

DCNE
\$500.00

FECHA DE DEVOLUCION

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

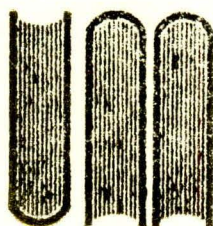
El lector pagará \$5.00 pesos por cada día que pase una semana después del vencimiento.

14 NOV. 1985

V. B.
Madel Sacramento Sanchez

UNIVERSIDAD DE MONTERREY

DIVISION DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS



UNIVERSIDAD
DE MONTERREY

Clasif.

040.5466

H663s

1984

C.1

Título

SINTESIS DE LA VAINILLINA

REPORTE DEL PROGRAMA DE EVALUACION FINAL

Folio

900205

QUE PRESENTA

autor

PATRICIA ELENA HINOJOSA MONTEMAYOR

EN OPCION AL TITULO DE
LICENCIADO EN QUIMICA CON ESPECIALIDAD
EN QUIMICA INDUSTRIAL

MONTERREY, N. L.,

MAYO DE 1984

A Dios Nuestro Señor

A mis Padres:

Enrique Horacio Hinojosa S.

Consuelo Montemayor de Hinojosa

Quienes me han brindado todo --

su amor y comprensión

A mis hermanos:

Enrique,

Rolando,

Eduardo.

A mi Asesora del PEF:

Q. I. Ma. del Socorro Sánchez

González

Por toda la ayuda que me brindó

A mi Asesor de Carrera:

Ing. Aureliano García Fernández

Quién me brindó todo su apoyo.

A todos los Maestros que
de uno u otro modo contribuyeron
durante toda la Carrera.

I N D I C E

	Págs.
I.- INTRODUCCION	1
II.- MATERIALES Y METODOS	
1.- Extracción de Eugenol a partir de Clavo de Especia	10
2.- Isomerización de Eugenol a - - - Isoeugenol	11
3.- Oxidación de Isoeugenol a - - - Vainillina	14

	Págs.
CARACTERIZACION	17
REACCIONES.	18
III.- RESULTADOS	19
TABLAS DE PROPIEDADES Y RESULTADOS . . .	22
ESPECTROS UV	
a) Eugenol	24
b) Isoeugenol.	25
c) Vainillina.	26
IV.- DISCUSIONES Y CONCLUSIONES.	28
V.- RESUMEN	32
VI.- BIBLIOGRAFIA.	33

ABREVIATURAS

cm = centímetros

conc = concentrado

E = Experimental

gr = gramos

lt = litro

min = minutos

ml = mililitros

nm = nanómetros

P. eb. = Punto de ebullición

P.f. = Punto de fusión

PM = Peso Molecular

Rf = Relación de flujo

T = Teórico

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

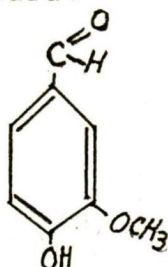
Desde la época de los Aztecas la esencia de vainilla ha sido considerada de un aroma y sabor delicioso, tanto, -- que era usada como tributo al Jefe Supremo, además de que enriquecía el sabor de los alimentos y en particular el del chocolate.

Esta esencia se obtenía a partir de los frutos maduros, fermentados y curados bajo el sol, que son las vainas de la planta Vainilla Plansfolia, a las cuales se les daba el nombre de "tlilxochitl" - palabra compuesta de "tlil" que significa negra y "xochitl" que significa flor-, este

nombre fué cambiado a "vainilla" - que quiere decir vaina en forma de tijera pequeña - usada por los Españoles cuando fué convertida en un artículo de comercio entre Hernán Cortés y el Emperador Moctezuma. (9).

Con el paso del tiempo la utilización de la esencia de vainilla se fué extendiendo, siendo una de las aportaciones del Nuevo Continente al resto del mundo.

Poco a poco se fué desplazando la esencia por uno de sus componentes, éste llamado Vainillina (nombre común) o 3-Metoxi-4-hidroxibenzaldehído (nombre de IUPAC) tiene la siguiente estructura:



La vainillina se considera en la actualidad como el agente sávido (*) más potente que contiene la esencia.

La vainillina es utilizada como aditivo en muchos productos alimenticios por el sabor particular que presenta. Dentro de esta Industria se aplica en helados, pasteles, postres de gelatina, bebidas no alcoholicas y todo tipo

(*) Sávido = sustancia que contiene sabor.

de dulces. Se añade también a productos de diversos sabores, tales como: fresa, piña, cereza, pera, etc., sin -- que éstos se pierdan mejorando el gusto especial que llegan a presentar. (4).

Otro campo en el que la vainillina se utiliza con mucha frecuencia es el de la Industria de la Perfumería y Cosméticos incluyendo todo tipo de perfumes desde los más suaves con aroma a flor hasta los más exóticos y sofisticados; en los desodorantes de ambiente también es muy común encontrarla al igual que en los cosméticos.

Dentro de los múltiples perfumes encontrados en la literatura especializada que contienen a la vainillina de una manera importante, se pueden mencionar los siguientes como ejemplo: (1,15)

<u>NOMBRE DEL PERFUME</u>	<u>CONTENIDO DE VAINILLINA</u>
Carnation Flowers N° 4	3.6%
Parfum J	3.9%
Woody Base B.1	4.95%
Opapanax Art. L	17.6%

La Industria Farmacéutica es otra rama en donde se emplea la vainillina como materia prima en la manufactura de diversas drogas como:

L-3-(3,4-Dihidroxifenil)-2-metilalanina*.- utilizada en el control de la Hipertensión Arterial, enfermedad con alta incidencia en nuestros tiempos.

3-(3,4-Dihidroxifenil)-L-alanina*.- para el tratamiento de pacientes con el mal de Parkinson.

2,4-Diamino-5-(3,4,5-trimetoxibenzil)-pirimidina*.- en infecciones del tracto respiratorio.

6,7-Dimetoxi-1-veratrilisoquinolina*.- usada por personas que padecen enfermedades cardíacas. (12,19).

Los datos más recientes encontrados en la bibliografía para la producción de vainillina por vía sintética correspondiendo al mercado de la Unión Americana y del grado USP** son (12)

Período	Producción	Valor en Dólares
1970 - 1977	9,500 - 10,000 ton/año	\$12.75/kg.
1978 - 1981	5,700 - 5,900 ton/año	\$ 8.60/kg
1982	9,000 - 10,000 ton/año	\$11.00/kg

A partir de 1982 la demanda se ha incrementado en un 10%/Año.

(*) Sus nombres comunes respectivamente son Aldomet, - - L-dopa, Trimethoprim, Papaverina.

(**) USP = The United States Pharmacopeial Convention.

En México la importación de Vainillina en 1982 fué de -
57,575 KGB* con un valor de \$9.25 dólares/KGB y en 1983
49,230 KGB con un valor de \$9.76 dólares/KGB, ambos da-
tos en el período de Enero-Septiembre de cada año**.

(*) KGB = Kilogramo Bruto

(**) Datos obtenidos en el Instituto Mexicano del Comer-
cio Exterior (IMCE).

Los métodos encontrados para la obtención de la Vainillina después de una revisión bibliográfica completa son -- presentados a continuación.

Natural

Extrayéndola de la planta *Vainilla planifolia* mediante el macerado de pequeños trozos de la vaina con agua durante 12 horas; se le agrega alcohol, se mezcla bien y se deja 3 días más en reposo. Se filtra y se desechan los sólidos, la solución se diluye con alcohol hasta obtener el volumen deseado. En este extracto la vainillina se halla en una proporción de 1.5 a 3.0%. (10).

Sintéticos

- a) A partir de Eugenol tratándolo con una solución de álcali diluido bajo presión a 160°C; una cantidad equivalente de nitrobenzeno es introducida lentamente en autoclave, al terminar la oxidación se enfría y la vainillina precipita recuperándose por filtración. El rendimiento es aproximadamente 80% del teórico en eugenol. (9).

- b) Con Guayacol mediante la Reacción de Reimer-Tiemann para introducir el grupo aldehído dentro del anillo bencénico.

Con la Síntesis Gatterman tratando el guayacol con Ac. Cianhídrico se obtienen los isómeros de Isovainillina y o-Vainillina como subproductos y la Vainillina como producto principal.

Mediante la Reacción de Sandmeyer, el guayacol se hace reaccionar con Formaldehído y p-Nitrosodimetillanilina en solución de metanol calentando en baño de agua por varias horas con adición de HCl gaseoso, los productos son Vainillina y p-Aminodimetillanilina. El proceso Reidel envuelve la condensación de una -- sal del ácido glioxílico con guayacol seguido de una oxidación por aire; la vainillina es obtenida por -- acidificación de la mezcla de oxidación.

El rendimiento es de un 60% del teórico en Guayacol. (12).

- c) Del safrol. Este se trata con álcali, luego es oxidado para dar piperonal que con PCl_5 da 3,4-dihidroxibenzaldehído. La metilación con sulfato de dimetilo en medio alcalino conduce a Vainillina e Isovainillina. El rendimiento es alrededor del 60% del teó-

rico. (12).

- d) Con licor sulfítico residual de las Industrias de Fabricación de Papel, hirviéndolo bajo reflujo por 20 horas con NaOH y acidificando después con H_2SO_4 , a continuación se hacen varios reflujos de media hora cada uno con Tricloroetileno, extrayendo después la solución con $NaHSO_3$ al 5%, el precipitado formado se destruye con H_2SO_4 conc, se calienta en baño de agua hasta que el olor de SO_2 no sea detectado; se añade en seguida NaOAc, se filtra, al precipitado se le añade una solución acuosa de m-nitrobenzoico hidrazida calentándose a $60^\circ C$ para formar la vainillina con un rendimiento de un 6%. (20).

De los métodos de obtención mencionados el que se escogió para realizar este trabajo fué la Síntesis partiendo de Eugenol, método en el que se contaba con la materia prima y la vainillina se obtenía con un alto grado de pureza y sin subproductos que pudieran dificultar su extracción final. Se encontró un procedimiento en la bibliografía semejante al mencionado anteriormente sólo que se lleva a cabo a presión atmosférica, las reacciones son las mismas y las condiciones y reactivos están al alcance de nuestros laboratorios. De todos modos es una ruta muy

conocida y usada, aún cuando el rendimiento es menor.

Todos los datos indican que la producción de Vainillina va aumentando cada vez más debido a su gran demanda en las diversas Industrias que la utilizan.

En el futuro su empleo será cada vez más frecuente por lo que la Síntesis y Estudio de la Vainillina tendrá mayor importancia de la que ya tiene.

MATERIALES Y METODOS

1.- Extracción de Eugenol a partir de Clavo de Especia

Los clavos de especia (100 gr) triturados se ponen en un matraz de 1 lt, con 300 ml de agua. Se conecta con el refrigerante y la fuente productora de vapor. Se calienta con mechero y cuando el agua mezclada a los clavos de especia esté en ebullición, se hace pasar una corriente viva de vapor, hasta -- que ya no salgan más gotas oleosas mezcladas al agua condensada. Generalmente, la esencia de clavos destilada se reúne toda en el fondo; a veces suelen --

quedar unas gotas en la superficie, que ni con agitación se logra que caigan al fondo. En tal caso se separa la parte principal de la esencia, y se sacude la capa acuosa suavemente con cloroformo, éste se junta con la esencia y se calienta en baño de agua hasta eliminar el disolvente. La esencia cruda se agita con exceso de NaOH 2N, debiendo disolverse en su mayor parte, Debe comprobarse que la solución acuosa tenga reacción alcalina fuerte. Los terpenos insolubles se separan en un embudo de separación, la solución alcalina se lava una vez con éter y se desecha la capa etérea.

La capa acuosa se acidula con H_2SO_4 diluido, separándose el Eugenol libre en forma de aceite insoluble que se decanta y se purifica por destilación a la presión ordinaria, con refrigerante de aire o de preferencia en vacío. Su P.eb. es de $253^{\circ}C$ y con un índice de refracción* de 1.541 - 1.542.

2.- Isomerización de Eugenol a Isoeugenol

Se colocan 50 gr de KOH, 200 ml de 2,2'-oxidietanol

(*) Se midió en el refractómetro de Abbe. Modelo A. Carl Zeiss

(Dietilenglicol)*, 47 gr de Eugenol en un matraz - bola de 500 ml. Se ensambla un aparato de reflujo con termómetro insertado en un condensador y proyectado bajo la superficie de la mezcla. Se calienta con agitación ocasional hasta que se llegue al P.eb. (150°C). Cuando la solución empieza a burbujear (cerca de 138°C) debe de ser observada cuidadosamente para que la mezcla no salte. Una vez que se estabiliza al punto de ebullición la solución se refluja por 1.5 horas.

La mezcla de reacción se deja enfriar con 450 ml de agua y es acidificada con HCl conc. (cerca de 61 ml) a un pH de 2 a 3.

Se extrae el Isoeugenol de la mezcla con 3 porciones de 75 ml de Eter de petróleo y se añaden 25 ml de Eter etílico a los extractos combinados para hacer una solución homogénea, luego se secan con 2.5 gr de $MgSO_4$ anhidro.

Se remueve el solvente en baño de vapor para obtener 35.3 gr de Isoeugenol café obscuro.

(*) Se utilizó como solvente el Propilenglicol por no contar con el solvente arriba mencionado.

Para su purificación se realiza una destilación a presión ordinaria para eliminar el propilenglicol que se haya venido en el extracto etéreo y obtener así el Isoeugenol puro con un P. eb. de 267°C y con un rendimiento de 75.1% (13).

El curso de la reacción se sigue por cromatografía en capa delgada empleando sílica gel como fase estacionaria y cloroformo como fase móvil, se revela con un reactivo específico para el Isoeugenol el p-nitroanilina- NaNO_2 . Este revelador se prepara de la siguiente manera:

Solución A.- 0.1% de p-nitroanilina en HCl IN al 0.1%, calentando para disolver.

Solución B.- 0.2% de NaNO_2 en solución acuosa

Solución C.- 10% en Na_2CO_3 en solución acuosa

1 volumen de A, 1 volumen de B y 2.5 volúmenes de C son enfriados separadamente a 5°C en baño de hielo. El reactivo A es enfriado en el frasco rociador. - El reactivo B se añade al reactivo A y se mantiene frío por 5 min más. Enseguida se añade el reactivo C.

El reactivo revelador debe ser preparado en el momento en el que se va a utilizar. (8)

Al revelar la placa el isoeugenol aparece como una mancha de color amarillo.

3.- Oxidación de Isoeugenol a Vainillina

Calentar 19 gr de KOH, 80 ml de Dimetilsulfóxido y 25 ml de agua hasta que se disuelva la base. Se coloca la mezcla junto con 40 ml de Nitrobenceno y 8 gr de Isoeugenol en un matraz bola de 500 ml; se ensambla el aparato de reflujo, se calienta por 3 horas después de que empieza a hervir (136-139 °C). - Una vez que se termine el período de calentamiento se diluye la mezcla fría con 200 ml de agua, se acidifica con HCl conc. (cerca de 27 ml) a un pH 2 a 3 y se filtra a través de una cama de Celite* de 1 cm para remover cualquier sólido suspendido.

(*) Celite = producto blando de estructura terrosa de color blanco, formado por el esqueleto silíceo de algas, se usa como abrasivo y soporte de catalizadores.

Se extrae la mezcla con 4 porciones de 75 ml de Eter Etílico y se combinan las capas etéreas dejándose reposar por aproximadamente 45 min para que si hay algún sólido flotante se vaya al fondo del recipiente. El extracto se trata con 4 porciones de 50 ml de solución de NaHSO_3 (20 gr/100 ml de agua).

Es importante que durante cada una de estas extracciones se agite vigorosamente por un mínimo de 1 a 1 1/2 min.

Se combinan los extractos y se filtran, el precipitado se descompone lentamente con 27 ml de H_2SO_4 -- conc. Después de la adición del ácido se calienta la mezcla por 40 min a 50-60°C en una cubierta mientras se le burbujea aire para remover el SO_2 .

Se extrae la fase acuosa enfriada con 3 porciones de 50 ml de Eter etílico, se secan con 1.5 gr de MgSO_4 anhidro y se remueve el éter en baño de vapor.

La vainillina cruda (3.39 gr) es obtenida de un color café rojizo y cristaliza completamente a temperatura ambiente. Se añaden 84 ml de ciclohexano - caliente (25 ml/1 gr de vainillina cruda), se agita y se raspan las paredes, calentándolo por 5 min. Se

decanta la solución caliente y se deja enfriar hasta que la cristalización sea completa (cerca de 2 - horas), se colectan cristales de vainillina de color entre amarillo-café. Con una segunda recristalización en ciclohexano caliente se obtienen los cristales puros de color amarillo pálido en forma de pequeñas agujas y con un P.f. de 81-83 °C*. El rendimiento es de 35.7%. (13).

Se le sigue el curso a la reacción por cromatografía de capa delgada utilizando sílica gel como fase inmóvil y cloroformo como eluente, revelándola después con 2,4-dinitrofenilhidracina dando una mancha de color naranja para el grupo aldehído que tiene la vainillina; el cual no presentan ninguno de los reactivos utilizados.

La preparación del reactivo es como sigue:

Se disuelven 3 gr de 2,4-dinitrofenilhidracina en 15 ml de H_2SO_4 conc. Entonces se añade esta solución, agitando, a 20 ml de agua y 70 ml de Etanol al 95%; se mezcla preferentemente y se filtra. (18).

(*) El aparato utilizado para determinar puntos de fusión fué Mel-Temp, 50/60 Ciclos, 110-120 Volts-200 Watts.

CARACTERIZACION

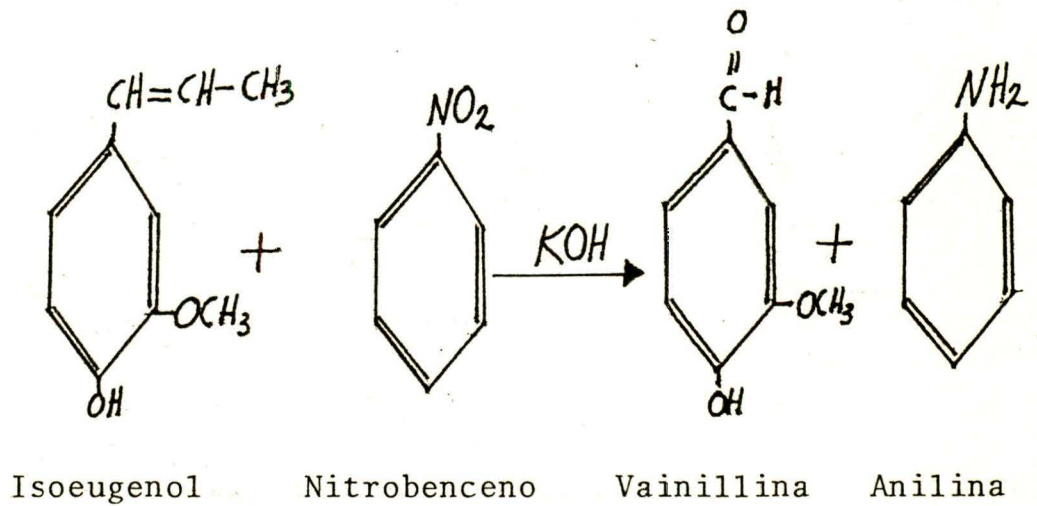
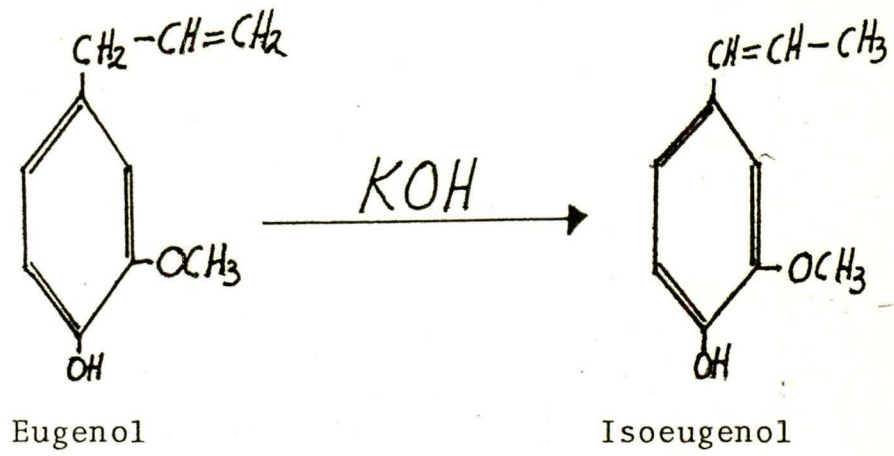
Para la caracterización de cada uno de los productos obtenidos se les hace un barrido en el Espectrofotómetro - UV* desde 360 nm hasta 200 nm.

Esto se realiza con los compuestos diluïdos en el solvente adecuado que no interfiera y en el cual sean bastantes solubles, estos solventes están reportados junto con las bandas correspondientes para cada compuesto en la bibliografía.

Las bandas obtenidas en el espectro se comparan con las reportadas tanto en intensidad como en longitud de onda.

(*) Espectrofotómetro Beckman DB-GT, 115 Volts-2 Amp, 60 Hertz; con Graficador Beckman 10" Recorder-Linear, Log, 115 Volts-0.4 Amp, 50 Ciclos.

REACCIONES



RESULTADOS

Los resultados para los productos obtenidos en la Síntesis son los descritos a continuación.

	Rendimiento	Gramos
Aceite Esencial de Clavo		
Bibliográfico	16-20%	16
Experimental*	46.5%	7.4383

(*) Los datos presentados respecto al rendimiento experimental del Aceite esencial y del Eugenol fueron obtenidos en relación al rendimiento reportado en la bibliografía.

	Rendimiento	Gramos
Eugenol		
Bibliográfico	15 %	15
Experimental *	21.30%	3.1956
Isoeugenol		
Teórico	100 %	23.5
Bibliográfico	75.1 %	17.64
Práctico	19.34%	4.5471
Vainillina		
Teórico	100 %	2.975
Bibliográfico	35.7 %	1.062
Práctico	9.38%	0.2793

Se les determinó los espectros UV al Eugenol, Isoeugenol y Vainillina obtenidos.

El Eugenol presentó las siguientes bandas estando en solución etérea: 281 nm ($\epsilon = 3018.30$)**; 230 nm - - - - - ($\epsilon = 7000.69$) y 210 nm ($\epsilon = 11146.59$).

(**) El coeficiente de absortividad molar ϵ está expresado en $\text{cm}^{-1} \text{mol}^{-1} \text{lt}$.

El Isoeugenol dió las siguientes bandas en solución etanólica: 292 nm ($\epsilon = 4964.66$); 258 nm ($\epsilon = 10152$) y 222 nm ($\epsilon = 1333.33$).

Las bandas que presentó la vainillina son: 309 nm - - - ($\epsilon = 10261.36$); 279 nm ($\epsilon = 10261.36$); 232 nm - - - ($\epsilon = 14686.36$) y 210 nm ($\epsilon = 9529.54$) en solución etanólica.

En solución etérea las bandas son: 301 nm ($\epsilon = 9486.56$); 273 nm ($\epsilon = 12853.73$) y 228 nm ($\epsilon = 14762.68$).

TABLA DE PROPIEDADES Y RESULTADOS

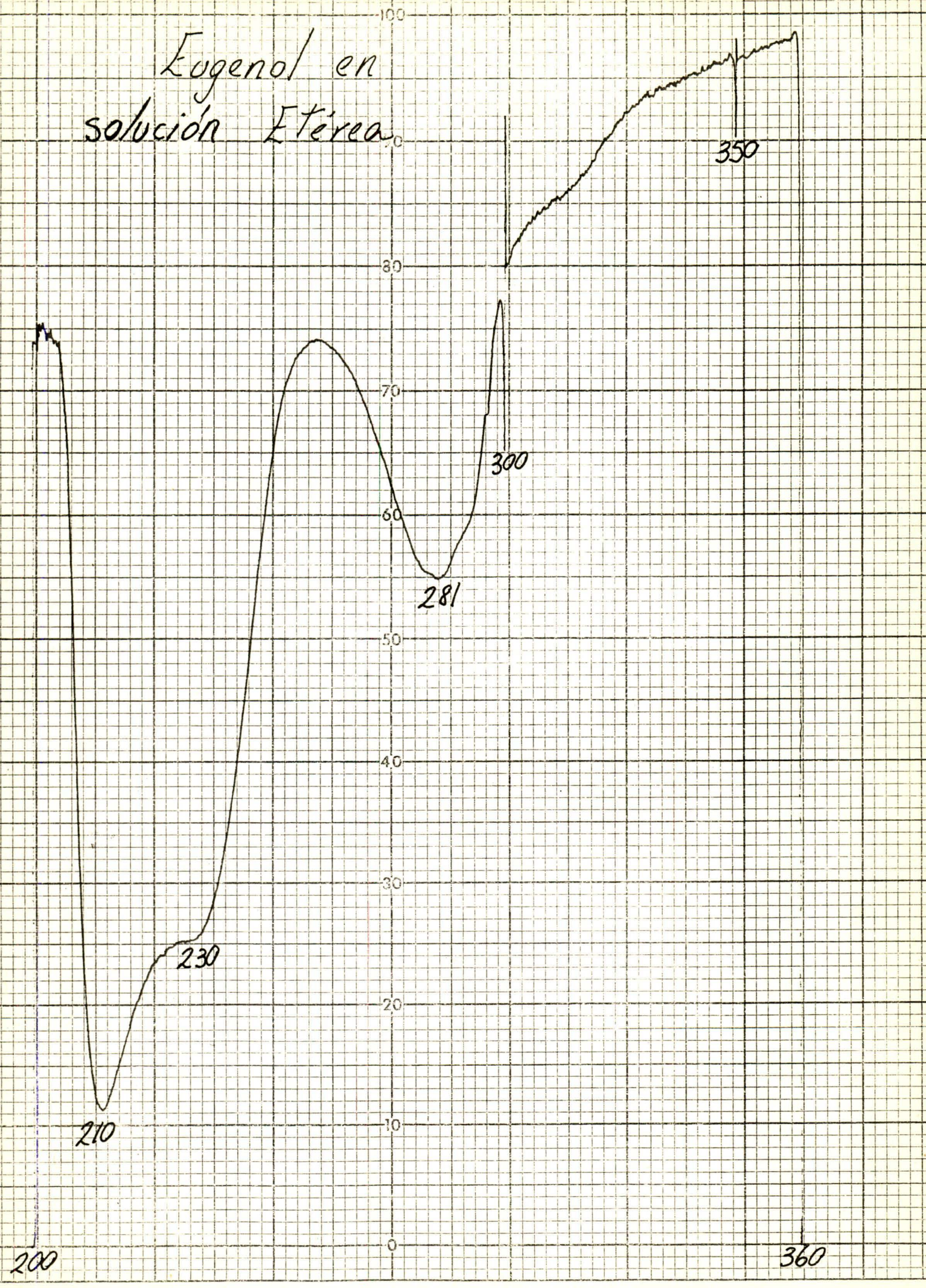
NOMBRE	FORMULA	P.M.	FORMA Y COLOR	P. eb en °C	P. f en °C
EUGENOL	$C_{10}H_{12}O_2$	164.21	Líquido ligeramente amrillento	T = 253.2 E = 253-255	- 7.5
ISOEUGENOL	$C_{10}H_{12}O_2$	164.21	Líquido café rojizo	T = 267	-
VAINILLINA	$C_8H_8O_3$	152.16	Cristales en forma de ahu- jas finas de color blanco o amarillo pal	T = 285	T = 81-83 E = 78-80

TABLA DE PROPIEDADES Y RESULTADOS

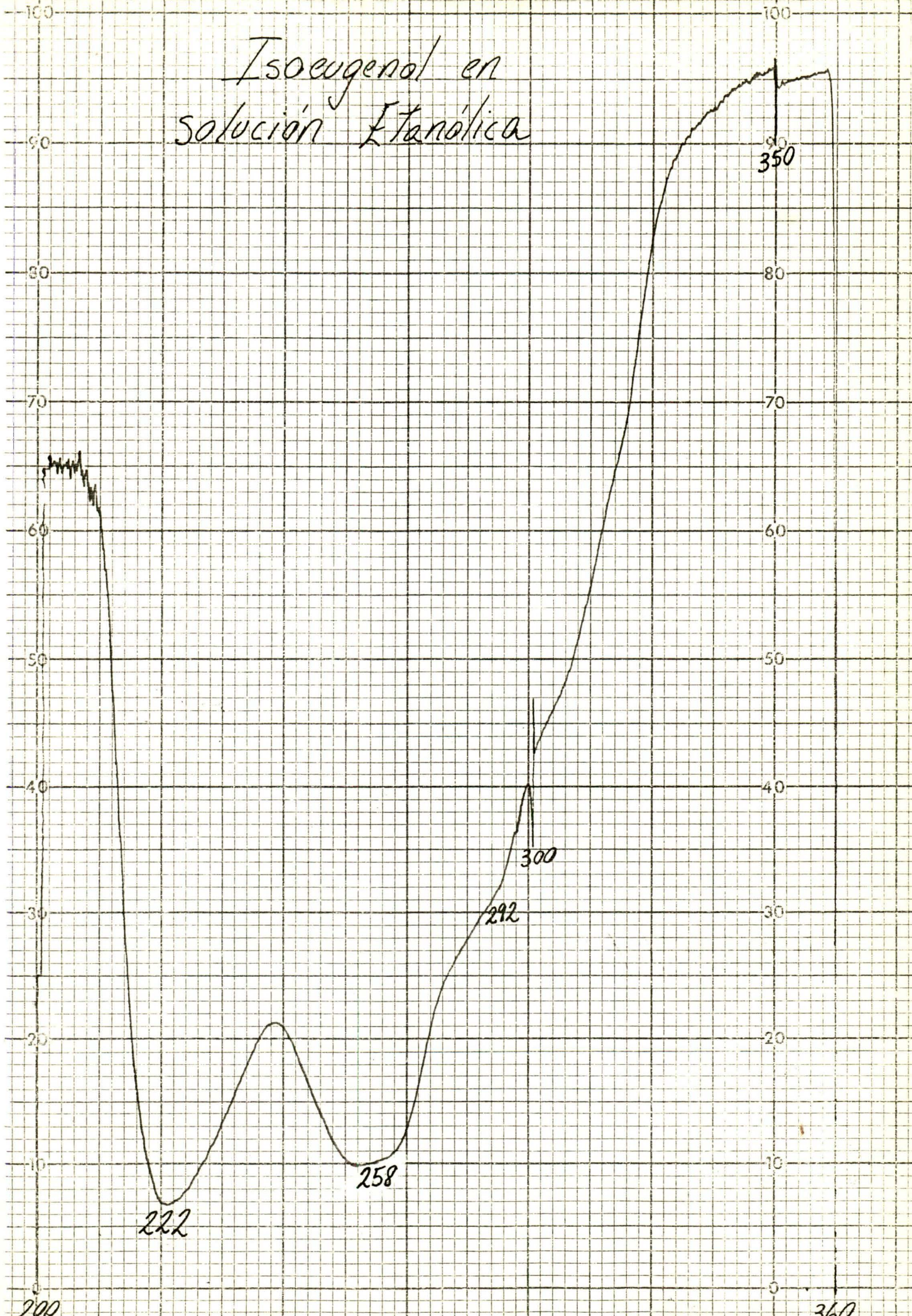
(Continuación)

NOMBRE	DENSIDAD en gr/cm ³	INDICE DE REFRACCION	Rf	SOLUBILIDAD	BANDAS DEL ESPECTRO UV λ nm; ϵ en cm ⁻¹ mol. ⁻¹ lt
EUGENOL	1.0652	T = 1.5410 E = 1.5410	T = 0.60 E = 0.6436 Cloroformo	Alcohol Etílico Cloroformo Eter	281 (2951);230(4074) 206(20893). ETOH 281(3467);230(6761) 206(24547).Eter.
ISOEUGENOL	T = 1.0837 E = 1.0735	T = 1.5784 E = 1.5778	T = 0.60 E = 0.6625 Cloroformo	Alcohol Etílico Cloroformo Eter	292(3802);258(13804) ETOH. 289(3467);255(13490) ISOPENTANOL
VAINILLINA	1.056	-	T - 0.37 E = 0.40 Cloroformo	Alcohol Etílico Cloroformo Eter Ciclohexano Caliente	309(10471);279(10233) 232(14454);208(12023) ETOH 301(933);273(12303); 228(16596);206(13804) ETER

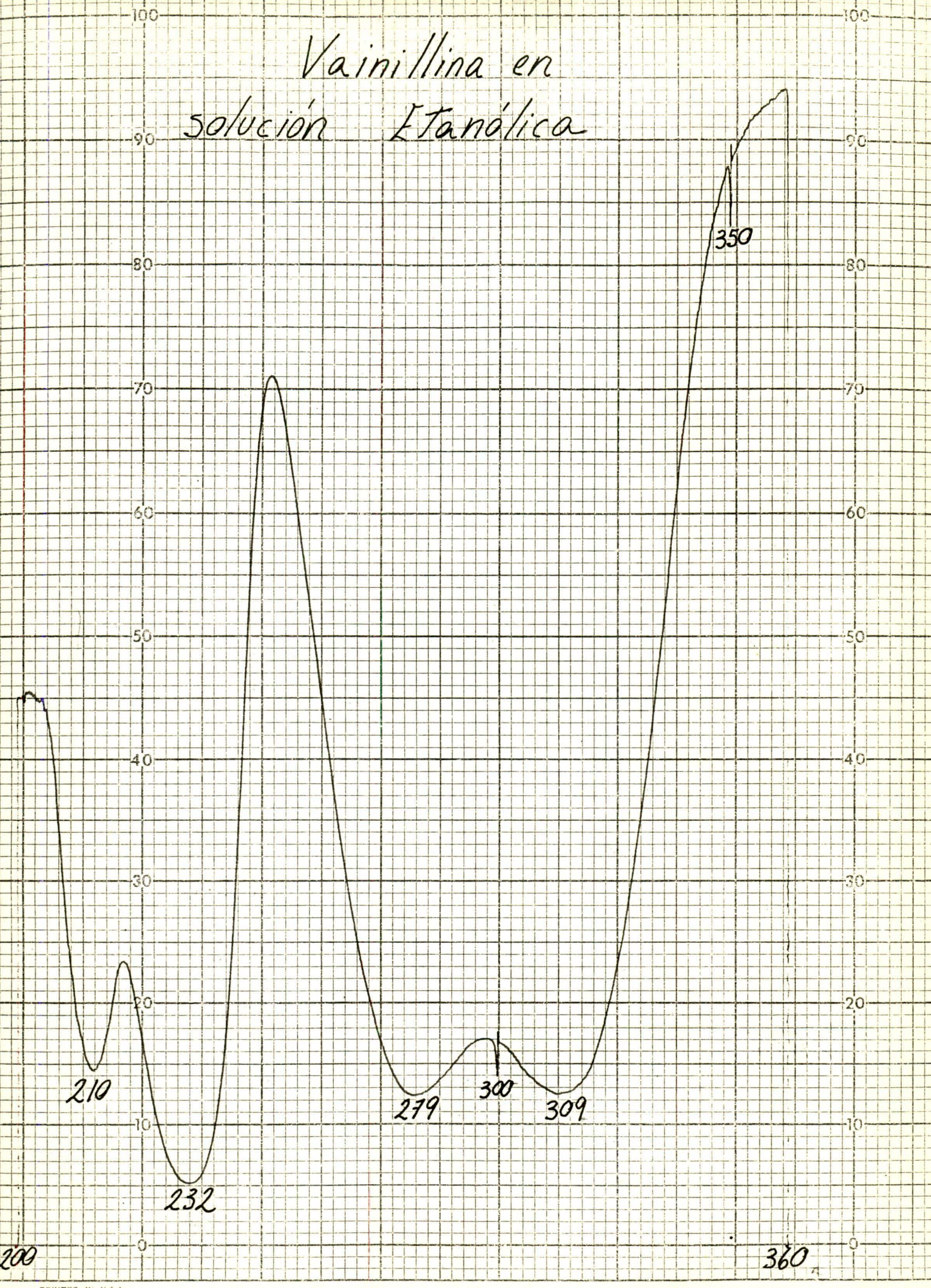
Eugenol en
solución Etérea



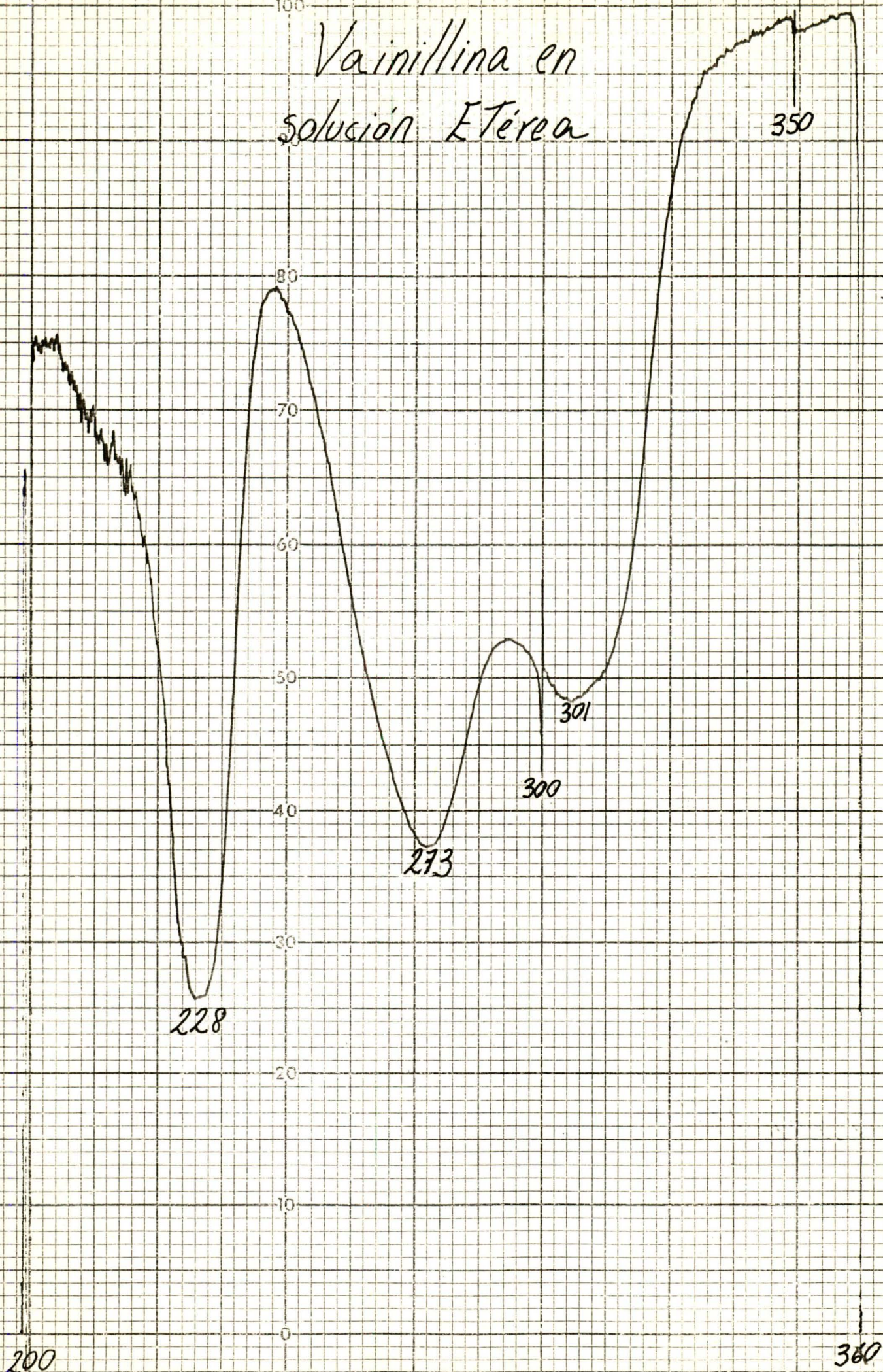
*Isoeugenol en
solución Etanólica*



Vainillina en solución Etanólica



Vainillina en
solución Etérea



DISCUSIONES Y CONCLUSIONES

El Aceite esencial de clavo se obtuvo con bajo rendimiento debido a que la destilación por arrastre con vapor de agua no extrajo todo el aceite, aún cuando el clavo estaba lo suficientemente triturado y el agua añadida hirvió bastante. El experimento se realizó dos veces, la primera ocasión a partir de la quinta parte de la materia prima mencionada en el capítulo de Materiales y Métodos, la segunda vez con la cantidad total; en las dos ocasiones parte de la esencia se quedó en la masa del clavo, cuyo volumen aumentó considerablemente por la absorción de agua dificultando así su separación.

El Eugenol que se separó del aceite esencial tuvo un índice de refracción que coincide con el reportado en la bibliografía. Este experimento se realizó dos veces partiendo de la cantidad de aceite obtenido en la destilación por arrastre. Como la cantidad que se logró extraer de eugenol a partir del clavo fué más baja que el valor reportado en la bibliografía que es de 15% y tomando en cuenta el costo del clavo de especia resulta una pérdida de tiempo y recursos, repetir esta parte del trabajo hasta llegar a obtener una cantidad adecuada de Eugenol por lo que se optó por seguir el proyecto a partir de la Isomerización con el reactivo químico de una Casa Comercial.

La obtención de Isoeugenol se realizó tres veces, las dos primeras ocasiones en que se realizó el procedimiento y utilizando la mitad de los reactivos mencionados en Materiales y Métodos el rendimiento aunque bajo, fué parecido entre sí y el índice de refracción indicaba que el isoeugenol formado no estaba completamente puro al igual que el espectro UV por la banda que aparece en 222 nm, esto es debido a que quedaba eugenol sin reaccionar; se trató de separar el eugenol por destilación y también algo de solvente propilenglicol que quedó, el solvente si se pudo separar pero el eugenol no completamente, esto se debe a que presentan P.eb. muy cercanos el eugenol e isoeugenol; el Rf es igual para los dos por lo que con una cromatografía tampoco se podrían separar y sólo se --

distinguen por la mancha que presenta el Isoeugenol con el reactivo p-nitroanilina- NaNO_2 .

La tercera vez que se efectuó el procedimiento, se aumentó el tiempo de reflujo de una hora y media a dos horas y media y se observó que el rendimiento mejoró quedando de todas maneras eugenol sin reaccionar, notándose en la banda del espectro UV que aparece aún en 222 nm.

Con la dificultad que se tiene al separarlos por ser isómeros el rendimiento mencionado en el capítulo de Resultados no es totalmente confiable.

El procedimiento para la obtención de la vainillina se realizó tres veces. Las dos primeras a partir de la cuarta parte de la cantidad de isoeugenol reportado en Materiales y Métodos y la tercera ocasión con la mitad de la cantidad, mejorándose el rendimiento.

En cuanto a su pureza, se observó un aumento de la vainillina a través de las tres veces en que se realizó el experimento siendo el P.f. muy cercano cada vez al reportado; las bandas que presentó la vainillina fueron iguales a las reportadas tanto en solución etanólica como en solución etérea.

Se puede concluir tanto por el P.f. como por los datos espectroscópicos obtenidos en el rango del UV, que la vainillina se obtuvo con alto grado de pureza.

La obtención de la vainillina a partir de Eugenol tiene importancia debido a que el producto presenta un valor elevado y es una ruta muy utilizada.

Recientemente ha tomado interés la Síntesis de la Vainillina a partir de Licor Sulfítico ya que en este caso la materia prima es un líquido de desecho industrial; y al aprovecharlo, por un lado se evita la contaminación de los ríos y por el otro el costo de producción del compuesto se abate considerablemente.

Por todo lo anterior sería muy interesante realizar un estudio sobre el método, de forma que se comparen los resultados en cuanto a rendimiento y pureza de la Vainillina obtenida a partir de Eugenol y del Licor Sulfítico.

RESUMEN

Cumplíéndose con el objetivo de este trabajo se logró - la Síntesis de la Vainillina partiendo de Eugenol, así como su caracterización.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Billot, Marcel, F. V. Wells, Perfumery Technology
U.S.A., John Wiley & Son, Inc., 1975. p. 252.
- 2.- Faith, W. L., Keyes D. B., Industrial Chemicals
U.S.A., John Wiley & Sons, Inc., 1950. pp. 624
- 3.- Faith, W.L., and others, Industrial Chemicals.
3rd Edition.
U.S.A., John Wiley & Sons, Inc., 1965. pp. 796
- 4.- Fenaroli, Giovanni, Fenaroli's Handbook of Flavor In-
gredients. 2nd Edition.
U.S.A., CRC Press, vol. II, 1975

- 5.- Giral, Francisco Prof., Prof. C. A. Rajahn, Productos Químicos y Farmacéuticos.
México, D. F., Editorial Atlante, vol. 2, 1946
p.p. 283.
- 6.- Grasselli, J.G., W.M. Ritchey, Atlas of Spectral Data and Physical Constants for Organic Compounds
U.S.A., CRC Press, vol. II, 1975.
- 7.- Handbook of Chemistry and Physics. 58th Edition.
U.S.A., The Chemical Rubber Comapny, 1974.
- 8.- Handbook of Chromatography.
U.S.A., CRC Press, vol. II, 1974. p. 160.
- 9.- H. and Peterson, Arnold, Martin S., Encyclopedia of Food Technology.
U.S.A., The AVI Publishing Company Inc., vol. 1,
1974. pp. 924.
- 10.- Hortwtz, William Editor, Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists.
11th Edition.
Baltimore, Maryland, Montype Composition Company
Inc., 1970. pp. 316.

- 11.- Kirk, Raymond E., Donald F. Othmer, Enciclopedia de Tecnología Química.
U.S.A., Unión Topográfica Editorial Hispano-Americana, vols. 7, 14, 15, 1966. pp. 857, 103, 852.
- 12.- Kirk, Raymond E., Donald F. Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology. 3rd Edition.
U.S.A., Editorial Board, John Wiley & Sons Inc., vol. 23, 1982. pp. 704.
- 13.- Lampaman, Gary M., and Others. "The Preparation of Vainillina from Eugenol and Sawdust".
In: Journal of Chemical Education.
U.S.A., vol. 54, 1977. pp. 776
- 14.- Pucher, W. A., Perfumes, Cosmetics and Soaps. 8th Edition.
U.S.A., Chapman and Hall Ltd, vols. I, II, 1977. pp. 370, 161.
- 16.- Sarkanen, K. V., C.H. Ludwing, LIGNINGS. Occurrence, Formation, Structure and Reactions.
U.S.A., Wiley - Interscience, 1971. p. 434.
- 17.- Shreve, R.N., Chemical Process Industries. 3rd Edition.
U.S.A., Mc Graw-Hill, 1967. pp. 514

- 18.- Shriner, Ralph L., y Otros, Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos.
México, Editorial Limusa, S. A., 1982. pp. 142.
- 19.- The Merck Index. An Encyclopedia of Chemicals and Drugs. 8th Edition.
U.S.A., Merck & CO, Inc., 1968.
- 20.- Tomlinson, George H. 2nd, Harold Hibbert, "Studies on Lignin and Related Compounds. XXIV. The Formation of Vainillin from Waste Sulfite Liquor".
In: Journal of American Chemical Society.
U.S.A., vol. 58, 1936. pp. 345.

900205

