

Patrón Trujillo, Graciela

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

TESIS

QUE PRESENTA LA ALUMNA

Graciela Patrón Trujillo

PARA PRESENTAR EXAMEN PROFESIONAL DE LA CARRERA DE
QUIMICO

DETERMINACION DE CONTENIDOS MINIMOS DE
ALFA-NAFTOL EN BETA-NAFTOL

MEXICO, D. F. - 1949



QUIMICA

141



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

TESIS

QUE PRESENTA LA ALUMNA

Graciela Patrón Trujillo

PARA PRESENTAR EXAMEN PROFESIONAL DE LA CARRERA DE

QUIMICO

DETERMINACION DE CONTENIDOS MINIMOS DE
ALFA-NAFTOL EN BETA-NAFTOL

MEXICO, D. F. - 1949



QUIMICA

A mis queridos padres
Sr. Manuel Patrón y Sra. Graciela J. de Patrón.

Con el mayor respeto a los R. R. P. D.

Fray David Cerezo O. F. M.

y

Fray Domingo Diaz O. F. M.

*Agradezco sinceramente al
Dr. Phil F. L. Hahn,
tanto por haberme proporcionado el tema
de la tesis como por su ayuda para
desarrollarlo*

A mis maestros y familiares

“DETERMINACION DE CONTENIDOS MINIMOS DE
ALFA-NAFTOL EN BETA-NAFTOL”

INTRODUCCION

El beta-naftol (2-hidroxinaftaleno), tiene importancia industrial por ser un componente de los colorantes azoicos de color rojo vivo, tipo de colorantes baratos usados para teñir algodón, artisela, etc., y principalmente para fondos en la estampación.

Ahora bien: el beta-naftol (por causas que veremos más adelante) está impurificado con el isómero alfa, el cual produce tintes distintos a los del beta-naftol que aún en cantidades pequeñas afectan notablemente el tono de los colorantes; por lo que darse cuenta del contenido en alfa-naftol, que tiene una existencia del compuesto beta destinada a teñir telas, es un problema que interesa a la industria de los colorantes.

Se dará más adelante un resumen breve de los métodos que se conocen para llevar a cabo este análisis y la descripción de uno nuevo sencillo y sensible.

	Pág.
INTRODUCCION	1
CAPITULO I Causas por las que el beta-naftol industrial siempre contiene cantidades notables de alfa-naftol	5
CAPITULO II Colorantes azoicos.—Métodos conocidos para medir alfa y beta-naftol y especialmente un contenido de alfa en beta-naftol.—Crítica de estos métodos	9
CAPITULO III Elaboración de un nuevo método para la determinación de contenidos de alfa en beta-naftol. Sensibilidad de la reacción del alfa-naftol mezclado con beta-naftol ambos en estado sólido.—Purificación del beta-naftol 19	
CONCLUSIONES	31

CAPITULO I

CAUSAS POR LAS QUE EL BETA-NAFTOL INDUSTRIAL
SIEMPRE CONTIENE CANTIDADES NOTABLES DE
ALFA-NAFTOL

El método usual para obtener el beta-naftol se basa en la sulfonación del naftaleno que, bajo condiciones apropiadas, produce algo como un 85 por ciento de ácido beta-naftol sulfónico más un 15 por ciento del isómero alfa. Las condiciones aludidas son: el ácido sulfúrico de 93-98 por ciento y la temperatura aproximadamente de 160°C Bajando la temperatura incrementa el ácido alfa-naftalén sulfónico hasta tener no más de un 4 por ciento del isómero beta, mientras que a temperatura más alta el naftaleno sufre reacciones de descomposición de modo que, las condiciones indicadas y un rendimiento del ácido beta-naftalén sulfónico de un 85 por ciento, constituyen el óptimo posible.

Los ácidos alfa y beta-naftalén sulfónicos se pueden separar posteriormente de la siguiente manera:

A la mezcla resultante de la sulfonación se le agrega sal común, con lo cual disminuye notablemente la solubilidad, más para el ácido beta-naftalén sulfónico que para el isómero alfa. De modo que el precipitado cristalino que se forma contiene en primer lugar el ácido beta-naftalén sulfónico, pero siempre algo del compuesto beta correspondiente.

No es posible eliminar este último completamente con aquellos procedimientos que pueden practicarse económicamente en la industria; tampoco parece que los otros procedimientos que se han propuesto para la purificación, por ejemplo, la precipitación de las sales calcáreas que luego se descomponen con ácido sulfúrico, son económicamente practicables.

CAPITULO II

COLORANTES AZOICOS.—METODOS CONOCIDOS PARA MEDIR ALFA Y BETA-NAFTOL Y ESPECIALMENTE UN CONTENIDO DE ALFA EN BETA-NAFTOL.—CRITICA DE ESTOS METODOS

COLORANTES AZOICOS

Estos colorantes se obtienen por copulación de compuestos diazoicos con los compuestos cíclicos que tengan átomos de hidrógeno activados por la presencia de grupos OH-, NR₂ (R= hidrógeno o radicales alifáticos o aromáticos), enlaces dobles, etc.

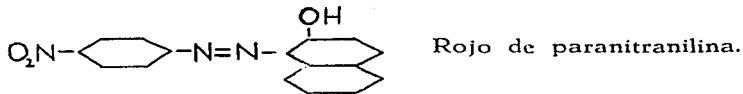
Así, copulando el beta-naftol con una amina diazotada, se forman los colorantes que han motivado este estudio, que son los colorantes que se desarrollan en la fibra por no tener grupos del ácido sulfónico y, por lo tanto, son insolubles y no se pueden usar de un modo ordinario.

La reacción de copulación se lleva a cabo en solución alcalina y se desarrolla por lo general de un modo rápido y cuantitativo. Debido a que la obtención del diazo cuerpo por su fácil descomposición, únicamente se puede efectuar valiéndose del hielo (enfriando), estos colorantes se llaman también colorantes "hielo".

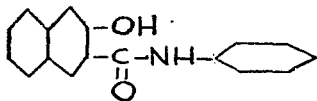
El representante más importante de este grupo y además uno de los primeros que se encontraron es el rojo de paranitranilina. Se obtiene por impregnación de la tela con beta-naftol en solución de álcali cáustico, se seca la tela impregnada y posteriormente se desarrolla el color pasándola por una solución fría de paranitranilina diazotada.

El colorante obtenido es un rojo brillante muy sólido a la luz y a los álcalis, es decir, al lavado (muchos de los colorantes azoicos se caracterizan por su poca solidez).

Su estructura es:



Los fenoles empleados en la operación de batanado para todos los propósitos prácticos son el beta-naftol y el grupo del naftol AS (anilina del ácido beta-oxinaftoico).



Naftol AS.

Las aminas aromáticas para preparar la solución diazo y el tono del colorante formado impregnado el material en beta-naftol, se indica en la siguiente tabla que es sólo una lista parcial, pero que contiene las combinaciones más importantes:

DIAZO CUERPO

Alfanaftilamina
 Anilina
 Bencidina y tolidina
 Betanaftilamina
 Cumidina
 Dianisidina
 Dianisidina y sales de cobre
 Diaminodifenilamina
 Fenetidina
 M-nitranilina
 P-nitro-o-anisidina
 Tolidina
 Xilidina

TONO DE COLOR

Burdeos
 Amarillo naranja
 Pulga
 Rojo turco
 Escarlata azulada
 Violeta
 Azul
 Negro
 Escarlata
 Naranja
 Rojo azulado
 Café rojizo
 Rojo

Para obtener estos tonos, el beta-naftol debe estar lo más exento posible del isómero alfa, principalmente para los tonos rojo vivo, ya que su presencia daría lugar a la formación de tintes turbios. En todo caso el alfa-

naftol puede servir en cantidades reducidas como adición al beta-naftol para oscurecer los tonos obtenidos, pero se debe evitar todo exceso porque perjudicaría la solidez del colorante. Fuera de este caso puede decirse que el alfa-naftol siempre es perjudicial, aún en cantidades muy pequeñas.

MÉTODOS CONOCIDOS PARA MEDIR ALFA Y BETA-NAFTOL Y PRINCIPALMENTE UN CONTENIDO DE ALFA EN BETA-NAFTOL.—CRÍTICA DE ESTOS MÉTODOS

Anteriormente dijimos que al combinar un naftol con un diazo cuerpo, la reacción se efectúa de una manera rápida y cuantitativa. De esta propiedad se basan los análisis más importantes, en los cuales podemos determinar cantidades mínimas de alfa y de beta-naftol y principalmente por ser lo que nos interesa: los contenidos de alfa en el beta-naftol.

Para la determinación cualitativa de los naftoles se puede usar las siguientes reacciones características, en las que el alfa y el beta-naftol reaccionan de distinta forma:

REACTIVO	ALFA-NAFTOL	BETA-NAFTOL
1.—Cloruro férrico en solución acuosa. ¹	Coloración roja cambiando a violeta.	Coloración verde pálido.
2.—Yodo - yoduro de potasio en exceso de hidróxido de sodio. ¹	Líquido incoloro.	Líquido turbio o de color violeta intenso.
3.—Solución alcohólica de sulfato de cobre más cianuro de potasio. ²	Precipitado violeta. Coloración violeta que se intensifica por ebullición.	Precipitado amarillo. Coloración amarilla cambiando a rojo violeta por ebullición.
4.—Cloramina C en solución acuosa. ³		



5.—Solución de dicromato de potasio más ácido nítrico dil. ¹	Precipitado negro.	No hay precipitado.
6.—Prusiato rojo en solución alcalina.	Coloración café.	Coloración amarilla turbio.
7.—Vainillina disuelta en ácido sulfúrico. ¹	Coloración rojo permanente.	Coloración violeta.
8.—Acido titánico en solución sulfúrica. ²	Coloración verde que por dilución pasa a violeta.	Coloración rojo - sangre permanente.
9.—Hidrato de cloral. ¹	Coloración rojo - rubi intensa. transparente. no fluorescente.	Coloración azul transparente, no fluorescente.
10.—Hidrato de cloral y ácido. ¹	Coloración azul-verde intensa. no transparente.	Coloración amarilla intensa transparente.
11.—Hidrato de cloral, ácido y zinc. ¹	Coloración azul violeta (el agua da un precipitado violeta fluorescente). La solución alcohólica da coloración violeta-rojizo con fluorescencia violeta.	Coloración café (el agua forma un precipitado grasoso). La solución alcohólica da coloración amarilla con fluorescencia azul.
12.—Nitrito de sodio con sulfato ácido de mercurio. ¹	Coloración roja y después un precipitado parecido al yoduro de mercurio.	

Las reacciones de los números del 1-6 son de oxidación (la número 6 es reacción nueva). Las de los números 7-11 no son de oxidación ni de reducción, únicamente son características de los reactivos. La número 12 es dudosa si es de oxidación o de reducción.

Las reacciones producidas por el alfa y el beta-naftol con los siguientes compuestos diazotados y efectuada la copulación en medio alcalino son también características.

AMINA DIAZOTADA	ALFA-NAFTOL	BETA-NAFTOL
13.—Anilina. ¹	Coloración roja.	Precipitado.
14.—Naftionato de sodio. ¹	Coloración ligera.	Precipitado en forma de polvo cristalino.
15.—Para - aminofenol o ácido para-amino salicílico. ²	Disuelto (el alfa-naftol) en hidróxido de sodio, coloración azul que pasa a violeta.	Disuelto en hidróxido de sodio (el beta-naftol). no da reacción.
16.—Acido sulfanílico. ¹	Coloración rojo - naranja.	Coloración amarilla.
17.—O-nitro - p - cloro anilina.	Coloración rojo - azulosa.	Coloración naranja.

Debido a la gran facilidad que tienen los compuestos diazotados para copularse con los naftoles, tomando como ejemplo la reacción número 14 podemos determinar el alfa en el beta-naftol. Este procedimiento lo mencionaremos a título de ejemplo para poder hacer una comparación con el que hemos encontrado en la práctica.

El naftol se hace reaccionar con naftionato de sodio (sal del ácido alfa-

naftilamin-4-sulfónico) diazotado con nitrito de sodio en presencia de ácido sulfúrico. La muestra que se va a analizar se disuelve previamente en una solución de hidróxido y carbonato de sodio; una vez disuelta se enfría abajo de 5°C y se agrega lentamente el compuesto diazo que se ha preparado. Si el beta-naftol está puro el compuesto azo se precipitará completamente en forma de polvo cristalino-fino y apenas aparecerá un color ligero en la solución (mientras se han añadido las primeras porciones del compuesto diazo); por el contrario, si está presente el alfa-naftol se formará una solución colorida.

Este procedimiento tiene el inconveniente que si se continúa agregando el diazo compuesto, entonces por la presencia del alfa-naftol, la solución se oscurece por la formación de una pasta colorida espesa, pero hirviendo la solución la pasta se asienta en forma de una capa de cristales y el líquido que sobrenada queda más o menos colorido con el compuesto de alfa-naftol.

El método es largo y se puede acortar de la siguiente manera:

En lugar de combinar la totalidad de la solución del beta-naftol se toma únicamente la cantidad que va a reaccionar con el compuesto diazo, se agitan bien el beta-naftol y el compuesto diazo, no es necesario hervir el producto y como el colorante insoluble se asienta, mojando pedazos de papel filtro en el líquido que sobrenada y comparando el tinte con el obtenido similarmente con mezclas de beta-naftol puro con un por ciento conocido de alfa-naftol se puede tener idea exacta de la cantidad de alfa-naftol presente.

En lugar de usar pedazos de papel filtro para hacer la comparación se preparan soluciones tipo (alfa-en beta-naftol).

Por este procedimiento se puede determinar, según las indicaciones de la literatura, hasta 0.1 por ciento de alfa-en beta-naftol.

BIBLIOGRAFIA

- 1 Allen's Commercial Organic Analysis. Vol. III, págs. 227-232. Blakiston Co. Philadelphia. 1943.
- 2 Ullman Enciclopedia. Vol. V, págs. 658-661.
- 3 Chemical Abstracts P 50647. 1941.
- 4 Chemical Abstracts P 54167. 1941.
- 5 Chemical Abstracts P 86997. 1938.

CAPITULO III

ELABORACION DE UN NUEVO METODO PARA LA DETERMINACION DE CONTENIDOS DE ALFA EN BETA-NAFTOL.—SENSIBILIDAD DE LA REACCION DEL ALFA-NAFTOL MEZCLADO CON BETA-NAFTOL, AMBOS EN ESTADO SOLIDO.—PURIFICACION DEL BETA-NAFTOL

ELABORACION DE UN NUEVO METODO PARA LA DETERMINACION DE CONTENIDOS DE ALFA EN BETA-NAFTOL

A base de la anterior reseña general y tomando en cuenta que el alfa-naftol reacciona con toda la gama de aminas diazotadas, nos ha parecido usar como compuestos diazotables a la paranitranilina y a la o-nitro-p-cloro anilina.

En cuanto a la paranitranilina vimos que ya hay un método para el análisis del alfa en el beta-naftol y que usa la paranitranilina, en el que la extracción se hace con tolueno; este método no es bastante sensible, pues de una muestra de 0.144g del naftol por analizar se puede determinar únicamente 0.01g de alfa-naftol, es decir, un 0.7 por ciento.

En primer lugar, hicimos una comparación de la sensibilidad de la reacción del alfa-naftol entre la paranitranilina y la o-nitro-p-cloro anilina y se vió que esta substancia era más sensible a la reacción, que a continuación describimos, que la paranitranilina, por lo que hicimos únicamente las pruebas con la o-nitro-p-cloro anilina, partiendo de esta substancia diazotada en estado sólido (sal de rojo 3GL) y de una solución alcohólica de alfa-naftol puro de una concentración de 100 gamas/ml, efectuando la prueba de la siguiente manera:

Se mezcló 1 ml de la solución del alfa-naftol con una gota del reactivo (sal de rojo 3G1, 1mg/ml) más una gota de acetato de sodio (aproximadamente 2N) y por último a esta mezcla reaccionante se le agregó una gota de hidróxido de sodio (aproximadamente 2N), dando una coloración rojo-azulosa muy intensa.

Una solución de alfa-naftol de 10 gamas/ml (solución A) da también una reacción fuerte, por lo que hicimos las siguientes pruebas, obteniéndose los resultados que a continuación se expresan:

ml de la solución A	ml de agua destilada	gamas/ml de alfa-naftol	Reacción
9.0	1.0	9.0	Visible fuera de duña.

8.0	2.C	8.0	Visible fuera de duda.
7.0	3.C	7.0	Visible fuera de duda.
5.0	4.C	5.0	Visible fuera de duda.
5.0	5.0	5.0	Visible fuera de duda.
4.0	6.0	4.0	Visible fuera de duda.
3.0	7.C	3.0	Visible fuera de duda.
2.0	8.C	2.0	Débil, pero segura.
1.0	9.0	1.0	Insegura.

El beta-naftol en iguales condiciones produce un color amarillo naranja, notablemente menos intenso que el tono producido por el alfa.

Bajo las mismas condiciones que la o-nitro-p-cloro anilina y por vías de comparación se estudió la reacción con prusiato de potasio, obteniéndose la coloración característica (café).

La sensibilidad de la reacción es la siguiente:

Concentración del alfa-naftol	Reacción
9.0 gamas/ml	positiva
8.0 ..	positiva
7.0 ..	débil
6.0 ..	casi nula
5.0 ..	nula

La sensibilidad de la reacción con o-nitro-p-cloro anilina diazotada es mucho mayor, ya que con una concentración de alfa-naftol de 3 gamas/ml la reacción es completamente segura, mientras que con prusiato de potasio lo es con 8 gamas/ml y no es posible mejorar esta reacción usando en lugar de hidróxido de sodio solución de amoníaco, ni por otras variaciones.

SENSIBILIDAD DE LA REACCION DEL ALFA-NAFTOL MEZCLADO CON BETA-NAFTOL, AMBOS EN ESTADO SOLIDO

Para determinar la sensibilidad de la reacción anterior partimos como es obvio, de alfa y beta-naftol exentos totalmente de los isómeros correspondientes. La purificación del beta-naftol se llevó a cabo con cristalizaciones sucesivas que veremos adelante detalladamente.

La preparación de las soluciones por examinar las hicimos como sigue: En un mortero trituramos la mezcla de los naftoles (beta-naftol conteniendo una cantidad controlada de alfa-naftol) y cloruro de sodio Q. P. para facilitar la unión más íntima de los naftoles, rompiendo sus cristales suaves mediante la sal más dura; después agregamos agua destilada, con lo que se disolvió el alfa-naftol, y una porción del beta que siempre es constante (solución saturada). Se filtró la solución, agregando los reactivos como en el caso de la solución del alfa-naftol, obteniéndose la reacción característica del alfa-naftol hasta el límite que indicaremos a continuación:

		0.1 g de Mezcla A	
Mezcla A	1.0 g de alfa-naftol	1.0 g de cloruro de sodio	Reacción muy fuerte
	99.0 g de beta-naftol	5.0 ml de agua destilada	
		Reactivos	

Bajo las mismas condiciones hicimos las siguientes mezclas

Mezcla B	1.0 g de mezcla A 9.0 g de beta-naftol	Reacción muy fuerte
Mezcla C	1.0 g de mezcla B 9.0 g de beta-naftol	Reacción muy fuerte.
Mezcla D	1.0 g de mezcla C 9.0 g de beta-naftol	Reacción débil, pero segura.
Mezcla E	1.0 g de mezcla D 9.0 g de beta-naftol	Reacción insegura.

SENSIBILIDAD DE LA REACCION

% de alfa-naftol presente en beta	Reacción
1.0	Muy fuerte.
0.1	Muy fuerte.
0.01	Fuerte.
0.001	Débil, pero segura.
0.0001	Insegura.

Como dijimos anteriormente, la reacción del alfa-naftol con la o-nitro-p-cloro anilina diazotada es bastante sensible, aun mezclado (el alfa-naftol) con el isómero, pues con la mayor seguridad podemos comprobar si una muestra de beta-naftol contiene cantidades tan pequeñas de alfa-naftol como 0.001 por ciento.

PURIFICACION DEL BETA-NAFTOL

Ya que las coloraciones producidas por el alfa y el beta-naftol son, respectivamente, rojo-azuloso y amarillo naranja, la primera tarea consiste en recrystalizar las muestras de beta-naftol tantas veces que la reacción producida en dos aguas madres de cristalizaciones consecutivas sea del mismo color amarillo naranja sin variación (tono puro). Se puede suponer, llegado a este punto, que la materia sólida obtenida en la última reacción es beta-naftol completamente exento del compuesto alfa.

Partimos de 50 g del beta-naftol disolviéndolo en 100 ml de alcohol de 96° y en baño maría; después se agregaron 300 ml de agua destilada para cristalizar y se dejó hasta el día siguiente en el refrigerador. La cristalización se filtró a succión y se lavó con 100 ml de agua fría.

Tenemos pues:

Primera cristalización del beta-naftol, 480 g (después de secar).

Aguas madres de la primera cristalización, 405 ml.

A continuación se tomaron 20 g de beta-naftol de la primera cristalización, disolviéndola en 96 ml de alcohol al 50 por ciento y agregando el agua necesaria para cristalizar.

Segunda cristalización del beta-naftol, 19.8 g (12.7 del alcohol y 7.1 g de las aguas madres).

Aguas madres de la segunda cristalización, 206 ml.

Por último hicimos una tercera cristalización partiendo de 2.5 g del beta-naftol de la segunda cristalización que disolvimos en 10 ml de alcohol de 96°, diluyéndola hasta 500 ml.

Tercera cristalización del beta-naftol, 1.1335 g.

Aguas madres de la tercera cristalización, 500 ml.

Las aguas madres de la primera cristalización dieron una reacción enorme, tanto con la sal de rojo 3GL (o-nitro-p-cloro anilina diazotada en estado sólido) como con la paranitranilina diazotada en el momento de efectuar la reacción (dando en este caso una coloración azul intensa).

Hicimos una comparación aproximada de la coloración producida por el alfa-naftol (empleando una solución tipo) y las aguas madre obtenidas de la primera cristalización, usando como reactivo la sal de rojo 3GL y haciendo la comparación con el colorímetro fotoeléctrico.

Solución problema diluída 1:100	Agua desti- lada	Lectura del colorímetro
5.0 ml	0.0 ml	91.0
4.0 ml	1.0 ml	83.0

Solución de alfa-naftol 10 gamas/ml	Agua dest. lada	Lectura del colorímetro
0.5 ml	4.5 ml	22.0
1.0 ml	4.0 ml	67.0
1.5 ml	3.5 ml	78.5
2.0 ml	3.0 ml	100.0

Tomando en cuenta estas lecturas, el contenido de alfa-naftol en las aguas madres de la primera cristalización es de 37.5 gamas/ml.

De las aguas madres de la segunda cristalización obtuvimos una reacción positiva de alfa-naftol, pero débil, y de las de la tercera la reacción fué nula.

Era de suponerse que: dando las aguas madres de la tercera cristalización una reacción negativa del alfa-naftol, los cristales formados en esta operación deberían consistir en beta-naftol puro; esto se comprobó de la siguiente manera:

0.5 g de beta-naftol purificado se disolvieron en 1 ml de alcohol de 96°. se agregaron 5 ml de agua para precipitar la mayor parte del compuesto, se enfrió con hielo y se filtró. El filtrado, efectivamente, dió reacción nula de alfa-naftol con la sal de rojo 3GL.

PRECAUCIONES QUE DEBEN OBSERVARSE

Es de notar que: en la operación de preparar a base de este beta-naftol purificado, soluciones con una relación conocida entre los contenidos de alfa y de beta-naftol, hemos tenido un fracaso notorio en las primeras experiencias.

Se usé para este fin la solución de alfa-naftol con la cual en los primeros ensayos se había establecido la sensibilidad de la prueba colorimétrica (en solución conteniendo únicamente el compuesto alfa); esta vez se agregaron a volúmenes medidos de soluciones de alfa-naftol de contenido aparentemente conocido, cantidades pesadas del beta-naftol purificado; después de la disolución de éste y de agregar agua para precipitarlo en su mayor parte, se examinó el filtrado. Sorprendentemente en ninguna de las experiencias se observó una reacción positiva de alfa-naftol, aún cuando el contenido calculado de alfa en el beta era muchas veces mayor que el límite que establecimos con los dos compuestos en estado sólido (0.001 por ciento de alfa en beta-naftol).

La explicación se encontró repitiendo las mismas pruebas con la solución de alfa-naftol sin agregar beta; también en este caso la reacción era negativa. Soluciones recién preparadas de alfa-naftol sólido en concentración conocida dieron nuevamente, como antes, reacciones positivas.

Evidentemente, conservando una solución de alfa-naftol bastante diluída desde los primeros ensayos hasta haber terminado la purificación del beta-naftol; el alfa-naftol fué absorbido por la pared alcalina del frasco de almacenaje debido a su carácter (del alfa-naftol) de ácido débil. Este es un fenómeno no desconocido en microquímica que soluciones muy diluídas no deben conservarse, sino prepararse inmediatamente antes de usarlas, diluyendo convenientemente soluciones concentradas conocidas.

BIBLIOGRAFIA

Allen's Commercial Organic Analysis. Vol. III, págs. 227-232; Vol. VI, págs. 431. Blakiston Co. Philadelphia. 1943.

Ritcher George H. Text book of Organic Chemistry second Ed., págs. 564-567-568. John Willey and Sons Inc. New York. 1945.

Hill and Kelly Organic Chemistry, págs. 701. Blakiston Co. Philadelphia. 1944.

Ullman Enciclopedia. Vol. V, págs. 658-661. 1936.

CONCLUSIONES

El problema de reconocer pequeñas cantidades de alfa-naftol en el compuesto beta es de importancia en el teñido con los colorantes azo formados a base de beta-naftol, porque con varias aminas diazotadas los tintes que se forman acoplándolas con el compuesto alfa difieren notablemente con los tintes más claros que da el compuesto beta. El beta-naftol impuro produce, por lo tanto, matices indeseables y basándonos exactamente en este fenómeno hemos podido elaborar un método sencillo, rápido y sumamente sensible para comprobar la pureza o la contaminación de un beta-naftol. Este método consiste en un proceso de enriquecimiento de la impureza que pasa a un filtrado alcohólico acuoso, mientras que la casi totalidad del producto beta se precipita. El líquido se examina con o-nitro-p-cloro anilina diazotada, que se puede conseguir y conservar en forma sólida (sal de rojo 3GL), o también diazotando la paranitranilina inmediatamente antes de efectuar la prueba (en este caso es menos sensible la reacción). Para esta prueba no se necesita más de 0.5 g del material; se puede comprobar con seguridad absoluta la presencia de 0.001 por ciento de alfa-naftol y el tiempo necesario de trabajo no es más de cinco minutos.

RECEIVED
JAN 10 1944