

DONE
#500



UNIVERSIDAD
DE MONTERREY

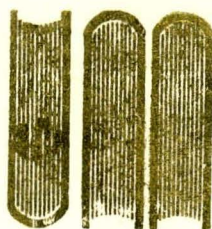
Biblioteca

18 MAR. 2003

VENCIMIENTO

Vo B.
M. Montano

UNIVERSIDAD DE MONTERREY
DIVISION DE CIENCIAS NATURALES
Y EXACTAS



UNIVERSIDAD
DE MONTERREY

Titulo
SINTESIS Y CARACTERIZACION DEL
COMPUESTO

I-N-PROPOXI-2-AMINO 4-NITROBENCENO
(P4000)

clasif.
040.5466
G216s
1983
C-1

REPORTE DEL PROGRAMA DE
EVALUACION FINAL

QUE PRESENTA

Autor
MARTHA C. GARCIA IBARRA

Folio
900129

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

BIBLIOTECA
UNIVERSIDAD DE MONTERREY

MONTERREY, N. L.

DICIEMBRE DE 1983

A MIS PADRES

C. P. Jaime García Saldaña,
Sra. Artemisa Ibarra de García
por su esfuerzo y continuo apoyo,
y por haber hecho posible la
realización de mi carrera.

A la L. Q. I. Miriam Montante L.

asesor de este trabajo y a

todos mis maestros por sus

enseñanzas recibidas durante

mi carrera.

. - I N D I C E - .

	Página.
INTRODUCCION.....	1
MATERIALES Y METODOS.....	7
METODOS DE PREPARACION.....	9
OBSERVACIONES.....	15
METODOS DE CARACTERIZACION.....	18
PREPARACION DE REACTIVOS.....	21
RESULTADOS.....	23
DISCUSIONES Y CONCLUSIONES.....	27
RESUMEN.....	30
BIBLIOGRAFIA.....	31

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

El hombre ha añadido sustancias no nutritivas a sus alimentos en todas las épocas, pero en las últimas décadas ha surgido un gran interés respecto a estas prácticas. (1)

En 1879 se descubrió el primero de los edulcorantes no nutritivos y desde entonces han sido sintetizadas numerosas sustancias para evaluarlas como agentes de endulzamiento.

Los edulcorantes son sustancias químicas capaces de dar sabor dulce en mayor o menor grado. El dulzor de las sustancias varía con

la concentración y, en general, es más potente en las soluciones diluidas que en las concentradas. Los intentos de relacionar el dulzor con la constitución química han tenido poco éxito. Se han señalado grupos "glucóforos" (amino, amido, carbonilo, hidroxilo y - - otros) los cuales, en ciertas circunstancias, están asociados al sabor dulce, sin embargo, numerosas clases de estructuras orgánicas incluyen compuestos dulces. (2) (Ver tabla I).

Los agentes edulcorantes pueden dividirse en 3 grupos: Grupo 1.- Todos los azúcares comunes, los cuales son adecuados para endulzar los alimentos, y tienen aproximadamente igual valor nutritivo. El más común es la sacarosa, que se obtiene de la caña y de la remolacha. El azúcar invertido, tiene aproximadamente igual potencia edulcorante que la sacarosa y se halla en la miel de abeja. La dextrosa o azúcar de maíz tiene aproximadamente 60% de la potencia edulcorante de la sacarosa, la glucosa un 74% y la maltosa un 33%. La fructosa, un tanto más dulce que la sacarosa a igualdad de peso, es un componente del azúcar invertido y se halla en ciertos jarabes edulcorantes preparados con maíz y otras sustancias vegetales. (2,3)

Grupo II.- Edulcorantes sintéticos no nutritivos, que se definen co

mo aquellas sustancias que contienen menos del 2% del valor calórico de la sacarosa por unidad equivalente de capacidad endulzante y se utilizan para impartir un sabor dulce a los alimentos. (4)

Dentro de este grupo pueden citarse la sacarina, descubierta en 1879 es 550 veces más dulce que la sacarosa. Se aplica principalmente en la alimentación de las personas que, como los diabéticos, deben reducir el ingreso de los glúcidos. (2) Se ha encontrado que produce tumores cuando se dá en un 7.5% de la dieta a través de dos generaciones en los animales. (5)

Los ciclamatos (de sodio o de calcio), fueron ampliamente ensayados antes de introducirse en el mercado como edulcorantes sintéticos comerciales por los Laboratorios Abbot en 1950, y fueron usados en forma intensiva hasta 1969 en que se dió a conocer que grandes dosis habían ocasionado cáncer de vejiga en ratas. Se ensayaron mezclas de sacarina y ciclamato a un sexto de la dosis que daba lugar al trastorno antes citado en un intento por hacer comercial el uso de estas sustancias obteniéndose el mismo resultado. En Noviembre de 1973 los Laboratorios Abbot hicieron una petición a la Food and Drug Administration para que se permitiera el uso de los ciclamatos en los alimentos en los Estados Unidos. (1,4,6,7,8)

La Dulcina es 250 veces más dulce que la sacarosa y se ha demostrado mediante pruebas realizadas, que produce carcinogénesis e interfiere con la producción de glóbulos rojos en los animales. (9)

Por su parte, el P4000 (4100 veces más dulce que la sacarosa), produce daños en el riñón e interfiere en el funcionamiento de la glándula tiroides. También se ha encontrado que posee una actividad anestésica local 30 veces más potente que la cocaína pero su acción es de corta duración. (9,10)

Grupo III.- Otros compuestos químicos como el glicerol y la glicina (70% de la potencia edulcorante de la sacarosa), y ciertos péptidos. El glicerol sólo se utiliza en ciertos preparados medicinales, debido a que es muy caro para usarlo como edulcorante. (3)

Los edulcorantes no alimenticios, como ya se mencionó anteriormente, tienen su aplicación doméstica en la preparación de dietas de bajo contenido energético, pero además se utilizan en el endulzamiento de dentífricos, colutorios, cosméticos, preparados medicinales y tabaco, particularmente en los casos en que la presencia de azúcar pudiera descomponer el producto por fermentación o desarrollo de mohos. (2)

Dadas las propiedades anteriores y la gran variedad de aplicaciones de estos compuestos, existe un gran interés por desarrollar métodos que reduzcan su toxicidad y permitan su uso generalizado.

Como objetivo de este trabajo se eligió la síntesis y caracterización del compuesto 5-Nitro-2-propoxi-anilina (P4000). Para preparar este compuesto, se hace reaccionar clorobenceno con una mezcla de -- ácidos nítrico y sulfúrico formándose 2,4-dinitroclorobenceno, el -- cual se trata con propóxido sódico para formar 2,4-dinitropropoxibenceno, que se reduce después con disulfuro de sodio formándose una mezcla de isómeros de la cual se separa el P4000.

TABLA I.- DULZORES RELATIVOS DE SUSTANCIAS ORGANICAS.

SUSTANCIA	FORMULA	DULZOR
Sacarosa	$C_{12}H_{22}O_{11}$	1
Lactosa	$C_{12}H_{22}O_{11}$	0.27
Dulcitol	$C_6H_{14}O_6$	0.41
Manitol	$C_6H_{14}O_6$	0.45
Sorbitol	$C_6H_{14}O_6$	0.48
Glicerol	$C_3H_8O_3$	0.48
Etilenglicol	$C_2H_6O_2$	0.49
-Glucosa	$C_6H_{12}O_6$	0.5-0.6
Maltosa	$C_{12}H_{22}O_{11}$	0.6
Azúcar invertido	--	0.8-0.9
-Fructosa	$C_6H_{12}O_6$	1.0-1.5
p-Anisilurea	$CH_3OC_6H_4NHCONH_2$	18
Ciclohexilsulfamato de sodio	$C_6H_{11}NHSO_3Na$	30
Cloroformo	$CHCl_3$	40
5-Metilsacarina	$CH_3C_6H_3.CO.NH.SO_2$	200
Dulcina	$C_2H_5OC_6H_4NHCONH_2$	70-350
6-Clorosacarina	$ClC_6H_3.CO.NH.SO_2$	100-350
n-Hexilcloromalona- amida	$n-C_6H_{13}CCl(CONH_2)_2$	300
Sacarina	$C_6H_4.CO.NH.SO_2$	200-700
5-Nitro-2-etoxi- anilina	$NH_2C_6H_3(OC_2H_5)NO_2$	950
anti-Aldoxima del perillaldehído	$CH_2=C(CH_3)C_6H_8CH=NOH$	2000
5-Nitro-2-propoxi- anilina (P4000)	$NH_2C_6H_3(OC_3H_7)NO_2$	4100

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

La síntesis consiste en una serie de 4 reacciones partiendo del clorobenceno. Por nitración de éste se obtiene el 2,4-dinitroclorobenceno, el cual se trata con propóxido sódico para formar 2,4-dinitropropoxibenceno por sustitución nucleofílica aromática. Este compuesto se reduce con disulfuro de sodio formándose una mezcla de isómeros que se trata con HCl 1.5M precipitando un clorhidrato y quedando en el filtrado el compuesto 1-propoxi-2-amino-4-nitrobenceno -- (P4000) que se precipita neutralizando la solución con NaOH al 20% a 5°C.

El estudio de la síntesis del compuesto se llevó a cabo durante los -
meses de agosto a noviembre de 1983, en el Laboratorio de Síntesis
Orgánica de la División de Ciencias Naturales y Exactas de la Uni--
versidad de Monterrey.

METODOS DE PREPARACION.

1) Preparación del 2,4-dinitroclorobenceno.

En un matraz bola de 500 ml se coloca una mezcla de 62.5 g de ácido nítrico fumante y 87.5 g de ácido sulfúrico que tenga 7% de SO_3 . Agitando constantemente y enfriando con agua para que la temperatura no pase de 55°C , se añaden 25 g de clorobenceno en pequeñas - porciones en el transcurso de 1 hora. Se calienta después en baño maría subiendo la temperatura lentamente hasta 95°C manteniéndola así durante 2 horas más.

La formación del dinitroclorobenceno se aprecia por la aparición de una capa oleosa de color amarillo claro, que sobrenada en la superficie. Todavía caliente se separa en embudo de llave y se lava la - capa oleosa varias veces con 100 ml de agua caliente cada una, hasta que las aguas de lavado no salgan con reacción ácida. Se vierte en 250 ml de agua fría y se deja solidificar. Se filtra, se seca en - un desecador y se recristaliza en alcohol. (11)

2) Preparación del 1-n-Propoxi-2,4-dinitrobenceno.

En un matraz de tres bocas, equipado con un condensador, un agitador mecánico y un embudo de separación, se coloca una solución de 20.25 g de 2,4-dinitroclorobenceno (esta sustancia es dañina para la piel y cualquier material impregnado de ella debe ser lavado inmediatamente) en 200 ml de n-propanol.

La solución se mantiene a 70°C en un baño de agua y se agita vigorosamente, mientras se añade, gota a gota, 100 ml de una solución 1M de NaOH en n-propanol (se prepara esta solución una semana antes, debido a que el NaOH se disuelve muy lentamente en el n-propanol) en el curso de 2 horas. La solución se agita durante 30 minutos más, manteniéndose a 70°C.

La solución se enfría y el NaCl precipitado se filtra con succión, y el filtrado se concentra en un evaporador rotatorio al vacío. El aceite residual se extrae en 200 ml de éter y se lava con 50 ml de NaOH al 1% y agua. La solución etérea se seca con Na₂SO₄ anhidro, se filtra y se evapora en pequeñas porciones en un matraz redondo de 250 ml sobre baño de agua en la campana. Se obtienen 21.5 g de 1-n-propoxi-2,4-dinitrobenceno en forma de aceite.

Para cristalizar el aceite, una pequeña porción de éste se pasa a un vidrio de reloj, se trata con éter de petróleo (40-60°C) y se raspa.

El material recién cristalizado, muestra un punto de fusión de 30°C.

La recristalización del material puede hacerse disolviéndolo en - - 100 ml de n-propanol caliente, enfriándolo en hielo y sembrándolo - con un cristal. Se filtra, se lava con éter de petróleo (40-60°C) y se seca con succión en la bomba. Se obtienen 17.5 g de 1-n-propoxi-2,4-dinitrobenceno puro de punto de fusión (p.f.) 31-32°C. (12)

3) Preparación de la Mezcla de Isómeros: 1-n-Propoxi-2-Amino-4-Nitrobenzeno y 1-n-Propoxi-2-Nitro-4-Aminobenceno.

En un matraz de tres bocas, equipado con un condensador, un agitador mecánico y un embudo de separación, se colocan 11.3 g de 1-n-propoxi-2,4-dinitrobenzeno y 50 ml de agua. El agua se calienta a ebullición y se añade gota a gota, una solución de 15.6 g de $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y 2.1 gramos de azufre en 50 ml de agua, en el curso de 2 horas mientras se agita vigorosamente. Después de completarse la adición, la mezcla se calienta 1 hora más.

La mezcla se enfría y el producto aceitoso se extrae con 150 ml de éter. El extracto se lava con agua y se seca con Na_2SO_4 anhidro.

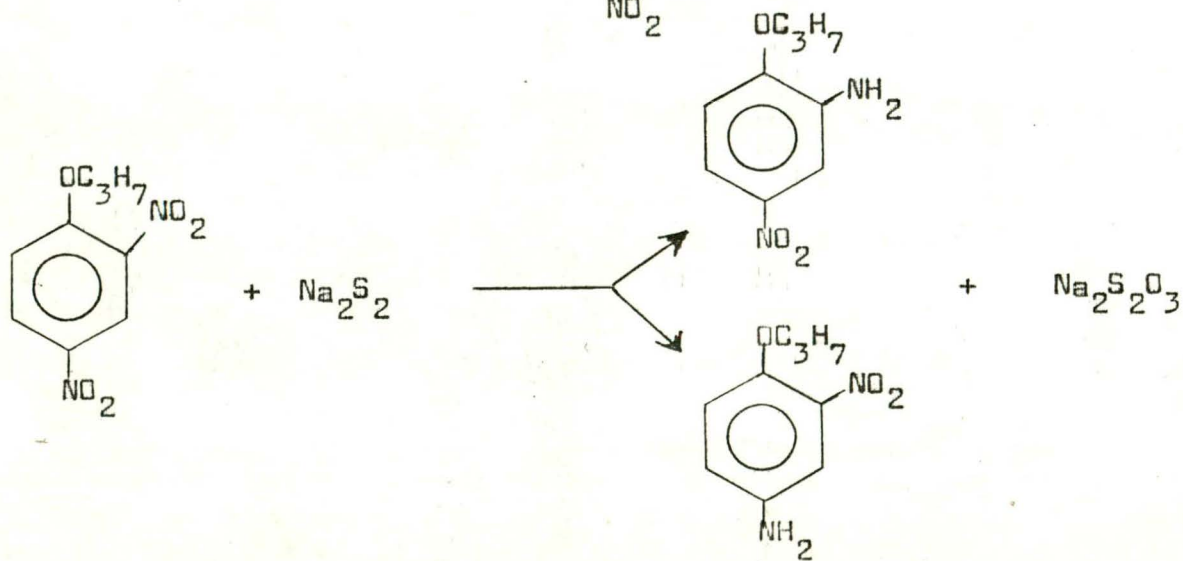
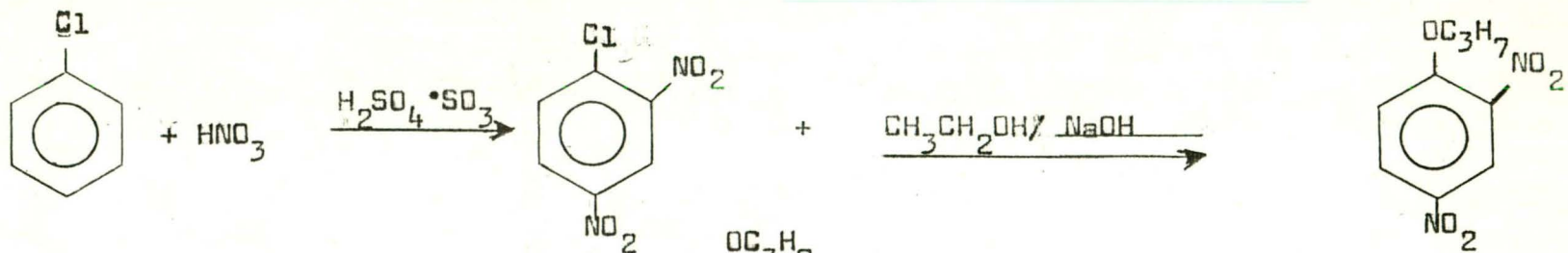
La solución se filtra, y el éter se evapora en pequeñas porciones en un matraz redondo de 250 ml sobre baño de agua en la campana. Se obtienen 9 g de la mezcla de isómeros. (12)

4) Separación de la mezcla de isómeros en 2 componentes.

Nueve gramos de la mezcla de isómeros se calientan a ebullición -- con 200 ml de HCl 1.5M en un matraz redondo de 250 ml. La solución caliente se filtra sobre lana de vidrio, para remover trazas de -- residuos insolubles, y se deja enfriar a temperatura ambiente. El -- clorhidrato precipitado de 1-n-propoxi-2-nitro-4-aminobenceno, se filtra con succión y se lava con una pequeña cantidad de HCl 1.5M.

El filtrado se enfría en hielo a 5°C y se neutraliza cuidadosamente con una solución de NaOH al 20%. Cuando esté neutra, el precipitado P4000 se filtra con succión, se lava con agua y se seca en un desecador de vacío. Se obtienen 5.5 g de P4000 de p.f. 46-47°C. Se recristaliza en una mezcla de éter de petróleo (60-80°C): n-propanol (2:1) dando unos cristales naranja-cafés de p.f. 47-48°C .

El clorhidrato de 1-n-propoxi-2-nitro-4-aminobenceno se recristaliza en HCl 1.5M, se seca en la estufa y se pesa. Se obtienen 3.5 g de clorhidrato de p.f. 220-230°C (descompone). (12)



OBSERVACIONES.

Para el Método de Preparación (1):

- Debido a la falta del reactivo HNO_3 fumante, se implementó el método con H_2SO_4 fumante y HNO_3 concentrado.
- El dinitroclorobenceno cristalizado no se obtiene puro, por lo que es necesario recrystalizarlo en etanol, y de éste modo se obtienen agujas cristalinas. Se debe secar en un desecador con vacío y dejarlo ahí varios días hasta que se seque completamente.

Para el Método de Preparación (2):

- La solución de NaOH en n-propanol (1M), nunca se llega a disolver completamente, por lo que debe prepararse unos 20 días antes de utilizarla y en el momento en que se vaya a efectuar la reacción, se debe filtrar para que esté lo más homogénea posible.
- El compuesto 1-n-propoxi-2,4-dinitrobenceno se obtiene en capa aceitosa, éste se extrae con éter, se lava con agua, se seca con Na_2SO_4 anhidro, se filtra y se evapora obteniéndose en forma de aceite, el cual no es posible cristalizar en éter de petróleo. Se trató de cristalizarlo en alcohol sin obtener resultado.

- Al filtrar el aceite que se estaba secando con sulfato de sodio anhidro, el compuesto cristalizó, probablemente debido a que los cristales de Na_2SO_4 anhidro sirvieron de siembra para el compuesto, pero sólo se pudo separar una pequeña parte, la cual se pasó a un vidrio de reloj en el momento en que había cristalizado, dando un punto de fusión con el rango de un grado. La otra parte del compuesto no fué posible separarla del Na_2SO_4 , se trató de recristalizar en n-propanol caliente y enfriándolo en hielo, pero ya no cristalizó; se intentó con otros solventes sin obtener buenos resultados.

Para el Método de Preparación (3):

- El método original no reporta la temperatura a la cual deba llevarse a cabo la reacción, indicando solamente que el agua se caliente a ebullición, por lo que utilizó una temperatura de reacción entre $100-110^\circ\text{C}$. En estas condiciones no fue posible obtener la mezcla de isómeros.
- Se trató de llevar a cabo la reacción una segunda vez utilizando una temperatura más baja, entre $50-70^\circ\text{C}$, pero ésta vez no se formó la mezcla, pues no se observaron en la cromatografía las manchas correspondientes a los compuestos.
- La reacción se llevó a cabo nuevamente, utilizando una temperatura

tura de reacción entre 70-90°C en presencia de alcohol n-propílico (2), obteniendo así la mezcla.

- La mezcla de isómeros que es extraída con éter debe lavarse con agua hasta que sólo se observen 2 manchas en la cromatografía, que corresponden a los 2 isómeros. En este caso, se requirió lavar 5 ó 6 veces.

Para el Método de Preparación (4):

- Se logró precipitar una pequeña parte de P4000 en forma pura; la otra parte que estaba impura se trató de recristalizar en una mezcla de éter de petróleo: n-propanol, pero no se obtuvieron los cristales.

METODOS DE CARACTERIZACION.

Para la caracterización de los compuestos obtenidos en cada reacción, se utilizaron los siguientes métodos:

- 1) Puntos de fusión.- Para esta determinación se utilizó un aparato Melt-Temp, 50/60 cycles, 110-120 Volts.
- 2) Pruebas de Clasificación.- En el examen de un compuesto orgánico, con la aplicación de las pruebas de clasificación, es posible descubrir el tipo de grupos funcionales que pueden estar presentes. (13)

A) Prueba para el 2,4-dinitroclorobenceno:

a) Para compuestos dinitrados: Se disuelven 0.1 g del compuesto en 10 ml de acetona y se añaden 3 ml de solución de NaOH al 10% con agitación. Si están presentes 2 grupos nitro se desarrolla un color púrpura azulado.

B) Prueba para el 1-n-propoxi-2,4-dinitrobenceno:

a) Método de Zeisel para alcoxilos: Se colocan 0.1 gramos del compuesto en un tubo de ensayo de 16 x 150 mm. Se añade cuidadosamente 1 ml de ácido acético glacial y 1 ml de ácido yodhídrico al 57%. Se introduce un tapón de gasa preparado como se describe más adelante, en la boca del tubo, y se empuja hasta que descienda 4 cm a partir de la boca del tubo de ensayo. Un pedazo pequeño de algodón se apisona suavemente sobre la parte su-

perior del tapón, por medio de una varilla de vidrio, hasta formar un disco de 2 a 3 mm de espesor. Un trozo de papel filtro de 2 x 10 cm se dobla longitudinalmente, se humedece con una solución de nitrato mercúrico y se coloca sobre el disco de algodón. El tubo de ensayo se sumerge hasta una profundidad de 4 cm en un baño de aceite, conservado entre 120 y 130°C. Cuando hierve la mezcla de reacción, los vapores atraviezan el tapón; el yoduro de alquilo volátil, ascendiendo a través de los tapones, reacciona con el nitrato mercúrico produciendo un color bermellón, que se debe a la formación de yoduro mercúrico. Una prueba positiva consiste en la formación del color bermellón sobre el papel de ensayo.

b) Para comprobar la presencia de los dos grupos nitro se realiza la prueba (A).

C) Prueba para el 1-n-propoxi-2-amino-4-nitro-benceno:

a) Para aminas: Se añaden con precaución una gota de cloruro de benzoilo a 0.5 ml del compuesto y se observa si se forma un precipitado.

b) Para comprobar la presencia del grupo éter se realiza la prueba B(a).

3) Cromatografías.- Se corrieron cromatografías en capa fina con el fin de seguir el curso de cada reacción y verificar la pureza de los compuestos. Se utilizaron placas para cromatografía en

capa fina Kiesgel G 60, las cuales se activaron exponiéndolas a radiación I.R. por 15 minutos dejándose enfriar antes de utilizarlas. Después de haberse corrido las placas, se revelaron con agentes cromógenos.

PREPARACION DE REACTIVOS.

Hidróxido de sodio 1M en n-propanol - Se disuelven - diez gramos de NaOH en 250 ml de n-propanol.

Hidróxido de sodio al 1% - Se disuelve 1 g de NaOH en 100 ml de agua.

Acido Clorhídrico 1.5M - Se miden 37.5 ml de HCl conc. y se diluye a 300 ml.

Hidróxido de sodio al 20% - Se disuelven 20 g de NaOH en 100 ml de agua.

Hidróxido de sodio al 10% - Se disuelven 10 g de NaOH en 100 ml de agua.

Tapón de gasa - Se añade una solución de 1 g de acetato de plomo en 10 ml de agua a 60 ml de una solución de NaOH 1N y se agita - hasta que se disuelva el precipitado. A esta solución de plumbito de sodio se le añade una solución de 5 g de tiosulfato de sodio hidratado en 10 ml de agua. Se añade aproximadamente 1 ml de glicerina y la solución se diluye hasta 100 ml. Unos 5 ml de esta solución se pipetea sobre tiras de manta de cielo o gasa. Se secan -- las tiras y se enrollan para que ajusten en el tubo de ensayo.

Nitrato mercúrico - Se prepara una solución saturada de nitrato mercúrico en 49 ml de agua destilada a la que se le ha añadido 1 ml de

HNO₃ concentrado.

Difenilamina al 1% en etanol al 95% - Se disuelve 1 g de difenilamina en 100 ml de etanol al 95%.

Cloruro férrico 0.1M - Se disuelven 1.623 g de FeCl₃ en 100 ml de agua.

Ferricianuro de potasio 0.1M - Se disuelven 3.288 g de ferricianuro en 100 ml de agua.

R E S U L T A D O S .

Los resultados de los compues tos obtenidos para la síntesis - del P4000 se describen a continuación.

Rendimientos Obtenidos

	Por ciento	Gramos
1) 1-cloro-2,4-dinitrobenceno		
·Estequiométrico	100.00	45.00
Bibliográfico	.77.77	35.00
Experimental	9.33	4.22

	Por ciento	Gramos
2) 1-propoxi-2,4-dinitro- benceno.		
Estequiométrico	100.00	22.60
Bibliográfico	77.43	17.50
Experimental	77.96	17.62
3) Mezcla de isómeros		
Estequiométrico	100.00	7.38
Bibliográfico	84.90	6.27
Experimental	82.92	6.12
4) 1-propoxi-2-amino-4-nitro- benceno		
Estequiométrico	100.00	4.51
Bibliográfico	61.11	3.83
Experimental	2.21	0.10
5) Clorhidrato de 1-n-propoxi- 2-nitro-4-aminobenceno		
Esquiométrico	100.00	2.85
Bibliográfico	38.88	2.43
Experimental	4.91	0.14

En las Tablas II y III se muestran las propiedades de los compuestos caracterizados en este trabajo, entre ellas, los puntos de fusión teórico y experimental, solubilidad, Rf experimental y revelador utilizado en cada cromatografía.

TABLA II

COMPUESTO	FORMULA	PESO MOLECULAR	P.f. TEORICO	P.f. EXP.	FORMA Y COLOR CRISTALES
1-cloro-					Agujas
2,4-dinitro-	$C_6H_3ClN_2O_4$	202.5	53°C	48-49°C	cristalinas
benceno					amarillo
					claro
1-n-propoxi-					Cristales
2,4-dinitro-	$C_9H_{10}N_2O_5$	254	31-32°C	32-33°C	amarillos
benceno					
1-n-propoxi-					Cristales
2-amino-	$C_9H_{12}N_2O_3$	196	47-48°C	41-42°C	naranjas
4-nitrobenceno (P4000)					
Clorhidrato de					Polvo
1-n-propoxi-	$C_9H_{13}ClN_2O_3$	232.5	220-230°C	180°C	amarillo
2-nitro-			(Desc.)	(desc.)	oscuro
4-aminobenceno					

TABLA III

COMPUESTO	SOLUBILIDAD	Rf EXPERIMENTAL	REVELADOR	PRUEBA DE CLASIFICACION
1-cloro- 2,4-dinitro- benceno	Metanol Etanol Benceno Eter	Hexano- Benceno 5:5 (V/V) = 0.632	Difenilamina al 1% en Etanol 95%	a) Para compuestos dini- trados: Positiva
1-n-propoxi- 2,4-dinitro- benceno	Metanol Etanol Eter	Benceno - Cloroformo 5:5 (V/V) = 0.793	Difenilamina al 1% en Etanol 95%	a) Para alcoxilos: Posi- tiva. b) Para compuestos dini- trados: Positiva.
1-n-propoxi- 2-amino- 4-nitrobenceno (P4000)	Metanol Etanol Benceno	Benceno - Ac. Fórmico al 2% 10.1 (V/V) = 0.517	FeCl ₃ 0.1M y K ₃ [Fe(CN) ₆] 0.1M (1:1)	a) Para aminas: Positiva b) Para alcoxilos: Posi- tiva.

DISCUSIONES Y CONCLUSIONES.

En el presente trabajo se logró la obtención y caracterización del P4000.

Los rendimientos del dinitroclorobenceno fueron muy bajos debido a que no se logró purificar completamente, y para los cálculos sólo se tomó en cuenta la cantidad de compuesto puro. Aún tomando en cuenta la cantidad de compuesto impuro, sólo se obtendría un rendimiento del veinte por ciento, tal vez debido a que experimentalmente se utilizó HNO_3 concentrado, siendo que debió haberse

utilizado HNO_3 fumante; además en cada paso de purificación, había pérdida de compuesto. Este se logró caracterizar con la reacción de clasificación, demostrando que se obtuvo un compuesto dinitrado.

En la obtención del compuesto 1-n-propoxi-2,4-dinitrobenceno, se obtuvieron buenos rendimientos, sin embargo no se logró recrystalizar completamente, a pesar de haber intentado con varios solventes. La pequeña parte del compuesto que cristalizó, dió el punto de fusión reportado. La cromatografía, tanto del aceite como de la parte cristalizada, mostró una sola mancha amarilla demostrando así su pureza. Se logró también caracterizar efectuando reacciones de clasificación para alcoxilos y para compuestos dinitrados. Se recomienda intentar otros métodos de recrystalización del compuesto; una forma de hacerlo sería efectuando una siembra adecuada.

La reacción de obtención de la mezcla de isómeros, es necesario seguirla por cromatografía hasta que se observen sólo dos manchas azules correspondientes a los isómeros, ya que se corre el riesgo de obtener los compuestos impuros.

El compuesto 1-n-propoxi-2-amino-4-nitrobenceno (P4000), se obtuvo con muy bajos rendimientos, debido a que se tuvieron proble-

mas para precipitarlo. Se logró precipitar sólo una pequeña parte - quedando más cantidad de compuesto en solución de color naranja, a la cual se le sacó cromatografía y se observó una sola mancha co rrespondiente al compuesto. Los cristales obtenidos del P4000 dieron un punto de fusión algo alejado del reportado, con un rango de - 1°C y observándose en la cromatografía una sola mancha de color azul verificándose así su pureza. Se efectuó la reacción de clasifi cación para aminas, y también la prueba para alcoxilos, dando am bas positivas, lográndose así caracterizar completamente al com-- puesto.

Se sugieren estudios posteriores para obtener el rendimiento óptimo de cada reacción, dado que el obtenido, en forma global, fue muy - bajo. En forma especial, deben desarrollarse métodos de purifica-- ción y cristalización que sean efectivos para cada uno de los com-- puestos.

R E S U M E N .

De acuerdo al objetivo de este trabajo, se logró la obtención y caracterización del P4000, sin embargo, se obtuvo bajo rendimiento.

Asimismo se lograron caracterizar los compuestos obtenidos en cada uno de los pasos.

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

1.- Scientific American, Inc., Los Alimentos.

España, Hermann Blume, ediciones, 1975

pp. 193-198.

2.- Kirk, R. y D. Othmer, Enciclopedia de Tecnología Química.

México, Unión Tipográfica Editorial Hispano Americana,

'1966, Vol. II pp. 439, Vol. VI pp. 630-636, Vol. XIV -

pp. 96-99.

- 3.- Bender, A. E., Dictionary of Nutrition and Food Technology.
Great Britain, Butterworth & Co. Ltd., 1975
pp. 215-216.
- 4.- Peterson, J., Encyclopedia of Food Science.
U. S. A., The Avi Publishing Co., Inc., 1978.
Vol. III pp. 146.
- 5.- Scarpa, I. S. and H. Chilton, Sourcebook on Food Technology.
1st. edition, U. S. A., Marquis Academic Media
1978, pp. 387.
- 6.- Johnson, A. H. and M. S. Peterson, Encyclopedia of Food
Technology.
U. S. A. The Avi Publishing Co., Inc., 1974
Vol. II pp. 867-882, Vol III pp. 205-206.
- 7.- Mc Williams, M., Food Fundamentals., 3th. edition
U. S. A. John Wiley & Sons, Inc., 1979 pp. 408.
- 8.- Minifie, B. W., Science and Technology.
U. S. A. The Avi Publishing Co., Inc., 1970
pp. 263-264.

- 9.- Jacobs, M. B., The Chemical Analysis of Foods and Food Products, 3th. edition
U. S. A., Robert E. Krieger Publishing Co., Inc.
1973, pp. 912-924.
- 10.- Lebeaw, P. Traité de Pharmacié Chimique.
Quatrième edition.
France, Masson et Cie, éditeurs., 1956.
Tome III, pp. 1220-1222.
- 11.- Giral, F. Preparación de Productos Químicos y Químico Farmacéuticos.
México, Editorial Atlante, S. A., 1942, Vol. II
pp. 957.
- 12.- De Koming, A. J., Preparation of the Sweetening Agent P4000.
En: Journal of Chemical Education
U. S. A., 1976, Vol. 53, No. 8., pp. 521-522.
- 13.- Shriner, R. L., Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos.
México, Editorial Limusa, S. A., 1974, pp. 123-128,
146-147, 188.

- 14.- Morrison, R. T. y R. N. Boyd, Química Orgánica.
3a. edición.
E. U. A., Fondo Educativo Interamericano, S. A.
1976, pp. 848-857.
- 15.- Domínguez, X. A., Química Orgánica.
México, Compañía Editorial Continental, S. A.
1980, pp. 185-186, 385-390.
- 16.- Breslow, R., Mecanismos de Reacciones Orgánicas.
España, Editorial Reverté, S. A., 1967, pp. 128-130,
138-140.
- 17.- Zweig, G. and J. Sherma, Handbook of Chromatography.
Cleveland, Ohio, CRC Press, Inc., 1972.
Vol. I pp. 346-347, Vol. II pp. 118.

900129