

de Tablas -

61(04)

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**



**UNIVERSIDAD FEMENINA DE MEXICO**

**CUANTEO DEL BETA NAFTOL**  
**POR**  
**BROMOMETRIA**

**TESIS**

**QUE PRESENTA**

**OFELIA CASTILLO VILLANUEVA**

**PARA OBTENER EL TITULO DE**

**QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO**

**MEXICO, D. F., 1957**



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.

37

61 (64)

Castillo Villanueva, Ofelia.

**Tesis Profesional**

*Con todo cariño,  
a mis padres como un  
pequeño homenaje a sus  
sacrificios*

*A mis hermanos,  
como un estímulo*

*A tía Luchi,  
con cariño*

*Cariñosamente a la Sra.  
Mta. del Consuelo Hidalgo  
y Mondragón, por su  
acertada dirección en mis  
estudios*

*Respetuosamente a la Sra.  
Adela Formoso de Obregón  
Santacilia, fundadora de  
la Universidad Femenina  
de México*

*A mi honorable Jurado*

Introducción.

Capítulo I.—Bases del Método.

Capítulo II.—Técnicas seguidas.

Capítulo III.—Resultados obtenidos.

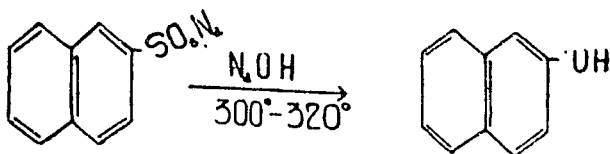
Capítulo IV.—Conclusiones.

Capítulo V.—Bibliografía.

## CONSIDERACIONES GENERALES SOBRE EL BETA NAFTOL

Es un derivado mono sustituido del naftaleno y al estado natural lo encontramos en el alquitrán de hulla. En el comercio se produce por fusión alcalina del beta naftalén sulfonato de sodio: calentando el naftaleno con ácido sulfúrico concentrado, a temperatura que no exceda de 80°C, se forma principalmente el ácido alfa naftalén sulfónico; pero, si la mezcla se calienta a 160°C, obtenemos su isómero, el ácido beta, debido a la transformación del isómero alfa en beta. Ambos son cristalinos y muy higroscópicos.

Los ácidos naftalén sulfónicos, fundidos con potasa cáustica, se convierten en naftoles  $C_{10}H_7OH$  con propiedades muy semejantes a las del fenol. En el laboratorio se practica la reacción con una parte de hidróxido de sodio, al que se agrega un 23% de agua para disminuir su punto de fusión y 1.5 parte del sulfonato; en la industria la cantidad de sulfonato se aumenta a 2.8 partes. Se mantiene la fusión a 270 -- 290°C, mientras se agrega el sulfonato y se eleva, después, hasta 318°C. La mezcla enfriada se extrae con agua y se acidula la solución; el rendimiento en beta naftol una vez purificado por destilación es de 84%. Puede conseguirse cierta economía en el proceso técnico añadiendo las aguas madres de precipitar el beta naftol —que contienen sulfito de sodio— a la mezcla de sulfonación diluida, cuando se prepara el sulfonato, al objeto de salificar éste y hacer más completa su precipitación; se libera, así anhídrido sulfuroso que se utiliza para acidular la solución procedente de la fusión alcalina y precipitar el beta naftol.



Lo podemos obtener también por fusión alcalina del sulfonato de potasio. El hidróxido de potasio se coloca en un crisol de níquel, cobre o hierro, con una pequeña cantidad de agua para facilitar la fusión; se calienta a llama directa a una temperatura alrededor de 250°C, se agita la mezcla con un termómetro protegido por una funda metálica y mientras tanto se va añadiendo el beta naftalén sulfonato de potasio pulverizado y seco. El producto sólido apenas se disuelve, no habiendo reacción apa-

rente; pero, a medida que se aumenta la temperatura se llega a un punto crítico en que la masa cambia rápidamente separándose una capa móvil, pardo-amarillenta, de beta-naftóxido de potasio que flota sobre una capa transparente de álcali fundido. La fusión estará terminada en escasos minutos más; a la mezcla enfriada se agrega ácido clorhídrico, poco a poco y sobre hielo, recogiénose el beta naftol que precipita. Cuando es posible, en las operaciones técnicas se utiliza el hidróxido de sodio por ser más económico, pero tiene un poder disolvente menor que el del potasio, lo cual representa una desventaja notoria. En ciertos casos se obtiene un excelente resultado empleando una mezcla de los dos álcalis.

Otra variante muy usada en la industria, consiste en practicar la fusión alcalina con soluciones de álcalis en autoclaves y a presión.

Su peso molecular es de 144.06. Se presenta en forma de cristales brillantes, o como agujas, brillantes, cristalinas, blancas o blanco-amarillentas; su olor es fuerte, irritante a las mucosas nasales, pero, como es poco soluble, no tiene efectos cáusticos, ya que su solución acuosa, aún saturada, es muy diluída.

Es estable en el aire, pero se oscurece a la luz solar; se sublima fácilmente a temperatura mayor que la del laboratorio, siendo por esto muy inestable.

Tiene un punto de fusión de  $122^{\circ}\text{C}$  y su punto de ebullición es de  $286^{\circ}\text{C}$ . Un gramo se disuelve en 1,000 c.c. de agua a  $20^{\circ}\text{C}$  y en 80 c.c. de agua hirviendo, en 1.7 c.c. de cloroformo y en 1.5 de éter, químicamente puros. Es soluble también en glicerol y en aceite de oliva. Se disuelve con facilidad en hidróxidos alcalinos formando los correspondientes naftóxidos, al mismo tiempo que presenta una leve fluorescencia azul.

Al agregar amoníaco a una solución saturada en frío, se desarrolla un color azul que cambia al verde y luego al moreno en la fase acuosa.

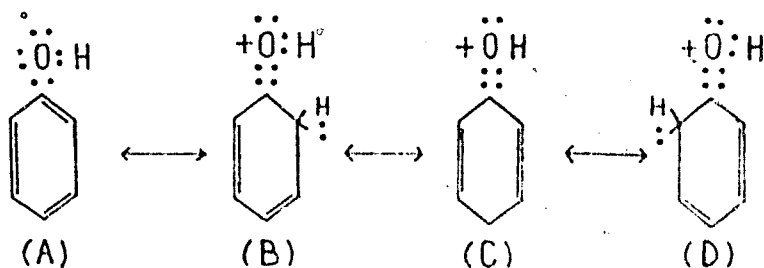
El beta naftol, con una solución de cloruro férrico, da una coloración verde y precipita el beta dinaftol.

Para investigar si se ha impurificado con alfa naftol, se hace una mezcla de un decigramo de beta naftol con 5 c.c. de solución de hidróxido de potasio, al 25%, y un centímetro cúbico de cloroformo caliente.

En los caracteres generales los naftoles se asemejan a los fenoles; la mayoría de las veces, su oxidrilo reacciona más fácilmente que en los fenoles y se dejan acilar y estorificar sin ninguna dificultad.



Se oxida con cloruro férrico en solución acuosa diluida produciendo el 2,2'dioxi-dinaftilo o dibeta naftol, que corresponde a la forma dímica de su radical, en su forma empírica, pero con enlaces entre átomos de carbono y no entre átomos de oxígeno. Su formación se atribuye a un fenómeno de resonancia entre el radical naftoxilo inicial (a) y un radical carbonado (b) dimerizándose este último y enolizándose el dímero:



Al oxidar el beta naftol en solución alcalina con ferricianuro de potasio, se obtiene un producto isómero con bajo rendimiento y cuya estructura, parece indicar que se produce por unión del radical naftoxilo con el radical carbonado subsiguiente.

## USOS

Es muy importante como germicida y fungicida, emplease en pomadas al 5 ó 10% en el tratamiento de la tiña, contra la psoriasis y la pediculosis. Como antihelmíntico, en el tratamiento de la anquilostomiasis en dosis de 1 a 2 gramos, administrándose dos veces, dando, después, un purgante salino. Es de extraordinaria importancia, en forma de ácidos sullónicos, nitro y amino derivados, en la síntesis de colorantes de todas clases. Combinado con el éter metílico beta naftol y éter etílico del mismo nombre es usado en la industria de perfumes.

Entre sus principales derivados tenemos:

**El Benzonaftol  $C_{12}H_9COOC_2H_5$** , antiséptico intestinal cuyas formas farmacéuticas usadas son: papeles, obleas, cápsulas y julepes gomosos.

La dosis para adultos, es hasta 4 g. en 24 horas y, para niños, hasta 2 g. en el mismo tiempo.

**El Beta naftol salicilato de Betoloun.**  $C_6H_4COOC_{10}OH$ , anti-séptico gastrointestinal; sus formas farmacéuticas son polvos, obleas y cápsulas; la dosis que se administra a los adultos es hasta 3 g. en 24 horas, y a los niños, hasta 1 g. en el mismo tiempo.

#### INCOMPATIBILIDADES Y CONSERVACION

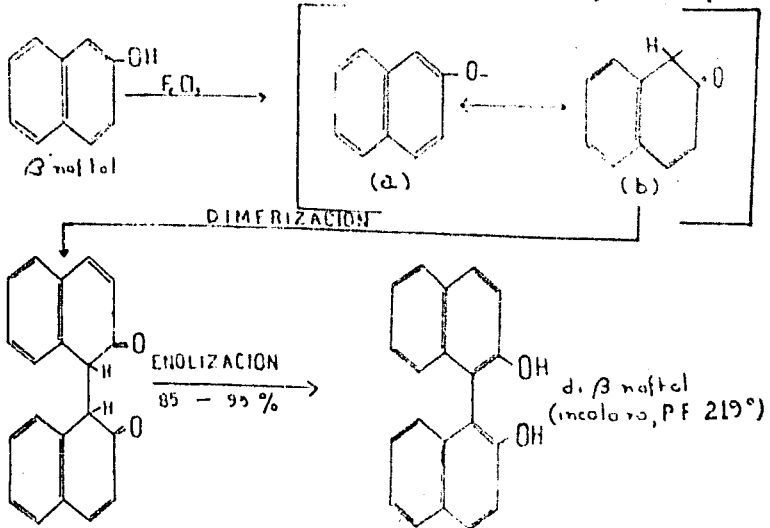
El beta naftol forma eutécticos con antipirina, alcanfor, mentol, fenol, salicilato de fenilo y uretano. Es destruído por agentes oxidantes.

Se conserva en recipientes color ámbar, bien tapados, para protegerlo de la luz.

## CAPITULO I

### BASES DEL METODO

Los hidrocarburos aromáticos tienen propiedades que los caracterizan y diferencian de otros compuestos. Los compuestos aromáticos poseen uno o varios núcleos bencénicos. El benceno es un compuesto muy estable que conserva su núcleo inalterado frente a numerosos reactivos; las reacciones del benceno son generalmente de sustitución, en las que el grupo bencénico actúa como grupo reductor —dador de electrones— y la molécula sustituyente es el agente oxidante —receptor de electrones—. La capacidad del benceno para ceder electrones, se explica por las formas de resonancia: cuando un par de electrones no es compartido entre dos átomos de carbón, sino que en un instante dado está mantenido por uno solo de ellos, tiene una fuerte capacidad para ac-



Principales formas de resonancia del Fenol.

tuar como dador de electrones; si el grupo que lo substituye es fuertemente electrofílico, acrecerá la polarización del benceno, aumentando la forma de resonancia activa. Si un hidrógeno del grupo bencénico ha sido substituído por un grupo oxidrilo, éste acelera las posiciones orto y para como un efecto de la resonancia, facilitando la introducción de substituyentes electrolíticos en dichas posiciones, siendo mucho más reactivo el fenol que el benceno. Esto queda demostrado con numerosos ejemplos: el benceno debe tratarse con una mezcla de ácido nítrico y sulfúrico concentrado para que forme un derivado mononitrado; en cambio, el fenol tratado con ácido nítrico forma un trinitro derivado; el benceno tratado con bromo en presencia de luz y de un estabilizador adecuado, forma mono bromo benceno; a su vez, el fenol tratado con solución diluída de bromo, sin necesidad de luz, forma instantáneamente, tribromo fenol.

Esta facilidad de reacción del fenol con el bromo es muy usada en la investigación y determinación de fenoles tomando en consideración que los diversos substituyentes que puede tener el núcleo bencénico modifican la intensidad y velocidad de reacción.

Como el naftaleno es un hidrocarburo aromático, presentará propiedades similares. Los naftoles serán, por lo tanto semejantes a los fenoles.

El presente estudio se encaminó a comprobar la reacción del betanaftol con el bromo, tanto molecular como atómico. Para estudiar la reacción con el bromo molecular se puso en contacto una cantidad conocida de beta naftol con solución de bromo, se separó el precipitado formado, se secó y pesó. La reacción del beta naftol con el bromo atómico, se estudió poniendo en contacto una cantidad conocida de beta naftol con un agente oxidante en medio ácido, en presencia de bromuro de potasio, valorando después el exceso de bromo liberado.

En ambos casos se determinó, además, como comprobación de resultados, el bromo combinado con el naftol.

## CAPITULO II.

### TECNICAS SEGUIDAS

#### 1.—Reacción del beta naftol con solución de bromo.

Se preparó una solución de beta naftol que fué disuelto con ayuda de hidróxido de sodio pesando un gramo de beta naftol que se disolvió en la solución de diez gramos de hidróxido de sodio en 25 ml. de agua, agregando, después, a 100 ml. cada mililitro de esta solución, correspondiendo a 0.01 g. de beta naftol. Esta solución se conservó siempre en frasco de color ambar.

Cinco mililitros de esta solución fueron tratados con agua de bromo.

Al adicionarla gota a gota, aparece una coloración amarilla enturbiándose la solución; al agregar más bromo se enturbia la solución, dando un tono amarillo-naranja que después se oscurece, tomando, una coloración pardo-rojiza y después morena oscura.

La turbidez aumenta, no separándose el precipitado, sino que es una suspensión coloide que al añadir un exceso de bromo, se redisuelve. Si se agrega ácido clorhídrico, en este punto, se separa un precipitado pulverulento de color café rojizo. Este precipitado se separó por filtración secándolo y pesándolo; pero no se obtuvieron resultados satisfactorios, ya que varía de acuerdo con la cantidad de bromo que se agrega, la velocidad con que se adiciona y el momento en que se acidula con ácido clorhídrico. Si la reacción del medio es marcadamente ácida, antes de agregar el bromo, se separa un precipitado amarillo, quedando una solución muy turbia.

#### 2.—Reacción del beta naftol con bromo liberado por un agente oxidante en el seno de la reacción.

La solución alcalina de beta naftol se puso en contacto con diversos agentes oxidantes: bromato de potasio, bicromato de potasio y cloracena en medio clorhídrico, adicionando bromuro de potasio. Se dejó reaccionar durante diez minutos, al cabo de los

cuales se cuanté el bromo que no reaccionó agregando yoduro de potasio, se desaloja una cantidad equivalente de yodo que se cuanté con solución valorada de tiosulfato de sodio.

A continuación se describen las técnicas seguidas:

## 2 A.

- 1.- Se midieron 5 ml. de solución al 1% de beta naftol.
- 2.- Se adicionaron 5 ml. de bromato de potasio décimo normal.
- 3.- Se agregaron 5 ml. de bromuro de potasio al 5%.
- 4.- Se pusieron 5 ml. de ácido clorhídrico al 10%.
- 5.- Reposo, 10 minutos.
- 6.- Se agregaron 5 ml. de yoduro de potasio al 5%.
- 7.- Reposo, 10 minutos.
- 8.- Se tituló con solución décimo normal de tiosulfato de sodio en presencia de solución indicadora de almidón.

### Cálculos de la Técnica 2 A.

$$C = (VN - V'N') \text{ Meq.}$$

C = Cantidad encontrada de beta naftol.

V = Volumen de bromato de potasio.

N = Normalidad de bromato de potasio.

V' = Volumen de tiosulfato de sodio.

N' = Normalidad del tiosulfato de sodio.

## 2 B.

- 1.- Se midieron 5 ml. de solución al 1% de beta naftol.
- 2.- Se adicionaron 5 ml. de bicromato de potasio, décimo normal.
- 3.- Se agregaron 5 ml. de bromuro de potasio al 5%.
- 4.- Se pusieron 5 ml. de ácido clorhídrico al 10%.
- 5.- Reposo, 10 minutos.
- 6.- Se agregaron 5 ml. de yoduro de potasio al 5%.
- 7.- Reposo, 10 minutos.
- 8.- Se tituló con solución décimo normal de tiosulfato de sodio en presencia de tetracloruro de carbono.

### Cálculos de la Técnica 2 B.

$$C = (VN - V'N') \text{ Meq.}$$

C = Cantidad encontrada de beta naftol.

V = Volumen de bicromato de potasio.

N = Normalidad del bicromato de potasio.

V' = Volumen del tiosulfato de sodio.

N' = Normalidad del tiosulfato de sodio.

En esta técnica no se pudo emplear la solución indicadora de almidón porque la mezcla de reacción tenía un color muy oscuro que hace difícil observar el punto en que se decolora el almidón. Se agregan 10 ml. de tetracloreto de carbono indicando el final de la reacción porque desaparece el color violeta en la capa de ese solvente.

Se usó también sulfuro de carbono con iguales resultados.

## 2 C.

- 1.—Se midieron 5 ml. de solución a 1% de beta naftol
- 2.—Se adicionaron 5 ml. de cloracena décimo normal.
- 3.—Se agregaron 5 ml. de bromuro de potasio al 5%.
- 4.—Se pusieron 5 ml. de ácido clorhídrico al 5%.
- 5.—Reposo, 10 minutos.
- 6.—Se agregaron 5 ml. de yoduro de potasio al 5%.
- 7.—Reposo, 10 minutos.
- 8.—Se tituló con solución décimo normal de tiosulfato de sodio en presencia de solución indicadora de almidón.

### Cálculos de la Técnica 2 C.

$$C = (VN - V'N') \text{ Meq}$$

C = Cantidad encontrada de beta naftol

V = Volumen de cloracena.

N = Normalidad de la cloracena.

V' = Volumen del tiosulfato de sodio.

N' = Normalidad del tiosulfato de sodio.

El equivalente se determinó para cada una de las técnicas deduciéndolo de la cantidad de bromo que reaccionó con una cantidad conocida de beta naftol, calculando la cantidad de bromo que reacciona con una molécula gramo de beta naftol, esta cantidad se dividió entre el peso atómico del bromo para obtener el número de átomos de bromo que reaccionaron con una molécula de beta naftol. Se hicieron veinte determinaciones y se obtuvo la media aritmética de ellas, tomando como valor el número más cercano a dicha media. El equivalente se encontró dividiendo el peso atómico del beta naftol entre dicho número

### **CAPITULO III.**

#### **RESULTADOS OBTENIDOS.**

Al reaccionar el beta naftol con solución de bromo es difícil determinar en qué momento se ha efectuado la reacción, ya que ésta se manifiesta por una turbidez que va en aumento, desapareciendo bruscamente por redisolución del precipitado, por lo que no es de recomendarse ya que los resultados no coinciden entre sí.

Al emplear la segunda técnica, usando como agente oxidante el bromato de potasio, bicromato de potasio o la cloracena se encontró que cada molécula de beta naftol reacciona con dos átomos de bromo. Como por cada átomo de bromo que se une al núcleo aromático elimina uno como ácido bromohídrico, se deduce que forma un derivado mono bromado.







**TABLA N° 3**

Beta Naftol	Bicromato de Potasio Normal	Tiosulfato de sodio Normal	Bromo que reaccionó	Atomos de Bromo por cada mol. de B. Naftol
.0500	1.177	.2835	.07148	2.57
.0500	1.177	.2835	.07148	2.57
.0500	1.177	.2835	.07148	2.57
.0500	1.177	.3118	.0692	2.48
.0500	1.177	.3118	.0692	2.48
.0500	1.177	.3203	.06853	2.46
.0500	1.177	.3362	.06726	2.40
.0500	1.177	.3362	.06726	2.40
.0500	1.177	.3428	.0667	2.37
.0500	1.177	.3428	.0667	2.37
.0500	1.177	.3492	.0662	2.37
.0500	1.177	.3564	.06556	2.35
.0500	1.177	.3564	.06556	2.35
.0500	1.177	.3564	.06556	2.35
.0500	1.177	.3564	.06556	2.35
.0500	1.177	.3564	.06556	2.35

Los resultados obtenidos con bicromato de potasio como agente oxidante se expresan en la siguiente tabla.

**TABLA N° 4**

Beta Naftol.	Bicromato de Potasio Normal	Tiosulfato de Sodio Normal	Beta Naftol encontrado	Diferencia	Diferencia %
.0500	1.177	.2835	.0643	.0143	17.
.0500	1.177	.2835	.0643	.0143	17.
.0500	1.177	.2835	.0643	.0143	17.
.0500	1.177	.3118	.0622	.0122	13.5
.0500	1.177	.3118	.0622	.0122	13.5
.0500	1.177	.3203	.0616	.0116	12.8
.0500	1.177	.3362	.0605	.0105	11.6
.0500	1.177	.3362	.0605	.0105	11.6
.0500	1.177	.3428	.0600	.010	20.
.0500	1.177	.3428	.0600	.010	20.
.0500	1.177	.3428	.0600	.010	20.
.0500	1.177	.3564	.0590	.0090	18.
.0500	1.177	.3564	.0590	.0090	18.
.0500	1.177	.3564	.0590	.0090	18.
.0500	1.177	.3564	.0590	.0090	18.

Cunado se empleó cloracena como oxidante, se obtuvieron excelentes resultados:

**TABLA N° 5**

Beta Naftol	Cloracena Normal	Tiosulfato de Sodio Normal	Bromo que reaccionó	Atomos de Bromo por cada mol. de Beta Naftol
.0500	1.167	.498	.05352	1.92
.0500	1.167	.498	.05352	1.92
.0500	1.167	.498	.05352	1.92
.0500	1.167	.498	.05352	1.92
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.478	.0551	2.01
.0500	1.167	.4681	.0559	2.01
.0500	1.167	.4681	.0559	2.01
.0500	1.167	.4681	.0559	2.01
.0500	1.167	.4681	.0559	2.01

**TABLA N° 6**

Beta Naftol.	Cloracena Normal	Tiosulfato Normal	Beta Naftol encontrado	Diferencia	Error Diferencia %
.0500	1.167	.498	.0481	.0019	3.8
.0500	1.167	.498	.0481	.0019	3.8
.0500	1.167	.498	.0481	.0019	3.8
.0500	1.167	.498	.0481	.0019	3.8
.0500	1.167	.478	.0496	.0004	.8
.0500	1.167	.478	.0496	.0004	.8
.0500	1.167	.478	.0496	.0004	.8
.0500	1.167	.478	.0496	.0004	.8
.0500	1.167	.478	.0496	.0004	.8
.0500	1.167	.478	.0496	.0004	.8
.0500	1.167	.478	.0496	.0004	.8
.0500	1.167	.468	.0503	+ .0003	.6
.0500	1.167	.468	.0503	+ .0003	.6
.0500	1.167	.468	.0503	+ .0003	.6
.0500	1.167	.468	.0503	+ .0003	.6

## CAPITULO IV.

### CONCLUSIONES.

- 1.—El beta naftol puede cuantarse bromométricamente usando como agente oxidante, bromato de potasio.
- 2.—El beta naftol puede cuantarse bromométricamente usando como agente oxidante, cloracena.
- 3.—Cuando se usa como agente oxidante bicromato de potasio, se obtienen resultados altos.
- 4.—No se recomienda determinar el beta naftol por gravimetría usando como precipitante solución de bromo.

## BIBLIOGRAFIA.

- 1.—Hill and Kelley.—Organic Chemistry.—Editorial The Blakiston Company.—First Edition, 1943.—Págs. 701-704.
- 2.—Gilman Henry.—Organic Chemistry and advanced Teatrice.—John Wiley & Sons, Inc.—Second Edition, Vol. I.—Págs. 133, 146, 148.
- 3.—Hidalgo y Mondragón, María del Consuelo.—Farmacia Química Orgánica.—Apuntes de cátedra.—México, D. F. 1956.
- 4.—Karrer, Pablo.—Tratado de Química Orgánica.—Editora Nacional, S. A.—Segunda edición española.—Págs. 466 y 505.
- 5.—Fieser y Fieser.—Química Orgánica.—Traducción española de Francisco Giral.—Editorial Atlante, S. A., 1948.—Págs. 643, 738, 764, 775, 777 y 778.
- 6.—Frank e Whitmore.—Organic Chemistry.—Editorial D. Van Nostrand Company, Inc.—Págs. 859 y 860.
- 7.—Lowy and Harrow.—Introduction to Organic Chemistry.—Fifth Edition.—John Whiley & Sons, Inc.—Páa. 280.
- 8.—Grignard Victor.—Précis de Chemic Organique.—Deuxieme edition. 1942.—Masson et Cic, Editeurs.—Pág. 375.
- 9.—Osol Farrar.—United States Dispensatory —24th, edition. S. B. Lippincott.
- 10.—The Merck Index.—Sixth Edition.—Merck & Co.