reacciones Orgánicas.
Madrid, España, Editorial Alambra, S.A. 1976.
pp.214.
- 25.- Fieser, F.Louis, Química Orgánica Fundamental.
España, Editorial Reverté, S.A., 1964, pp.373.
- 26.- Cheronis, D.Nicholas, Seminicro and Macro Organic Chemistry.
7a.Edición.
N.Y., U.S.A., Colonial Press, 1949, pp.388.
- 27.- Morrison, Robert and Robert Boyd, Química Orgánica, 3a.Edición.
E.U.A., Fondo Educativo Interamericano, S.A., 1976, pp.1291.

801405