

2 Ej. No. 4



# Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUIMICA

DERIVADOS FTALICOS DE APLICACION A LA OBTENCION  
DE FTALOCIANINAS-PREPARACION Y ESTUDIO DE  
ALGUNAS CON Y SIN METAL.

**T E S I S**

Que para obtener el Título de

**Q U I M I C O**

P r e s e n t a

**SUSANA CONTRERAS CORONADO**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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.

## CONTENIDO

### 1.- OBJETIVO

### 2.- ANTECEDENTES TEORICOS

2.1.- ANHIDRIDO FTÁLICO COMO MATERIA PRIMA

2.2.- ANÁLOGOS DEL ANHIDRIDO FTÁLICO

2.3.- FTALOCIANINAS

2.3.1.- GENERALIDADES

2.3.2.- ESTRUCTURA

2.3.3.- PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

2.3.4.- PREPARACIÓN

2.3.4.1.- PREPARACIÓN DE FTALOCIANINAS  
METÁLICAS

2.3.4.2.- PREPARACIÓN DE FTALOCIANINAS  
EXENTAS DE METAL

### 3.- PARTE EXPERIMENTAL

3.1.- OBTENCIÓN DE DERIVADOS FTÁLICOS

3.1.1.- OBTENCIÓN DE FTALIMIDA

3.1.2.- OBTENCIÓN DE FTALAMIDA

3.1.3.- OBTENCIÓN DE FTALONITRILO

TABLA DE SOLUBILIDADES DEL FTALONITRILO  
( W.C. CURTIN & CO.)

3.1.4.- OBTENCIÓN DE ÁCIDO FTALÁMICO O FTALAMÍDICO

3.1.5.- OBTENCIÓN DE ANHIDRIDO TETRAIODO FTÁLICO

3.1.6.- OBTENCIÓN DE FTALIDA

3.1.7.- OBTENCIÓN DEL O-CLORURO DE FTALOÍLO SIMÉTRICO

3.2.- OBTENCIÓN DE FTALOCIANINAS

3.2.1.- FTALOCIANINAS METÁLICAS

3.2.2.- FTALOCIANINAS EXENTAS DE METAL

TABLA DE SOLUBILIDADES DE FTALOCIANINAS  
EXENTAS DE METAL

4.- RESULTADOS

5.- CONCLUSIONES

6.- BIBLIOGRAFIA

1.- OBJETIVO

EN LA ACTUALIDAD LAS MATERIAS COLORANTES, TANTO LAS PINTURAS COMO LOS PIGMENTOS HAN ADQUIRIDO TAL IMPORTANCIA QUE DÍA A DÍA SE TRATAN DE OBTENER MÁS Y MEJORES POR TODOS LOS MEDIOS CONOCIDOS POR LA CIENCIA MODERNA, EN LA CUAL LOS FACTORES DE RESISTENCIA Y DURACIÓN SON DE VITAL IMPORTANCIA.

UN TIPO DE COLORANTES QUE REUNE ÉSTAS PROPIEDADES ES SIN LUGAR A DUDAS LAS FTALOCIANINAS. EN EL PRESENTE TRABAJO SE DA A CONOCER UN BREVE ESTUDIO, TANTO DE LAS PROPIEDADES COMO DE LOS MÉTODOS DE OBTENCIÓN MÁS RELEVANTES EN EL CAMPO DE LAS FTALOCIANINAS.

## 2.- ANTECEDENTES TEORICOS

## 2.1.- ANHIDRIDO FTÁLICO COMO MATERIA PRIMA.

PARA INICIAR ESTE TEMA SOBRE FTALOCIANINAS ES INDIPENSABLE MENCIONAR A LA SUSTANCIA QUE SE UTILIZA COMO MATERIA -- PRIMA PARA LA OBTENCIÓN DE LAS MISMAS, ES DECIR, EL ANHIDRIDO FTÁLICO.

EL ANHIDRIDO FTÁLICO ES DE LOS PRODUCTOS INTERMEDIOS - MÁS IMPORTANTES EN LA FABRICACIÓN DE MATERIAS COLORANTES. COMO MATERIA PRIMA INMEDIATA SIRVE PARA LA SÍNTESIS DE FENOFTALEÍNA, FLUORESCÉINA, ANTRAQUINONAS Y RODAMINAS.

A TRAVÉS DE OTROS PRODUCTOS INTERMEDIOS, EL ANHIDRIDO FTÁLICO ES TAMBIÉN UNA DE LAS MATERIAS PRIMAS QUE INTERVIENEN EN LA SÍNTESIS DEL ÍNDIGO, PASANDO POR FTALIMIDA, ÁCIDO ANTRANÍLICO Y ÁCIDO FENILGLICINCARBOXÍLICO(1).

EL ANHIDRIDO FTÁLICO FUÉ DESCUBIERTO POR LAURENT EN -- 1836(2) QUIEN LO OBTUVO OXIDANDO EL NAFTALENO CON ÁCIDO NÍTRICO. ALGÚN TIEMPO DESPUÉS, EN 1896, LA BADISCHE ANILIN UND SODA FABRIK PATENTÓ UN NUEVO MÉTODO DE OXIDACIÓN, EL CUAL FUÉ DESCUBIERTO POR UNA OBSERVACIÓN CASUAL Y QUE CONSISTÍA BÁSICAMENTE EN REALIZAR LA OXIDACIÓN DEL NAFTALENO EN PRESENCIA DE ÁCIDO SULFÚRICO FUMANTE, USANDO COMO CATALIZADOR MERCURIO O SALES MERCÚRICAS(3).

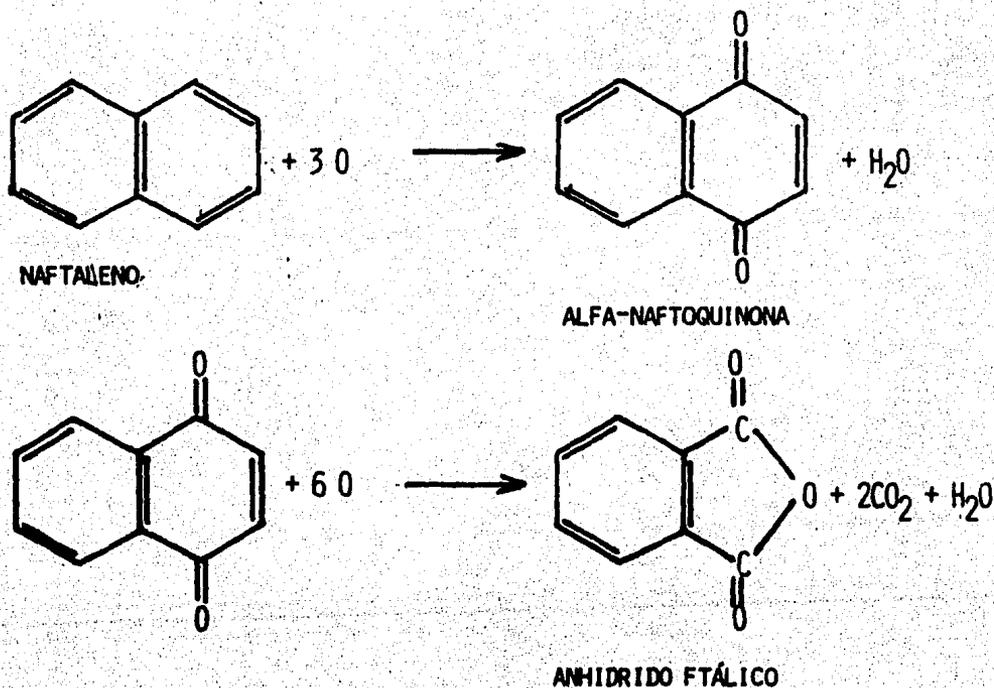
ESTE MÉTODO FUÉ EMPLEADO DURANTE MUCHO TIEMPO, JUNTO -- CON OTROS QUE INVOLUCRABAN LA OXIDACIÓN EN FASE LÍQUIDA. UN EJEMPLO DE ELLO ES LA UTILIZACIÓN DE PERMANGANATO DE POTASIO ACIDULADO EN AGUA HIRVIENDO COMO AGENTE OXIDANTE(4). LOS NAFTOLES Y ALGUNOS OTROS DERIVADOS DEL NAFTALENO, ERAN OXIDADOS HASTA ANHIDRIDO FTÁLICO CALENTÁNDOLOS EN SOLUCIONES ALCALINAS EN PRESENCIA DE ÓXIDOS Y PERÓXIDOS METÁLICOS(4). LAS SOLUCIONES DE CLORATOS ALCALINOS EN PRESENCIA DE TETRÓXIDO DE OSMIO DABAN TAMBIÉN BUEN RESULTADO EN LA OXIDACIÓN DE LA SERIE DEL NAFTALENO ASÍ COMO EN LA DEL BENCENO(4).

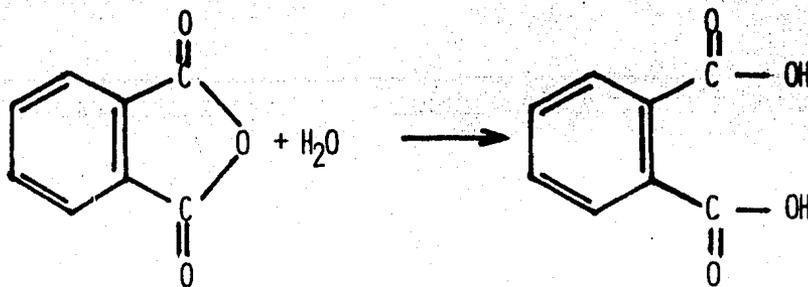
AL TERMINAR EL SUMINISTRO DE ANHIDRIDO FTÁLICO QUE PROVENÍA DE ALEMANIA COMO CONSECUENCIA DE LA GUERRA, LOS ESTADOS UNIDOS TRATARON DE PRODUCIRLO POR ALGÚN OTRO MÉTODO, Y EL 16 DE JUNIO DE 1917 EL U.S. DEPARTMENT OF AGRICULTURE, ANUNCIÓ EN

EL COLOR LABORATORY OF THE BUREAU OF CHEMISTRY, QUE HABÍA DESCUBIERTO UN MÉTODO PARA LA OXIDACIÓN CATALÍTICA DEL NAFTALENO EN FASE VAPOR, DEBIDO FUNDAMENTALMENTE A LOS TRABAJOS REALIZADOS POR GIBBS, SIENDO MÁS TARDE DESARROLLADO A NIVEL INDUSTRIAL POR CONOVER(5). INDEPENDIENTEMENTE Y UNOS MESES ANTES, WHAL EN ALEMANIA DESCUBRE TAMBIÉN EL MISMO PROCESO(6), PERO SU PATENTE NO FUÉ UTILIZADA HASTA 1934, 18 AÑOS DESPUÉS DE SU DESCUBRIMIENTO.

EL MÉTODO DE OBTENCIÓN DEL ANHIDRIDO FTÁLICO POR OXIDACIÓN CATALÍTICA DEL NAFTALENO EN FASE VAPOR, SE HA DESARROLLADO EXTENSAMENTE EN LOS ÚLTIMOS AÑOS Y SE HA CONVERTIDO EN EL PROCESO MÁS IMPORTANTE DE OXIDACIÓN DE HIDROCARBUROS AROMÁTICOS(7). DESPLAZÓ TOTALMENTE AL MÉTODO DE OXIDACIÓN EN FASE LÍQUIDA POR SU COSTO MUY INFERIOR Y SUS MAYORES RENDIMIENTOS, PROVOCANDO CON ELLO UN AUMENTO EXTRAORDINARIO EN LA PRODUCCIÓN Y COMO CONSECUENCIA UN ENORME DESCENSO EN EL PRECIO.

DE UNA FORMA ESQUEMÁTICA SE PRESENTA A CONTINUACIÓN EL PROCESO DE OXIDACIÓN DEL NAFTALENO PARA OBTENER ANHIDRIDO FTÁLICO.





ÁCIDO FTÁLICO

EL ANHIDRIDO FTÁLICO QUE CRISTALIZA EN EL SISTEMA RÓMBICO Y EN GRANDES AGUJAS CUANDO SUBLIMA, ES UNA SUSTANCIA BLANCA CON UN LIGERO COLOR ESPECIAL. SU PUNTO DE FUSIÓN ES DE 131,6 °C Y EL DE EBULLICIÓN DE 285,1 °C.

NORMALMENTE ESTA SUSTANCIA ES SOLUBLE EN ALCOHOL Y ÉTER Y MUY POCO SOLUBLE EN AGUA FRÍA, AUMENTANDO LIGERAMENTE SU SOLUBILIDAD EN AGUA HIRVIENDO POR TRANSFORMARSE ENTONCES EN ÁCIDO FTÁLICO.

PRESENTA LAS CARACTERÍSTICAS GENERALES DE LOS ANHIDRIDOS, DANDO CON FACILIDAD LOS HALOGENUROS DE ACILO, AMIDAS, ÉSTERES, ETC.

EL GRUPO CARBONILO DEL ANHIDRIDO SE PRESTA PARA UNA SERIE DE REACCIONES IMPORTANTES, LLAMADAS DE CONDENSACIÓN EN PRESENCIA DE UN AGENTE CONDENSANTE, ASÍ COMO EL FENOL EN PRESENCIA DE CLORURO DE CINC ANHIDRO DA LA FENOFTALEÍNA, IMPORTANTE COMO INDICADOR Y EN LA INDUSTRIA FARMACÉUTICA POR SU ACCIÓN COMO PURGANTE.

CUANDO EL ANHIDRIDO FTÁLICO SE FUNDE CON RESORCINA EN PRESENCIA DE ÁCIDO SULFÚRICO, SE OBTIENE OTRA IMPORTANTE FTALEÍNA LLAMADA FLUORESCÉINA, CUYOS DERIVADOS SON DE GRAN IMPORTANCIA. ENTRE ELLOS SE PUEDEN MENCIONAR: LA TETRABROMOFLUORESCÉINA, CONOCIDA CON EL NOMBRE DE EOSINA Y QUE SE UTILIZA COMO UN COLORANTE DIRECTO PARA LA SEDA.

EL ANHIDRIDO FTÁLICO ES LA MATERIA PRIMA IDÓNEA PARA LA SÍNTESIS DE RODAMINAS, COLORANTES MUY USADOS Y QUE SE OBTIENEN POR CONDENSACIÓN DE ESTE ANHIDRIDO CON MONO Y DIALCOHIL AMINAS.

LA CONDENSACIÓN DEL ANHIDRIDO FTÁLICO CON BENZAL, A TRAVÉS DE UNA REACCIÓN DE FRIEDEL Y CRAFTS DA LA ALIZARINA, CO

LORANTE DERIVADO DEL ANTRACENO. EN UNA PRIMERA ETAPA SE OBTIENE EL ÁCIDO BENZOIL-BENZÓICO, EL QUE TRATADO CON ÁCIDO SULFÚRICO, SUFRE UNA DESHIDRATACIÓN DANDO COMO PRODUCTO LA ANTRAQUINONA, LA CUAL AL SER TRATADA CON BROMO Y DESPUÉS FUNDIDA CON POTASA CAÚSTICA DA LA ALIZARINA.

OTRA PROPIEDAD IMPORTANTE DEL ANHÍDRIDO FTÁLICO ES LA DE FORMAR RESINAS CON ALGUNOS POLIALCOHOLES, ESTAS SON LAS MÁS EMPLEADAS DESPUÉS DE LAS QUE SE OBTIENEN A PARTIR DE FENOL Y FORMALDEHÍDO. EXISTEN DOS CLASES DE ESTAS RESINAS: LAS LLAMADAS LINEALES Y LAS TRIDIMENSIONALES. COMO EJEMPLO DE LAS PRIMERAS SE PUEDEN MENCIONAR LAS QUE SE FORMAN AL HACER REACCIONAR EL ETILENGLICOL. CUANDO SE USA GLICERINA EN VEZ DE ETILENGLICOL SE PRODUCE UNA REACCIÓN FUERTEMENTE EXOTÉRMICA QUE TRANSCURRE RÁPIDAMENTE, OBSERVÁNDOSE QUE ESTE POLÍMERO NO SOLIDIFICA HASTA QUE LA ESTERIFICACIÓN LLEGA A UN 75-79%. PROBABLEMENTE SE DEBE A QUE PRIMERO SE FORMA UN POLÍMERO LINEAL, RESULTANTE DE LA REACCIÓN DE LOS OXHIDRILOS 1 Y 3 DE LA GLICERINA, FORMÁNDOSE POSTERIORMENTE LOS COMPUESTOS TRIDIMENSIONALES(8).

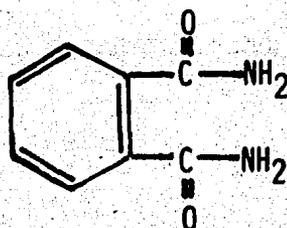
CIERTOS DERIVADOS DEL ÁCIDO FTÁLICO, TIENEN INTERÉS TERAPÉUTICO COMO ES EL CASO DEL GRUPO DE LOS ANALÉPTICOS SOLUBLES EN AGUA, CON ACCIÓN SIMILAR PERO MÁS INTENSA A LOS DEL TIPO CORAMINA.

DESDE LUEGO, LOS DERIVADOS DEL ANHÍDRIDO FTÁLICO HAN ADQUIRIDO GRAN IMPORTANCIA EN LA INDUSTRIA DE COLORANTES, ESPECÍFICAMENTE AL DESCUBRIRSE EL GRUPO DE LOS COLORANTES DERIVADOS DE LAS FTALOCIANINAS.

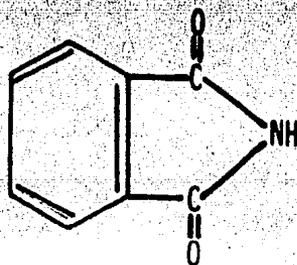
## 2.2.- ANÁLOGOS DEL ANHÍDRIDO FTÁLICO.

EXISTEN DIVERSOS ANÁLOGOS DEL ANHÍDRIDO FTÁLICO EN LA SÍNTESIS DE FTALOCIANINAS, ENTRE ELLOS SE PUEDEN MENCIONAR:

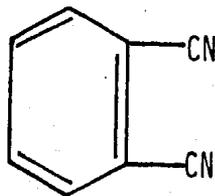
A) FTALAMIDA



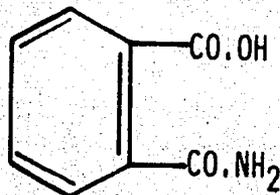
B) FTALIMIDA



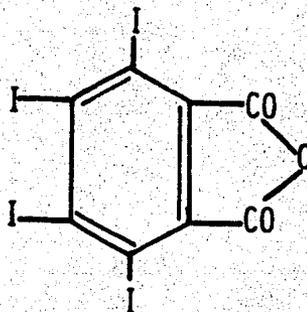
C) FTALONITRILO



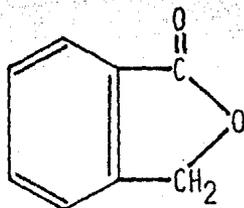
D) ACIDO FTALÁMICO O FTALAMÍDICO



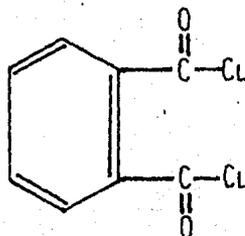
E) ANHIDRIDO TETRAIODO FTÁLICO



F) FTALIDA



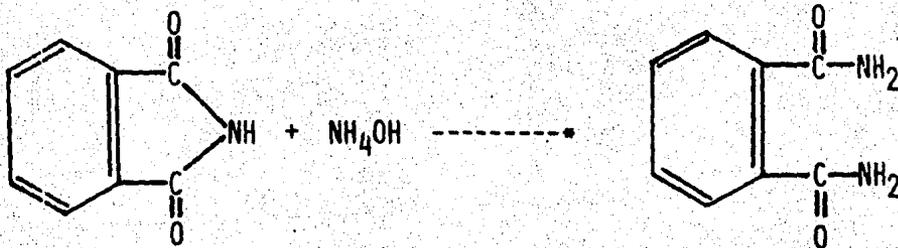
G) CLORURO DE FTALOÍLO SIMÉTRICO

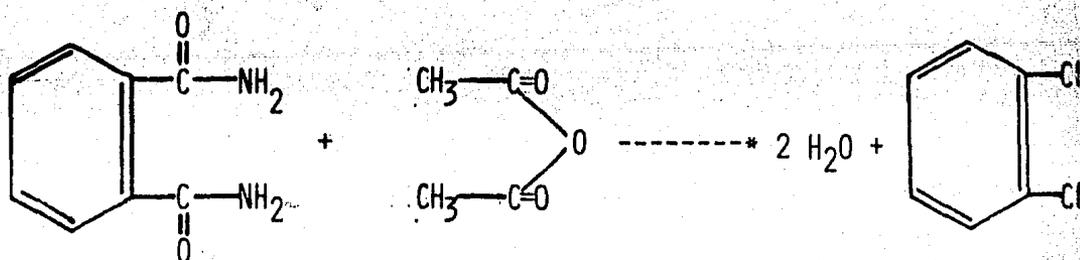


A) FTALAMIDA

SE PRESENTA COMO CRISTALES INCOLOROS QUE FUNDEN A 200-210°C CON DESCOMPOSICIÓN EN FTALIMIDA Y AMONÍACO. ES MUY POCO SOLUBLE EN AGUA Y EN ALCOHOL E INSOLUBLE EN ÉTER.

SE PREPARA AGITANDO FTALIMIDA EN UNA SOLUCIÓN CONCENTRADA Y FRÍA DE HIDRÓXIDO DE AMONIO. ESTA SUSTANCIA SE HIDROLIZA CON LOS ÁCIDOS DILUIDOS PARA PRODUCIR ÁCIDO FTÁLICO. CUANDO SE DESHIDRATA CON ÁCIDO ACÉTICO SE PRODUCE PRIMERAMENTE O-CIANOENZAMIDA Y POSTERIORMENTE FTALONITRILLO(9)

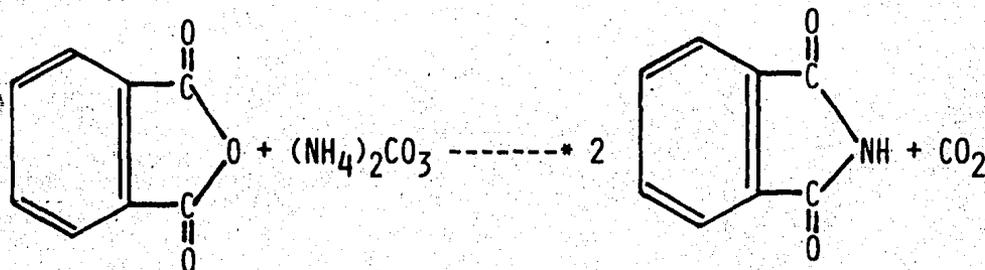




## B) FTALIMIDA

LA FTALIMIDA SE PRESENTA COMO CRISTALES BLANCOS O AGUJITAS FINAS BRILLANTES (RECRISTALIZADA EN AGUA), CON UN PUNTO DE FUSIÓN DE 233-234°C, PRÁCTICAMENTE INSOLUBLE EN AGUA FRÍA, POCO SOLUBLE EN AGUA HIRVIENDO (0.4%), MÁS SOLUBLE EN ALCOHOL CALIENTE (5%), CASI INSOLUBLE EN BENCENO Y MUY SOLUBLE EN ÁCIDO ACÉTICO GLACIAL CALIENTE.

EL MÉTODO DE OBTENCIÓN DE LA FTALIMIDA PUEDE ESQUEMATIZARSE COMO SIGUE:



LOS PREPARADOS HOMÓLOGOS DE LA FTALIMIDA SON; ÁCIDO ANTRÁQUINÓICO, FTALIMIDA POTÁSICA Y FTALOCIANINA DE COBRE. ES UNA SUSTANCIA SUSCEPTIBLE DE DIVERSAS REACCIONES CUYOS TIPOS PRINCIPALES SON: LA DEGRADACIÓN DE HOEMANN, LA SUSTITUCIÓN DEL ÁTOMO DE HIDRÓGENO UNIDO AL NITRÓGENO POR METALES Y SU POSTERIOR TRANSFORMACIÓN A FTALOCIANINAS.

LA FTALIMIDA REACCIONA NO SÓLO CON POTASA, SINO TAMBIÉN CON OTROS HIDRÓXIDOS ALCALINOS, SUSTITUYENDO POR DIVERSOS METALES EL HIDRÓGENO UNIDO AL NITRÓGENO. ESTA REACCIÓN NO ES ESPECÍFICA DE LA FTALIMIDA SINO GENÉRICA A TODAS LAS IMIDAS DE DIÁCIDOS. ESTA SUSTITUCIÓN POR METALES ES TANTO MÁS NOTABLE CUANTO QUE EL MISMO ÁTOMO DE HIDRÓGENO ES SUSTITUIBLE POR

UN HALÓGENO. ENTRE ESTE TIPO DE COMPUESTOS TIENE UN PARTICULAR INTERÉS LA N-BROMOSUCCINIMIDA, POR SER UN AGENTE BROMANTE CON CARACTERÍSTICAS ESPECÍFICAS COMO SON EL HECHO DE PRODUCIR BROMACIONES ALÍLICAS(1).

## C) FTALONITRILLO

DINITRILLO DEL ÁCIDO FTÁLICO, O-DICIANOBENCENO, P.M. 128

SE OBTIENE A PARTIR DEL O-AMINOBENZONITRILLO POR SUSTITUCIÓN DEL GRUPO AMINO POR UN GRUPO CIANO, EMPLEANDO EL MÉTODO DE SANDMEYER. CRISTALIZA EN AGUJAS DE SU DISOLUCIÓN EN AGUA O EN LIGROINA (ÉTER DE PETRÓLEO LIGERO), CON PUNTO DE FUSIÓN DE 138-140°C, ES INODORO NO SE DESCOMPONE AL DESTILARLO Y ES VOLÁTIL CON VAPOR DE AGUA, POCO SOLUBLE EN AGUA FRÍA Y LIGROINA, FÁCILMENTE SOLUBLE EN ALCOHOL ÉTER Y CLOROFORMO, MUY SOLUBLE EN ALCOHOL BENCÍLICO FRÍO. HIRVIÉNDOLO CON ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO DURANTE MUCHO TIEMPO SE SAPONIFICA PASANDO A ÁCIDO FTÁLICO (11, 12)

## D) ACIDO FTALÁMICO Ó FTALAMÍDICO

P.M. 165.15. SE PRESENTA COMO PRISMAS BLANCOS QUE FUNDEN A 148.0°C. SOLUBLE EN ALCOHOL (13), (REF. BEILSTEIN B. 9<sup>3</sup>, 4191).

## E) ANHIDRIDO TETRAIODO FTÁLICO.

P.M. 651.71. SE PRESENTA COMO PRISMAS AMARILLOS QUE SUBLIMAN EN AGUJAS (13). FUNDEN A 327-328°C. SOLUBLE EN ALCOHOL (REF. -- BEILSTEIN B. 17<sup>4</sup>, 6149)

## F) FTALIDA

LACTONA DEL ÁCIDO ALFA-HIDROXI-O-TOLUICO, P.M. 134.14. SE PRESENTA COMO AGUJAS O PLACAS FRÁGILES BLANCAS. FUNDEN A 75°C. PUNTO DE EBULLICIÓN DE 290°C. SOLUBLE EN ALCOHOL Y ÉTER (14), (REF.

BEILSTEIN B. 17<sup>4</sup>, 4948)

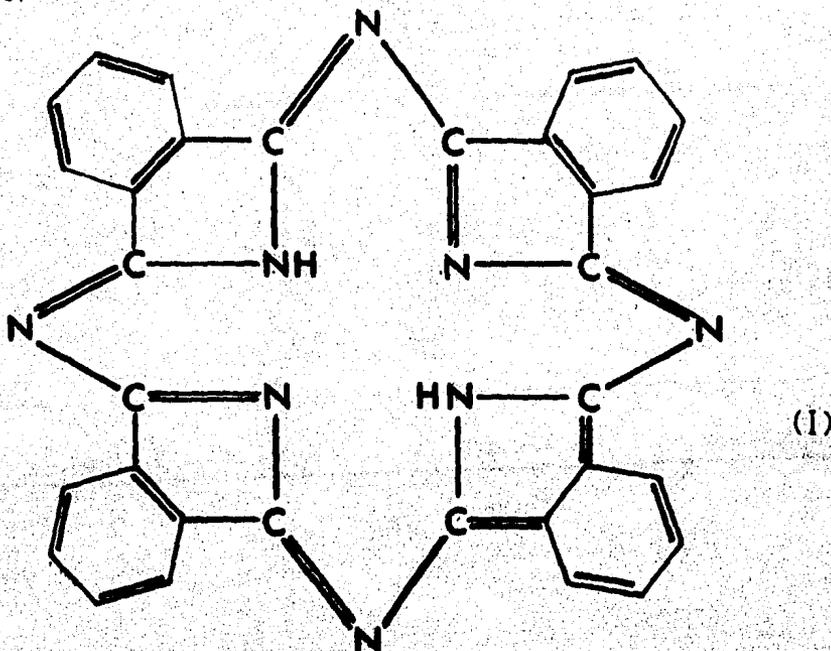
g) CLORURO DE FTALOILO SIMÉTRICO

DICLORURO 1,2-DICARBOXIL BENCENO. P.M. 203.02, C 47.33%  
H 1.99%, CL 34.93%, O 15.76%. SE PRESENTA COMO LÍQUIDO OLEOSO IN-  
COLORO CON DENSIDAD DE 1.409. SOLIDIFICA A 12°C Y FUNDE A 15-16°C  
PUNTO DE EBULLICIÓN 280-282°C. SE DESCOMPONE POR EL AGUA O ALCOHOL,  
SOLUBLE EN ÉTER. DEBE DE GUARDARSE BIEN CERRADO(13).

2.3.- FTALOCIANINAS

2.3.1.- GENERALIDADES

LOS PIGMENTOS DE FTALOCIANINAS COMPRENDEN UNA CLASE DE COM-  
PUESTOS SINTÉTICOS MUY COLOREADOS, LOS CUALES TIENEN EN COMÚN EL  
CROMÓFORO QUE SE MUESTRA A CONTINUACIÓN Y QUE ES LA TETRABENZOPOR-  
FIRAZINA(I)



EL NOMBRE PROVIENE DE COMBINAR SU ORIGEN(A PARTIR DE UN -  
COMPUESTO FTÁLICO, COMO EL FTALONITRIL) Y SU COLOR AZUL VERDOSO,

AUNQUE ESTA CLASE DE COMPUESTOS ES RELATIVAMENTE NUEVA, -  
PUESTO QUE SE HAN DESARROLLADO A PARTIR DE 1928, ALGUNOS DE SUS -  
MIEMBROS HAN ALCANZADO CONSIDERABLE IMPORTANCIA INDUSTRIAL. LOS -  
PIGMENTOS COMERCIALES DE FTALOCIANINA, TIENEN TONOS AZULES QUE -  
VAN DESDE EL AZUL HASTA EL VERDE Y SON MUY RESISTENTES Y BRILLAN  
TES, TANTO A LA LUZ COMO A LOS AGENTES QUÍMICOS CORRIENTES CON -  
EXCEPCIÓN DE LOS AGENTES OXIDANTES FUERTES.

UN TONO VERDE AMARILLENTO PUEDE ENCONTRARSE EN LAS POLI--  
CLOROFTALOCIANINAS EXENTAS DE METAL. ÉSTAS FTALOCIANINAS SIN ME-  
TAL FUERON PREPARADAS POR BRAUN Y TCHERNIAC EN 1907(15). ELLOS -  
OBSERVARON QUE CUANDO LA O-CIANOBENZAMIDA SE CALIENTA POR ENCIMA  
DE SU PUNTO DE FUSIÓN DURANTE CIERTO TIEMPO, SE FORMA UN COMPUES  
TO AZUL CON UN RENDIMIENTO MENOR AL 1%. SIN EMBARGO NO CARACTERI  
ZARON EL COMPUESTO NI LO INVESTIGARON MÁS PROFUNDAMENTE.

EN 1927, DIESBACH Y VAN DER WEID(16) OBSERVARON LA FORMA-  
CIÓN DE UN SÓLIDO CRISTALINO AZUL OSCURO, EL CUAL ERA EFECTIVA--  
MENTE FTALOCIANINA DE COBRE CUANDO CALENTABAN O-DIBROMOBENCENO,  
CIANURO DE COBRE Y PIRIDINA EN RECIPIENTE CERRADO. AÚN CUANDO -  
CONSIDERARON QUE EL COMPUESTO FORMADO ERA UN COMPLEJO DE LOS -  
TRES INGREDIENTES, NOTARON QUE SU ESTABILIDAD ERA MAYOR QUE LA -  
QUE PODÍA ESPERARSE NORMALMENTE DE TAL COMPLEJO. POCO DESPUÉS, -  
LOS QUÍMICOS DE LA SCOTTISH DYES CORPORATION, OBSERVARON LA FOR-  
MACIÓN DE UNA IMPUREZA FUERTEMENTE COLOREADA DE VERDE-AZULADO, -  
CUANDO SE PASABA AMONÍACO A TRAVÉS DE ANHIDRIDO FTÁLICO FUNDIDO  
EN UN RECIPENTE DE HIERRO(17). EL COMPUESTO ERA UNA FTALOCIANINA  
DE HIERRO Y LA CITADA EMPRESA RECONOCIÓ EL VALOR POTENCIAL DE --  
TAL PIGMENTO Y EMPRENDIÓ EL DESARROLLO COMERCIAL(17,18), ENCARGA

RON ENTONCES, AL PROFESOR LINSTEAD Y SUS COLABORADORES LA EXPLICACIÓN DE LA ESTRUCTURA DE ESTOS COMPUESTOS. SIENDO LINSTEAD EL QUE LE DIÓ EL NOMBRE DE FTALOCIANINAS.

LANZARON UNA SERIE DE PUBLICACIONES EN 1934(19) CARACTERIZANDO TANTO A LA FTALOCIANINA DE HIERRO ORIGINAL Y DESCUBRIENDO UN BUEN MÉTODO PARA SU PREPARACIÓN A PARTIR DE LA O-CIANOENZAMIDA Y POSTERIORMENTE DEL FTALONITRILO. DENT Y LINSTEAD(20) RÁPIDAMENTE ENCONTRARON QUE EL DERIVADO CÚPRICO ERA DE MAYOR INTERÉS Y ESTUDIARON SU OBTENCIÓN A PARTIR DE FTALONITRILO. EN BASE DE LAS PUBLICACIONES DE ESTOS INVESTIGADORES, EN 1934(19) LA I. G. FARBENINDUSTRIE, DE ALEMANIA Y LA CASA DU PONT, DE ESTADOS UNIDOS, SE INTERESARON EN EL DESARROLLO DE LOS PIGMENTOS DE FTALOCIANINA Y SUS DERIVADOS.

ESTOS NUEVOS PIGMENTOS FUERON RECIBIDOS CON ENTUSIASMO POR EL COMERCIO, NO SOLAMENTE DE INGLATERRA Y ALEMANIA SINO TAMBIÉN DE NORTEAMÉRICA(21) Y SU IMPORTANCIA COMERCIAL HA AUMENTADO DESDE AQUELLA FECHA.

EL ESPECTRO DE REFLEXIÓN DE LA FTALOCIANINA DE COBRE ESTÁ ESTRECHAMENTE RELACIONADO CON LA DE UN VERDADERO PIGMENTO "SIN ROJO"(21) Y POR ESTA RAZÓN ESTOS PIGMENTOS SON DE GRAN VALOR COMO COMPONENTES AZULES EN LA PRODUCCIÓN DE TONOS MEDIOS DE TRES COLORES. LA GRAN ESTABILIDAD DE LA FTALOCIANINA DE COBRE Y SU DERIVADO POLICLORADO FRENTE A LA ACCIÓN DE LA LUZ, ÁCIDOS Y ALKALIS, HACEN A ESTOS PIGMENTOS MUY ÚTILES PARA LA IMPRESIÓN SOBRE PAPEL O MATERIALES TEXTILES. TAMBIÉN SE UTILIZAN ESTOS PIGMENTOS PARA COLOREAR PAPEL, PLÁSTICOS, HULE Y LINOLEUM AUMENTANDO CADA DÍA SU USO EN PINTURAS Y LACAS.

TOMANDO EN CUENTA EL FENÓMENO DE POLIMORFISMO QUE PRESENTAN ESTOS PIGMENTOS PUEDEN ENCONTRARSE EN DOS FORMAS: LA FORMA

ALFA QUE NO ES ESTABLE A LA ACCIÓN DE LOS DISOLVENTES AROMÁTICOS Y BETA LA FORMA ESTABLE A LA ACCIÓN DE LOS MISMOS.

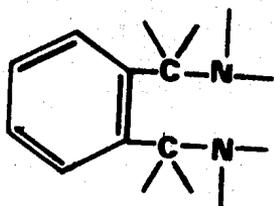
EN TANTO QUE LA FORMA ALFA DE LA FTALOCIANINA DE COBRE NO SUSTITUIDA, EXPERIMENTA UN CRECIMIENTO DE SUS CRISTALES EN LOS DISOLVENTES QUE SE UTILIZAN CON LAS PINTURAS, SE PUEDE OBTENER UNA FORMA BETA QUE ES ESTABLE Y NO EXPERIMENTA ESTE CRECIMIENTO. ADEMÁS, LOS CRISTALES CORRESPONDIENTES A LOS DERIVADOS MONOCLORADOS, PUEDEN UTILIZARSE SATISFACTORIAMENTE PARA FORMULACIONES DE PINTURAS AÚN CON LA FORMA ALFA, DANDO COMO RESULTADO TONOS MÁS ROJIZOS Y MENOS VERDES QUE LA FORMA BETA.

2.3.2.- ESTRUCTURA DE LAS FTALOCIANINAS.- LA ESTRUCTURA DEL NÚCLEO DE FTALOCIANINA (I), SE DEDUJO DE LAS SIGUIENTES CONSIDERACIONES:

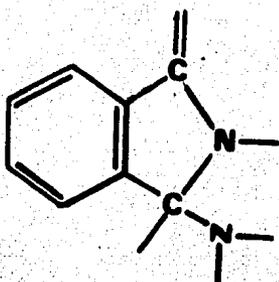
LAS FTALOCIANINAS PUEDEN PREPARARSE A PARTIR DE ÁCIDOS AROMÁTICOS O-DICARBOXÍLICOS O SUS AMIDAS, IMIDAS O NITRILOS. LOS GRUPOS CARBOXILO PUEDEN NO ESTAR SEPARADOS POR UN ÁTOMO SATURADO O POR UN GRUPO NO SATURADO O AROMÁTICO. DEBEN TENER UN DOBLE ENLACE ENTRE LOS ÁTOMOS QUE SOPORTAN ESTOS CARBOXILOS O GRUPOS CIANO, O TENER LA POSIBILIDAD PARA UN AGRUPAMIENTO QUE FORME UN DOBLE ENLACE (22). POR LO TANTO, LA FTALOCIANINA DEBE CONTENER LA ESTRUCTURA (II).

LA DETERMINACIÓN DEL PESO MOLECULAR DE UN CIERTO NÚMERO DE FTALOCIANINAS (23,24) INDICAN QUE LA MOLÉCULA POSEE CUATRO UNIDADES ESTRUCTURALES. EXISTEN DOS POSIBLES AGRUPAMIENTOS DE ESTAS UNIDADES PARA DAR EL GRUPO ISOINDOL (III) O BIÉN EL GRUPO DE LA FTALACINA (IV).

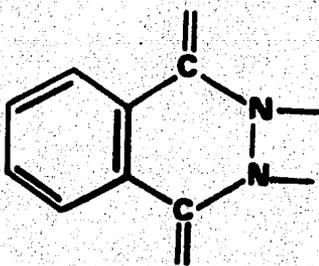
ALGUNOS HECHOS ESTÁN EN FAVOR DE LO PRIMERO. EN PRIMER LUGAR, UNA OXIDACIÓN CONTROLADA DE UNA MOLÉCULA DE FTALOCIANINA CON SULFATO CÉRICO, CONSUME UN ÁTOMO DE OXÍGENO Y PRODUCE FTALI-



(II)



(III)



(IV)

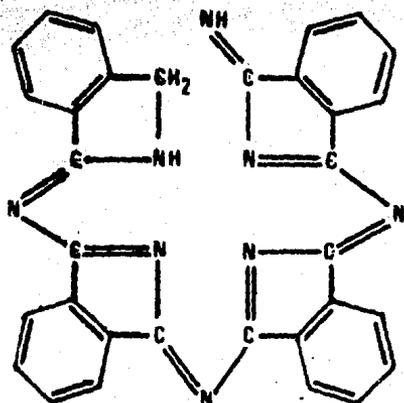
MIDA CUANTITATIVAMENTE. LA FORMACIÓN DE ESTE PRODUCTO SUGIERE LA PRESENCIA DEL GRUPO ISOINDOL(III), EN LA MOLÉCULA ORIGINAL. EN SEGUNDO LUGAR, SE HA PROBADO QUE LA 3-IMINOFTALIMIDINA QUE CONTIENE LA ESTRUCTURA DE ISOINDOL, SE CONVIERTE FÁCILMENTE EN FTALOCIANINAS EN TANTO QUE LA 1-(2H)-FTALAZONA NO LO HACE(22).

POR ÚLTIMO LA 1,3-DIIMINOISOINDOLINA SE PUEDE CONVERTIR EN FTALOCIANINA DE COBRE O NÍQUEL CON BUEN RENDIMIENTO, CUANDO SE TRATA CON SOLUCIONES ACUOSAS DE SALES DE ESOS METALES EN PRESENCIA DE MEZCLAS DE DISOLVENTES CONVENIENTES(27), HAY ADEMÁS LA CONSIDERACIÓN DE QUE SI LA FTALOCIANINA ESTUVIERA COMPUESTA DE CUATRO ANILLOS DE FTALAZINA, NECESARIAMENTE ÉSTOS HABRÍAN DE ESTAR UNIDOS DIRECTAMENTE UNO CON OTRO, UNA MOLÉCULA DE ESTA NATURALEZA PUEDE EXISTIR, PERO SU FORMACIÓN DEBE SER DESIGUAL Y LA FORMACIÓN DE SUS DERIVADOS SERÍA DE DIFÍCIL EXPLICACIÓN.

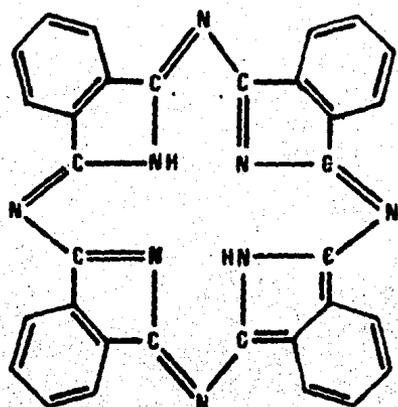
POR LO ANTERIORMENTE EXPUESTO LA MOLÉCULA DE FTALOCIANINA DEBE ESTAR COMPUESTA DE CUATRO NÚCLEOS DE ISOINDOL. ÉSTO SE PUEDE CONCEBIR UNIÉNDOLES EN CADENA ABIERTA(V) O EN CADENA CERRADA COMO SE MUESTRA EN LAS ESTRUCTURAS(VI) Y (VII)(22).

LA ESTRUCTURA DE CADENA ABIERTA ES IMPROBABLE PORQUE NO EXPLICA LA FÁCIL FORMACIÓN DE COMPLEJOS METÁLICOS, NI SU NOTABLE ESTABILIDAD. LA FÓRMULA(VI) ES MÁS PLAUSIBLE QUE LA(VII), DEBIDO A LA ESTABILIDAD DE LOS DERIVADOS METÁLICOS Y A SU COMPORTAMIENTO FRENTE A LA OXIDACIÓN. LA DEGRADACIÓN DE UN COMPUESTO DEL TIPO(VII) A FTALIMIDA Y AMONÍACO EN AUSENCIA DE OXÍGENO CONTRASTA CON LA QUE SE EFECTÚA EN UN COMPUESTO DEL TIPO(VI) QUE REQUIERE UN ÁTOMO DE OXÍGENO Y QUE COINCIDE DE FORMA DEFINITIVA CON LOS DATOS OBSERVADOS.

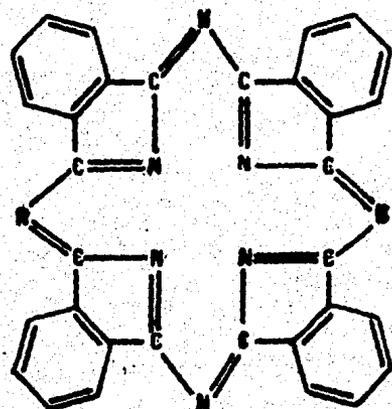
LA ESTRUCTURA CÍCLICA DE LAS FTALOCIANINAS SE CONFIRMÓ TAMBIÉN POR LOS RESULTADOS OBTENIDOS POR ROBERTSON Y COLABORADO-



(V)



(VI)



(VII)

res(25,26). FOURIER ANALIZÓ LOS ESPECTROS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE ALGUNAS FTALOCIANINAS CON Y SIN METAL Y OBTUVO DENSIDADES - ELECTRÓNICAS QUE COINCIDEN PERFECTAMENTE CON LA ESTRUCTURA PROPUESTA.

TOMANDO LAS PROPIAS PALABRAS DE BARRETT, DENT Y Linstead : "LA FTALOCIANINA ES UNA UNIDAD QUELATO CUADRIVALENTE, CAPAZ DE OCUPAR CUATRO POSICIONES EN LA ESFERA DE COORDINACIÓN DE UN METAL". LOS CUATRO ANILLOS CONSTAN DE SEIS MIEMBROS Y CONTIENEN UNO O DOS DOBLES ENLACES. LAS UNIONES PRIMARIAS DE TIPO COVALENTE NO SE ENCUENTRAN DEFINIDAS PERO SE PONEN DE MANIFIESTO A TRAVÉS DEL FENÓMENO DE RESONANCIA.

### 2.3.3.- PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

#### PROPIEDADES FÍSICAS

LA MAYOR PARTE DE LAS FTALOCIANINAS NO SUSTITUÍDAS PUEDEN EXISTIR EN DOS MODIFICACIONES CRISTALINAS(31,32,33) COMO YA SE DIJO LAS CUALES DIFIEREN EN SOLUBILIDAD, TAMAÑO Y ESTABILIDAD TERMODINÁMICA. LA FORMA META-ESTABLE SE LLAMA ALFA Y LA MÁS ESTABLE SE DENOMINA BETA. LAS DOS FORMAS SE MANIFIESTAN COMO IDÉNTICAS A LA DIFRACCIÓN CON RAYOS X(34). TAMBIÉN EL ESPECTRO DE INFRARROJO PUEDE SERVIR PARA DISTINGUIR ESTOS DOS TIPOS CON UNA EXACTITUD - APROXIMADAMENTE IGUAL A LA DE LOS RAYOS X(32).

LA DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE LA FORMA ALFA DE LAS FTALOCIANINAS EXENTAS DE METAL Y DE SUS COMPLEJOS COVALENTES CON ALGUNOS METALES ES SIMILAR. LO MISMO SUCEDE CON LA CORRESPONDIENTE A LAS MODIFICACIONES BETA(22,23,25,33,35,36). LA FORMA ALFA META-ESTABLE DE LOS PIGMENTOS DE FTALOCIANINA SE PRODUCE CUANDO SE PRECIPITAN DE DISOLVENTES POLARES O CAPACES DE FORMAR SALES, POR EJEMPLO CUANDO UNA SOLUCIÓN DEL PIGMENTO EN ÁCIDO SULFÚRICO SE DILUYE RÁPIDAMENTE CON AGUA. ESTE PROCEDIMIENTO CONOCIDO COMO "EMPASTADO -

ÁCIDO" ES EL MÉTODO MÁS COMUNMENTE USADO PARA CONVERTIR LAS FTALOCIANINAS A LA FORMA DE PIGMENTOS. LAS MODIFICACIONES BETA MÁS ESTABLES DE LAS FTALOCIANINAS SE PRODUCEN CUANDO ESTAS SE TRATAN CON UN DISOLVENTE ORGÁNICO, VARIANDO LA VELOCIDAD, PROPORCIÓN DE LA FASE CON LA TEMPERATURA Y CON LA NATURALEZA DEL DISOLVENTE. LOS HIDROCARBUROS AROMÁTICOS SON ESPECIALMENTE ACTIVOS A ESTE -- RESPECTO. LA MAYOR PARTE, AUNQUE NO TODOS LOS MÉTODOS USADOS PARA PREPARAR FTALOCIANINAS CRUDAS PRODUCEN EL PIGMENTO EN SU FORMA -- BETA. LA FORMA ALFA SE CAMBIA EXPONTÁNEAMENTE A LA BETA CUANDO -- SE CALIENTA POR ENCIMA DE 200°C. LA TRANSICIÓN DE LA FORMA ALFA A LA BETA SE ACOMPAÑA DE UN MARCADO AUMENTO EN EL TAMAÑO DE LOS CRISTALES INDIVIDUALES Y EN UN DECRECIMIENTO CORRESPONDIENTE DEL PODER TINTOREAL. ESTA ALTERACIÓN DE LA ESTRUCTURA DEL CRISTAL PUE DE TENER LUGAR CUANDO EL PIGMENTO DE FTALOCIANINA ES GUARDADO EN UN VEHÍCULO QUE CONTENGA DISOLVENTES AROMÁTICOS POR EJEMPLO EN CIERTOS VEHÍCULOS DE PINTURAS O LACAS.

## PROPIEDADES QUIMICAS

LOS ÁTOMOS DE HIDRÓGENO QUE SE ENCUENTRAN EN EL CENTRO DE LA ESTRUCTURA DE LAS FTALOCIANINAS, SON FÁCILMENTE REEMPLAZADOS -- POR METALES, FORMÁNDOSE DE ESTA MANERA LAS FTALOCIANINAS METÁLI-- CAS(19,24,25). ESTOS DERIVADOS METÁLICOS PUEDEN DIVIDIRSE EN DOS CLASES: ELECTROVALENTES Y COVALENTES(15,26,27). LOS PRIMEROS SON EN GENERAL COMPLEJOS FORMADOS POR UNA MOLÉCULA DE FTALOCIANINA -- QUE CONTIENE METALES ALCALINOS O ALCALINOTÉRREOS. ESTOS COMPUESTOS SON COMPLETAMENTE INSOLUBLES EN CASI TODOS LOS DISOLVENTES OR GÁNICOS Y NO SON VOLÁTILES. CUANDO SE TRATAN CON ÁCIDOS MINERA-- LES ACUOSOS, CON ALCOHOL ACUOSO Y EN ALGUNAS OCASIONES CON AGUA, SE SEPARAN LOS ÁTOMOS DEL METAL, DANDO ORIGEN A LA FORMACIÓN DE

## FTALOCIANINAS LIBRES DE METAL.

LOS COMPLEJOS QUE FORMAN LAS FTALOCIANINAS CON: SODIO, POTASIO, CALCIO, BARIO, CADMIO Y MAGNESIO(15), PERTENECEN A ESTE PRIMER GRUPO, LA FTALOCIANINA DE LITIO ES UNA EXCEPCIÓN NOTABLE POR QUE ES SOLUBLE EN ALCOHOL Y CAMBIA SU METAL CON LAS SALES DE OTROS METALES, AÚN A TEMPERATURA ORDINARIA(26).

LOS COMPLEJOS DE LAS FTALOCIANINAS QUE PERTENECEN AL TIPO COVALENTE, SON ESTABLES Y SUBLIMAN A TEMPERATURAS QUE OSCILAN ENTRE LOS 400 Y 500°C, UTILIZANDO VACÍO O ATMÓSFERA INERTE. NO SE DESMETALIZAN POR CONTACTO PROLONGADO CON LOS ÁCIDOS MINERALES, LA UNIÓN COVALENTE ES MUY ESTABLE Y LE CONFIERE A LA MOLÉCULA UN CARÁCTER PSEUDOAROMÁTICO. LA FTALOCIANINA DE COBRE, POR EJEMPLO, AUNQUE CONTIENE 11% DE COBRE, DA UNA SOLUCIÓN ACUOSA EN LA CUAL NO SE PUEDE EVIDENCIAR LA PRESENCIA DEL IÓN CÚPRICO. ESTA FTALOCIANINA SE ENCUENTRA ADMITIDA COMO UNA MATERIA COLORANTE EN LA ELABORACIÓN DE ALGUNOS ALIMENTOS EN ALEMANIA(28) Y ES AMPLIAMENTE UTILIZADA EN LA PIGMENTACIÓN DEL HULE, AUNQUE SI SE ENCONTRARAN PEQUEÑAS CANTIDADES DE IÓN CÚPRICO LIBRE, PUEDE PROVOCARSE UN RÁPIDO DETERIORO DE ESTE PRODUCTO(29). LOS COMPLEJOS DE FTALOCIANINA CON: COBRE, NIQUEL, CINC, COBALTO, ALUMINIO, PLATINO, HIERRO Y VANADIO, PRESENTAN UNA ESTABILIDAD APRECIABLE.

ALGUNOS COMPLEJOS DE FTALOCIANINA DE TIPO COVALENTE SON MENOS ESTABLES, TAL ES EL CASO DE LOS QUE INCLUYEN AL: BERILIO, PLOMO, MANGANESO, ESTAÑO Y MAGNESIO, COMO METAL CENTRAL(15,26). LA FTALOCIANINA DE TITANIO TIENE ESTABILIDAD INTERMEDIA ENTRE LAS DOS CLASES MENCIONADAS ANTERIORMENTE. ESTOS COMPUESTOS SON VOLÁTILES Y SOLUBLES EN CIERTO GRADO EN DISOLVENTES ORGÁNICOS(ESPECIALMENTE LOS COMPUESTOS DE MAGNESIO), PERO SE DESMETALIZAN CON ÁCIDOS MINERALES PRODUCIENDO FTALOCIANINAS LIBRES DE METAL. ESTE COMPORTAMIENTO SE

CREE QUE SEA DEBIDO AL RESULTADO DE LA DISPARIDAD ENTRE LOS RADIOS ATÓMICOS NORMALES DE LOS METALES Y LAS LIMITACIONES ESPACIALES DE LAS MOLÉCULAS DE FTALOCIANINAS(15), EL RADIO DEL HUECO EN EL CENTRO DE LA MOLÉCULA DE FTALOCIANINA MIDE APROXIMADAMENTE  $1,35 \text{ \AA}$  CONFORME A LOS DATOS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X. TODOS LOS COMPLEJOS METÁLICOS DE FTALOCIANINA QUE RESISTEN EL ATAQUE DE ÁCIDOS MINERALES CONTIENEN METALES CUYO RADIO EFECTIVO NORMAL (COMO ÁTOMOS NEUTROS) ES DE ESTE ORDEN DE MAGNITUD. CON RADIOS MÁS GRANDES O MÁS PEQUEÑOS SE DESMETALIZAN CON LOS ÁCIDOS, TAL ES EL CASO DEL MANGANESO  $1,18 \text{ \AA}$  O EL PLOMO  $1,75 \text{ \AA}$ .

ALGUNOS METALES TRIVALENTES FORMAN COMPLEJOS DE FTALOCIANINA. EN TALES CASOS, DOS DE LAS UNIONES DE VALENCIA DEL METAL ESTÁN UNIDAS AL COMPLEJO DE FTALOCIANINA Y LA TERCERA PERMANECE IÓNICA Y REACTIVA. COMO EJEMPLO EL CLORURO FÉRRICO REACCIONA CON EL FTALONITRILO PARA FORMAR LA FTALOCIANINA CLOROFÉRRICA; LA HIDRÓLISIS DE ESTE COMPUESTO PRODUCE ÁCIDO CLORHÍDRICO Y FTALOCIANINA HIDROXIFÉRRICA.

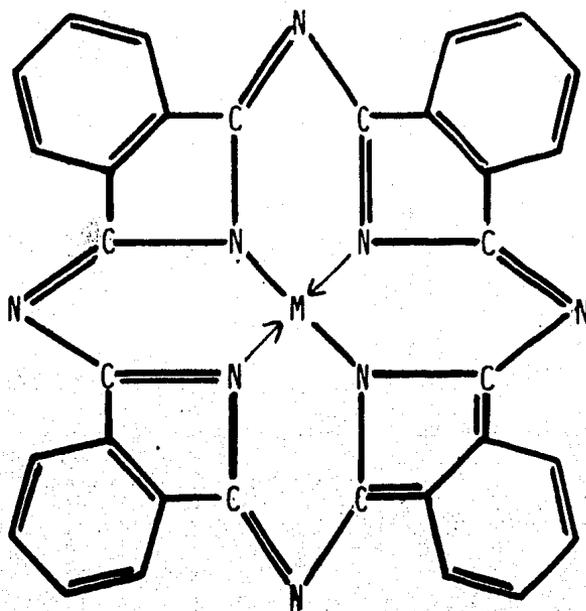
EL CLORURO ESTANOSO REACCIONA CON EL FTALONITRILO PARA FORMAR LA FTALOCIANINA DICLOROESTÁNICA, LA CUAL SE HIDROLIZA DANDO FTALOCIANINA DIHIDROXIESTÁNICA(15). EN GENERAL LOS PIGMENTOS DE FTALOCIANINA SON COMPLETAMENTE INSOLUBLES EN AGUA. LAS FTALOCIANINAS DE METAL ELECTROVALENTE (EXCEPTO EL LITIO), SON TAMBIÉN INSOLUBLES EN DISOLVENTES ORGÁNICOS, EN TANTO QUE LAS DE METALES COVALENTE SON LIGERAMENTE SOLUBLES. EL 1-CLORONAFTALENO EN CALIENTE SE HA USADO COMO DISOLVENTE EN LA MEDIDA DEL ESPECTRO DE ABSORCIÓN DE LAS FTALOCIANINAS Y TAMBIÉN EN LA DETERMINACIÓN DE SUS PESOS MOLECULARES. LOS COMPLEJOS DE FTALOCIANINA QUE CONTIENEN UN ENLACE DE ANIÓN AL METAL, SON SOLUBLES EN AMINAS TALES COMO: LA PIRIDINA, QUI NOLINA, Y ANILINA, FORMÁNDOSE LOS COMPLEJOS CORRESPONDIENTES.

LAS FTALOCIANINAS SON GENERALMENTE SOLUBLES CON FACILIDAD EN: ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO, ÁCIDO ETILSULFÚRICO, ÁCIDO CLORO-SULFÓNICO Y ÁCIDO FOSFÓRICO; MUCHO MENOS EN ÁCIDO TRICLOROACÉTICO (18). LA SOLUBILIDAD SE DEBE A LA FORMACIÓN DE SALES ÁCIDAS. MUCHOS DERIVADOS COVALENTES DE METALES SON ESTABLES EN ÁCIDO SULFÚRICO; LOS ELECTROVALENTES Y ALGUNOS TIPOS DE COVALENTES SE DESMETALIZAN MÁS O MENOS FÁCILMENTE CON FORMACIÓN DE FTALOCIANINA LIBRE DE METAL (15). LOS PRIMEROS COMPUESTOS QUE SON DÉBILMENTE ESTABLES, SE OXIDAN LENTAMENTE CON ÁCIDO SULFÚRICO (30). LAS FTALOCIANINAS COVALENTES, RESISTEN A UNA PROLONGADA EXPOSICIÓN A LOS ÁLCALIS ACUOSOS, EN CAMBIO LAS COVALENTES SON MENOS ESTABLES Y ALGUNAS ELECTROVALENTES SON ESTABLES EN ESTAS CONDICIONES Y OTRAS PUEDEN DESMETALIZARSE O DESTRUIRSE POR TAL TRATAMIENTO.

TODAS LAS FTALOCIANINAS SE ATACAN POR AGENTES OXIDANTES FUERTES TALES COMO EL ÁCIDO NÍTRICO O LA SOLUCIÓN ACUOSA DE PERMANGANATO DE POTASIO (16, 19, 20). EL PRODUCTO FINAL DE OXIDACIÓN ES LA FTALIMIDA.

LA FTALOCIANINA DE COBRE SE OXIDA MUY RÁPIDAMENTE Y CUANTITATIVAMENTE POR SULFATO CÉRICO EN ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO (20, 22). ESTE MÉTODO SE HA USADO PARA LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE FTALOCIANINA DE COBRE.

LAS SOLUCIONES DE ÁCIDO SULFÚRICO DE FTALOCIANINA SE OXIDAN RAPIDAMENTE CON CLORO. LA FTALOCIANINA DE COBRE SE ATACA POR UNA DISOLUCIÓN ÁCIDA DE HIPOCLORITO SÓDICO, PERO EL ATAQUE ES LENTO PORQUE EL PIGMENTO ES POCO SOLUBLE. ES NOTABLE LA ACCIÓN DEL ÁCIDO NITRICO EN NITROBENCENO Y LA DE BROMO EN METANOL DANDO PRODUCTOS DE OXIDACIÓN SOLUBLES QUE SE PUEDEN REDUCIR A FTALOCIANINA METÁLICA POR UN TRATAMIENTO ADECUADO. ESTO SE APLICA ESPECIALMENTE A LAS FTALOCIANINAS DE COBALTO Y DE COBRE. ASÍ, POR LO TANTO, TIENE LUGAR



### ESTRUCTURA DE FTALOCIANINA METALICA

M= METAL: PUEDE SER COBRE, NIQUEL, COBALTO, HIERRO  
PLOMO, ALUMINIO, LITIO, MAGNESIO, MANGANESO  
ETC.

## UN FENÓMENO REVERSIBLE DE OXIDO-REDUCCIÓN.

MUCHOS PIGMENTOS DE FTALOCIANINA TIENEN UNA DEFINIDA AFINIDAD CATALÍTICA PARA SUFRIR REACCIONES DE OXIDACIÓN. ESTO NO ES SORPRENDENTE PUES ESTÁN QUÍMICAMENTE RELACIONADAS A LAS PORFINAS NATURALES. PROBABLEMENTE LA FTALOCIANINA DE HIERRO ES LA DE MAYOR ACTIVIDAD, PERO TAMBIÉN LO SON LAS DE COBALTO Y NÍQUEL. SE PREFIEREN LAS DE NIQUEL PORQUE PUEDEN RECUPERARSE SIN SUFRIR TRANSFORMACIÓN. SE HAN LLEVADO A CABO ESTUDIOS DE LOS COMPLEJOS DE FTALOCIANINAS EN: LA OXIDACIÓN DEL ÁCIDO IODHÍDRICO, HIDROCARBUROS, CETONAS Y ALDEHIDOS, ÁCIDOS GRASOS NO SATURADOS Y EN LA POLIMERIZACIÓN DE BUTANO (79)

EL USO DE FTALOCIANINA DE HIERRO PARA CONTROL DE LA VELOCIDAD DE OXIDACIÓN EN LOS BAÑOS DE TINA, HA SIDO PATENTADO.

CIERTAS FTALOCIANINAS AGITADAS CON TETRAHIDRONAFTALENO, EL CUAL CONTIENE PERÓXIDO, PRODUCEN UNA INTENSA FOTOLUMINISCENCIA.

EN GENERAL LOS PIGMENTOS DE FTALOCIANINA SON RESISTENTES A LA ACCIÓN DE LA LUZ. LOS DE COBRE, COBALTO, Y NÍQUEL SON EXTRAORDINARIAMENTE RESISTENTES (57).

### 2.3.4.-PREPARACION DE FTALOCIANINAS

#### 2.3.4.1.- FTALOCIANINAS METÁLICAS

SE PREPARAN: A) POR LA REACCIÓN DEL FTALONITRILLO SIMPLE Ó DE SUS PRODUCTOS DE SUSTITUCIÓN CON METALES O SALES METÁLICAS.

B) POR LA REACCIÓN ENTRE ANHIDRIDO FTÁLICO, FTA LIMIDA O SUS PRODUCTOS DE SUSTITUCIÓN CON UREA EN PRESENCIA DE SALES METÁLICAS.

C) POR LA INTRODUCCIÓN DE UN ÁTOMO DE METAL EN LA MOLÉCULA DE UNA FTALOCIANINA SIN METAL.

D) POR SUSTITUCIÓN DE UN ÁTOMO DE METAL EN UNA FTALOCIANINA METÁLICA POR OTRO METAL QUE FORME UN COMPLEJO MÁS ESTABLE.

A).- LINSTEAD Y SUS COLABORADORES(18,20,30,40) HAN PREPARADO UN CONSIDERABLE NÚMERO DE FTALOCIANINAS METÁLICAS CALENTANDO PORCIONES CONSIDERABLES DE VARIOS METALES CON EXCESO DE FTALONITRILO, EL CUAL SIRVE A LA VEZ COMO REACTIVO Y COMO DISOLVENTE DE REACCIÓN.

EN LA MANUFACTURA INDUSTRIAL, EL FTALONITRILO SE MEZCLA INTIMAMENTE CON EL METAL ADECUADO O SALES METÁLICAS EN UN DILUYENTE INERTE Y LA MEZCLA EN POLVO FINO SE CALIENTA HASTA LA TEMPERATURA INICIAL DE LA REACCIÓN. TIENE LUGAR UNA REACCIÓN EXOTÉRMICA VIGOROSA Y LA FTALOCIANINA METÁLICA SE FORMA DIRECTAMENTE(41,42). SI SE EMPLEA UN CLORURO METÁLICO, EL CLORO LIBERADO EN LA REACCIÓN PUEDE ENTRAR EN LA MOLÉCULA, POR EJEMPLO: REACCIÓN ENTRE FTALONITRILO SECO Y CLORURO FÉRRICO DA MONOCLOROFTALOCIANINA DE HIERRO CUANDO LA TEMPERATURA DE LA REACCIÓN PASA DE 200°C(20,43). EL EMPLEO DE OTRA SAL METÁLICA TAL COMO SULFATO DE COBRE EVITA ÉSTA REACCIÓN LATERAL DE CLORACIÓN, PERO DA BAJO RENDIMIENTO A MENOS QUE SE PROCEDA CUIDADOSAMENTE EN CONDICIONES BIEN CONTROLADAS Y CON EXCESO DE AMONÍACO(44,45).

B).- ESTE MÉTODO SE APLICA AMPLIAMENTE Y SE UTILIZA COMERCIALMENTE PARA LA MANUFACTURA DE FTALOCIANINA DE COBRE.

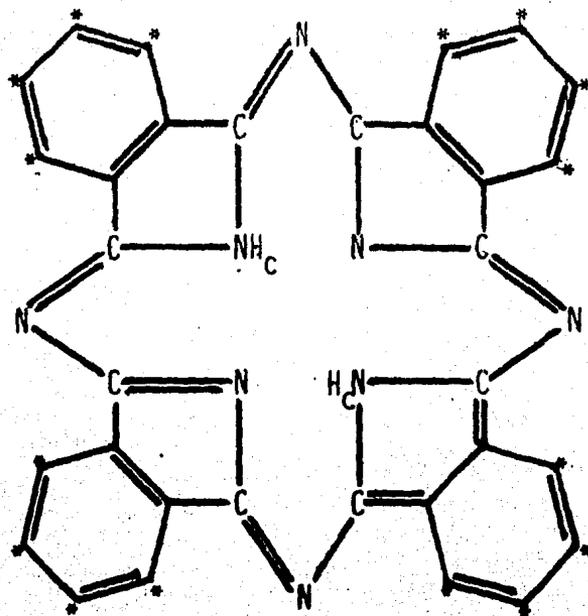
EL ÁCIDO FTÁLICO O UN PRODUCTO DE SUSTITUCIÓN MEZCLADO CON LA SAL METÁLICA ADECUADA, UREA, UN CATALIZADOR(46,47,48) Y UN DISOLVENTE ORGÁNICO INERTE DE ALTO PUNTO DE EBULLICIÓN SE CALIENTAN LENTAMENTE HASTA LLEGAR A UNA TEMPERATURA FINAL DE 190 A 200°C. LA REACCIÓN ES COMPLICADA E INDUDABLEMENTE PASA A TRAVÉS DE MÁS DE UNA ETAPA INTERMEDIA. LA FORMACIÓN DE PIGMENTO EMPIEZA A UNOS 180°C

Y ES COMPLETA DESPUÉS DE CUATRO HORAS DE REACCIÓN A 190-200°C. EL RENDIMIENTO VARÍA DE 85 A 98% DEL TEÓRICO(49) Y DEPENDE DE LAS CONDICIONES EN QUE SE EFECTUE LA REACCIÓN; ÉSTA PUEDE ADAPTARSE A MUCHAS VARIANTES. SE PUEDEN EMPLEAR: ANHIDRIDO FTÁLICO, FTALIMIDA, FTALAMIDA O SUS PRODUCTOS DE SUSTITUCIÓN. LA UREA SE PUEDE REEMPLAZAR POR ÁCIDO SULFÁMICO, SULFAMATO AMÓNICO, DICIANODIAMIDA Ó CIANOguanidina(50,51,52,53). LA PRESENCIA DE UN CATALIZADOR ADECUADO ES NECESARIA PARA LA PROPIA MARCHA DE LA REACCIÓN; ENTRE LOS MÁS USADOS ESTÁN: EL ÁCIDO BÓRICO, SALES DEL ÁCIDO MOLÍBDICO, PENTÓXIDO DE ARSÉNICO Y EL CLORURO FÉRRICO ANHIDRO(48,47,54,49). EL USO DE DISOLVENTES INERTES EN LA REACCIÓN ES VENTAJOSO, PERO NO NECESARIO. LA UREA QUE SE EMPLEA FRECUENTEMENTE EN EXCESO PUEDE ACTUAR COMO UN DISOLVENTE PARA LA REACCIÓN.

C).- VARÍA AMPLIAMENTE CONFORME A LA NATURALEZA FÍSICA Y QUÍMICA DE LOS COMPUESTOS REACCIONANTES. SÍ ESTOS ESTÁN EN SOLUCIÓN, LA REACCIÓN TIENE LUGAR MUY RÁPIDAMENTE. UNA SOLUCIÓN ACUOSA DE FTALOCIANINA LIBRE DE METAL Y SULFONADA PUEDE REACCIONAR RÁPIDAMENTE CON UNA SAL METÁLICA SOLUBLE A 100°C PRODUCIENDO UNA FTALOCIANINA METÁLICA SULFONADA IDÉNTICA A LA PRODUCIDA POR SULFONACIÓN DIRECTA DE LA FTALOCIANINA METÁLICA CORRESPONDIENTE(55). UNA SUSPENSIÓN ACUOSA DE LA FTALOCIANINA LIBRE DE METAL PUEDE NO REACCIONAR CON SALES METÁLICAS, SIN EMBARGO LAS MISMAS SALES PUEDEN ENTRAR EN LA MOLÉCULA CUANDO LA REACCIÓN SE LLEVA A CABO EN EL SENO DE QUINOLINA HIRVIENDO(56).

LA SUSTITUCIÓN DIRECTA DE UNA FTALOCIANINA PREPARADA TIENE MUCHA ACEPTACIÓN INDUSTRIAL YA QUE RESULTA MÁS ECONÓMICA.

D).- LAS FTALOCIANINAS DE BERILIO Ó LITIO (18,20) PUEDEN PRODUCIR METÁTESIS CUANTITATIVAMENTE CON DIVERSOS IONES METÁLICOS EN EL SENO DE ALCOHOL HIRVIENDO, PRODUCIÉNDOSE LA CORRESPONDIENTE FTALO--



### ESTRUCTURA DE FTALOCIANINA EXENTA DE METAL

Hc= HIDRÓGENOS QUE SE PUEDEN REEMPLAZAR POR METALES COMO:  
COBRE, HIERRO, NÍQUEL, CALCIO, BARIO, ZINC, CADMIO, MAG-  
NESIO, COBALTO ETC.

(\*)= HIDRÓGENOS QUE SE PUEDEN SUSTITUIR POR HALÓGENOS, GRUPOS  
SULFÓNICOS, GRUPOS NITRO, GRUPOS AZO.

CIANINA METÁLICA. EN EFECTO, EL COMPUESTO DILÍTICO PUEDE REACCIONAR DE ESTE MODO AÚN A LA TEMPERATURA ORDINARIA Y ES UN CASO ÚNICO(29).

#### 2.3.4.2.- FTALOCIANINAS EXENTAS DE METAL

GENERALMENTE, EL MÁS SIMPLE DE LOS MIEMBROS DE UNA SERIE DE COLORANTES Ó PIGMENTOS ES EL QUE RECIBE LA ATENCIÓN COMERCIAL-PREFERENTE. SIN EMBARGO, EN EL CASO DE LAS FTALOCIANINAS, A LA FTALOCIANINA MISMA, MÁS CONOCIDA COMO FTALOCIANINA NO-METÁLICA Ó EXENTA DE METAL SÓLO SE LE HA CONCEDIDO ATENCIÓN DESPUÉS DE QUE EL DERIVADO DE COBRE FUE OBTENIDO. ESTO SE DEBIÓ EN PARTE A LAS DIFICULTADES DE LA SÍNTESIS, PERO MÁS A LAS CIRCUNSTANCIAS ANTES-REFERIDAS QUE CONCURRIERON EN EL DESCUBRIMIENTO DEL COMPUESTO DE COBRE.

COMO EN EL CASO ANALIZADO ANTES, FUE NECESARIO IDEAR MÉTODOS PARA PREPARAR EL PIGMENTO SIN METAL, ASÍ COMO TAMBIÉN MÉTODOS PARA CONVERTIR EL COMPUESTO A LOS ESTADOS FÍSICOS APROPIADOS.

EN LAS SOLICITUDES DE PATENTE SE REGISTRARON VARIAS PREPARACIONES DE LA FTALOCIANINA EXENTA DE METAL(58), ESTAS SON DE DOS TIPOS:

A).- LA PREPARACIÓN DEL PIGMENTO DIRECTAMENTE DE LA FTALOCIANINA BAJO CIERTAS CONDICIONES CATALÍTICAS.

B).- PREPARACIÓN DE VARIAS FTALOCIANINAS METÁLICAS SEGUIDA DE LA SUPRESIÓN DEL METAL.

EL PROCESO COMERCIAL QUE SE USA MÁS ES DEL ÚLTIMO TIPO. SE GÚN SE DESCRIBE EN LOS ESCRITOS DE PATENTES(60,61), PUEDE QUITARSE EL METAL FÁCILMENTE DE MUCHAS DE LAS FTALOCIANINAS METÁLICAS. ESTO ES CIERTO, ESPECIALMENTE PARA: LA FTALOCIANINA DE MAGNESIO, DE PLOMO, DE ESTAÑO Y DISÓDICA.

GENERALMENTE EL TRATAMIENTO CON ÁCIDOS ES EL PROCEDIMIENTO MÁS SIMPLE, AUNQUE SE SABE QUE LAS FTALOCIANINAS METÁLICAS ALCALINAS TAMBIÉN SE TRANSFORMAN EN FTALOCIANINAS LIBRES DE METAL POR LA ACCIÓN DEL METANOL (62,63).

DURANTE LA DESMETALIZACIÓN LA FTALOCIANINA EXENTA DE METAL SE PRODUCE EN UN ESTADO FINO DE SUBDIVISIÓN SEMEJANTE AL DEL PIGMENTO EMPASTADO EN ÁCIDO. SIN EMBARGO, DEBIDO A LO FÁCIL QUE ES LA SULFONACIÓN, DEBE PONERSE MUCHO CUIDADO SI SE DISUELVE EL PIGMENTO EN ÁCIDO SULFÚRICO. LA ELECCIÓN DEL PROCESO PARA LA FABRICACIÓN DEPENDE DE CONSIDERACIONES RELATIVAS AL COSTO Y AL EQUIPO.

#### PROPIEDADES Y USOS DE LA FTALOCIANINA EXENTA DE METAL.

LA FTALOCIANINA SIN METAL ES SEMEJANTE EN ASPECTO FÍSICO A FTALOCIANINA DE COBRE EXCEPTO EN QUE SU COLOR ES AZUL-VERDOSO -- CUANDO ESTÁ EN FORMA DISPERSA. TIENE LA MISMA INSOLUBILIDAD EN DISOLVENTES ORGÁNICOS Y LA SOLUBILIDAD EN ÁCIDOS CONCENTRADOS QUE TIENEN LOS PIGMENTOS DE LOS QUE YA HEMOS HABLADO. DE IGUAL MANERA POSEEN ESTABILIDAD FRENTE AL CALOR, LOS ÁCALIS, LOS AGENTES OXIDANTES Y REDUCTORES QUE ES TÍPICA DE LOS OTROS COLORANTES DE ESTA SERIE. PARA EL QUE USA ESTOS PIGMENTOS, LA IMPORTANCIA APARTE DE SUS PROPIEDADES DE ADHERENCIA, ESTÁ EN EL HECHO DE QUE TIENE UN COLOR AZUL-VERDOSO BRILLANTE (AZUL-PAVO) DE ALTO VALOR COLORANTE Y PUREZA DE TONO. SU TONO PUEDE LOGRARSE APROXIMADAMENTE MEZCLANDO FTALOCIANINA DE COBRE CON FTALOCIANINA DE COBRE CLORADA, PERO EL TONO DE LA MEZCLA RESULTA MÁS OPACO.

ESTOS PIGMENTOS SE USAN EN TINTAS DE IMPRENTA EN LOS QUE SE DESEEN ESTOS TONOS CARACTERÍSTICOS, EN COLORANTES PARA PAPEL (69), ESPECIALMENTE PARA LA ENVOLTURA DE PRODUCTOS ALIMENTICIOS, EN DONDE LA PRESENCIA DE COBRE ES INCONVENIENTE, ASÍ MISMO EL EL MERCA-

DO DE PRODUCTOS DE CAUCHO. SON IMPORTANTES EN EL MERCADO DE PAPEL  
TAPIZ POR LA VENTAJA QUE TIENE EN TONO Y BRILLO.

### 3.- PARTE EXPERIMENTAL

### 3.1.- OBTENCIÓN DE DERIVADOS FTÁLICOS

#### 3.1.1.- OBTENCIÓN DE FTALIMIDA(1)

##### A).- PRIMERA OBTENCIÓN

MATERIAS PRIMAS:                    50 G. ANHIDRIDO FTÁLICO  
     60 G. CARBONATO DE AMONIO

MATERIAL: MATRAZ REDONDO DE 500 ML., MATRAZ KITASATO, EMBUDO BÜCHNER, BAÑO DE ARENA, MORTERO.

PROCEDIMIENTO: EN UN MORTERO SE PULVERIZAN Y MEZCLAN PERFECTAMENTE EL ANHIDRIDO FTÁLICO Y EL CARBONATO DE AMONIO. LA MEZCLA SE COLOCA EN UN MATRAZ TAPADO CON UN VIDRIO DE RELOJ O CON UN EMBUDO. PRIMERO SE VA CALENTANDO LENTAMENTE HASTA LOS 100°C, CON LO CUAL LA MEZCLA SE FUNDE CON DESPRENDIMIENTO DE VAPOR DE AGUA Y BIÓXIDO DE CARBONO; AL AUMENTAR LA TEMPERATURA SE SOLIDIFICA NUEVAMENTE. SE AUMENTA LA TEMPERATURA DEL BAÑO HASTA 230-250°C MANTENIÉNDOLA ASÍ DURANTE TRES HORAS. CONVIENE DE VEZ EN CUANDO REMOVER EL CONTENIDO DEL MATRAZ CON UNA VARILLA O UNA ESPÁTULA, AL MISMO TIEMPO SE BAJAN LOS CRISTALES SUBLIMADOS EN LA PARTE ALTA DEL MATRAZ. AL CABO DE DOS HORAS SE AUMENTA LA TEMPERATURA HASTA LLEGAR A APROXIMADAMENTE A 300°C, CON ELLO EL CONTENIDO DEL MATRAZ DEBE FUNDIR DE NUEVO. AÚN CALIENTE SE PASA A UNA CÁPSULA O MORTERO Y SE TAPA CON UN PAPEL FILTRO PARA EVITAR PÉRDIDAS POR SUBLIMACIÓN.

UNA VEZ FRIOS LOS CRISTALES BLANCOS, SE TRITURAN VARIAS VECES CON AGUA FRÍA(EN TOTAL 400-500 ML.) FILTRANDO CON VACÍO. LOS CRISTALES INSOLUBLES EN AGUA SE RECOGEN Y SE SECAN EN LA ESTUFA. EL PRODUCTO ES UTILIZABLE DIRECTAMENTE PARA OTROS PREPARADOS. PUEDE RECRISTALIZARSE DE AGUA HIRVIENDO, PERO NO ES ACONSEJABLE PARA GRANDES CANTIDADES DEBIDO A SU POCA SOLUBILIDAD EN AGUA(4 G./L.),

OBSERVACIONES: LA MEZCLA FUNDE A  $104^{\circ}\text{C}$  Y ADEMÁS DEL BIXÍDO DE -- CARBONO Y AGUA SE DESPRENDE AMONÍACO. SE USARON DOS MECHEROS PARA ALCANZAR LA TEMPERATURA DESEADA. SE SUBLIMÓ LA MAYOR PARTE CERCA DE LOS  $300^{\circ}\text{C}$  (COLOR BLANCO). LA SUSTANCIA SUBLIMADA EN LA PARTE -- MÁS BAJA QUEDA DE COLOR AMARILLO. EL CONTROL DE LA TEMPERATURA -- FUÉ: TRES HORAS A  $230-250^{\circ}\text{C}$ , DOS HORAS A  $300^{\circ}\text{C}$ . NO PUDO VACIARSE EN CALIENTE, PORQUE TODA LA SUSTANCIA SE HALLABA SUBLIMADA Y AUNQUE FORMABA UNA CAPA GRUESA FUE DIFÍCIL DE DESPRENDER, NO SE PUDO HACER ESTO CON UNA VARILLA DE VIDRIO POR LO QUE FUE NECESARIO AGREGAR AGUA HIRVIENDO PARA AFLOJARLA. SE DESPRENDIÓ EN PEDAZOS QUE -- SE PASARON A UN MORTERO, SE TRITURARON FILTRÁNDOSE AL VACÍO.

SE METIERON EN UNA CÁPSULA EN LA ESTUFA A SECAR A UNA TEMPERATURA DE  $60-70^{\circ}\text{C}$ .

SE OBTUVO UN POLVO BRILLANTE LIGERAMENTE AMARILLO AL QUE SE LE DETERMINÓ SU PUNTO DE FUSIÓN USANDO TUBO DE THIELE Y USANDO VA SELINA LÍQUIDA P.F.:  $222-235^{\circ}\text{C}$ .

RENDIMIENTO PRÁCTICO: 48 G. DE POLVO BRILLANTE LIGERAMENTE AMARILLO.

#### B).- SEGUNDA OBTENCIÓN(59)

MATERIAS PRIMAS:                   200 G. DE ANHÍDRIDO FTÁLICO  
  200 G. DE CARBONATO DE AMONIO

MATERIAL: MATRÁZ DE FONDO REDONDO DE TRES BOCAS DE DOS LITROS DE CAPACIDAD, AGITADOR MECÁNICO, REFRIGERANTE DE ROSARIO, TELA DE ALAMBRE, MECHERO BUNSEN.

PROCEDIMIENTO: EN EL MATRÁZ DE FONDO REDONDO DE TRES BOCAS SE COLOCA LA MEZCLA DE ANHÍDRIDO FTÁLICO Y CARBONATO DE AMONIO PREVIAMENTE TRITURADOS.

EL MATRAZ ES AJUSTADO AL REFRIGERANTE VERTICALMENTE, SE CALIENTA CON FLAMA LIBRE HASTA QUE LA MEZCLA FUNDA, ÉSTO ES A UNA TEMPERATURA CERCANA A  $300^{\circ}\text{C}$ . REQUIERE CERCA DE UNA HORA PARA QUE TODA EL AGUA SE EVAPORE Y DE UNA HORA Y MEDIA A DOS HORAS PARA QUE SE ALCANCE LA TEMPERATURA DE REACCIÓN DE LA MEZCLA DE  $300^{\circ}\text{C}$  Y FUNDA HOMOGÉNEAMENTE.

SE RECOMIENDA DURANTE EL CALENTAMIENTO AGITAR EL MATRAZ DE VEZ EN CUANDO, PARTE DEL CONTENIDO SE SUBLIMA DENTRO DEL REFRIGERANTE Y DEBE BAJARSE LO MÁS POSIBLE CON UNA VARILLA.

LA MEZCLA REACCIONANTE CALIENTE ES VACIADA A UN RECIPIENTE: CÁPSULA Ó MORTERO, AL QUE SE LE COLOCA UN PAPEL PARA PREVENIR PÉRDIDAS POR SUBLIMACIÓN Y SE DEJA ENFRIAR. EL PRODUCTO ES PRÁCTICAMENTE PURO SIN NECESIDAD DE TRATAMIENTO POSTERIOR Y FUNDE A  $232-235^{\circ}\text{C}$  (ALGUNOS AUTORES DICEN  $238^{\circ}\text{C}$ ).

OBSERVACIONES: EMPEZÓ A FUNDIR LA MEZCLA A  $100^{\circ}\text{C}$ , PONIÉNDOSE EL LÍQUIDO AMARILLENTO Y DESPRENDIÉNDOSE VAPORES DE AMONÍACO (EN GRAN ESCALA ES RECOMENDABLE RECOLECTAR EL AMONÍACO QUE SE DESPRENDE) A LOS  $150^{\circ}\text{C}$  EMPEZÓ A SUBLIMAR EN AGUJAS BLANCAS, A LOS  $200^{\circ}\text{C}$  EL LÍQUIDO CAMBIÓ A COLOR AMARILLO ROJIZO, Y A LOS  $217^{\circ}\text{C}$  SE LOGRÓ FUNDIR TODA EL CONTENIDO, SE FORMARON AGUJAS MÁS LARGAS EN LA PARTE SUPERIOR DEL MATRAZ A LOS  $285^{\circ}\text{C}$  CON EBULLICIÓN TURBULENTO DEL LÍQUIDO AMARILLO OSCURO, SE SIGUE CALENTANDO HASTA LLEGAR A LA TEMPERATURA DE  $300^{\circ}\text{C}$  (EL TIEMPO TOTAL DE CALENTAMIENTO DESDE EL INICIO FUÉ DE TRES HORAS 28 MINUTOS).

COMO NO SE PUDO VACIAR TODO EL CONTENIDO DEL MATRAZ DE UNA SOLA VEZ A UN MORTERO SE HIZO ESTA OPERACIÓN EN DOS PARTES, SE HIZO EL VACIADO A LA TEMPERATURA DE  $260^{\circ}\text{C}$  PORQUE SE SOLIDIFICABA A  $232^{\circ}\text{C}$ .

**PORTE 1.** AL VACIARSE EN EL MORTERO SE SOLIDIFICÓ INMEDIATAMENTE.

SE FORMÓ UNA CAPA DE CRISTALES MUY FINOS DE COLOR BLANCO EN LA --  
 PARTE SUPERIOR DEL MORTERO, SE SEPARARON(1A), LO DEMÁS TOMÓ LA --  
 FORMA DEL MORTERO Y ERA DE COLOR PARDUZCO(MUY DURO). ESTA PARTE -  
 SE TRATÓ CON AGUA CALIENTE Y SE TRITURÓ EN EL MISMO. SE HIRVIERON  
 LOS TROZOS EN UN VASO, FORMÁNDOSE GRAN CANTIDAD DE ESPUMA CON PRE  
 CIPITADO; EL LÍQUIDO ERA DE COLOR AMARILLO CON GRAN CANTIDAD DE -  
 PRECIPITADO GRUMOSO DE COLOR PARDUZCO. SE FILTRÓ AL VACÍO Y SE SE  
 CÓ EN LA ESTUFA A 80°C(1B).

PARTE 2.- SE VOLVIÓ A CALENTAR EL MATRAZ PARA PODER SACAR LA SE--  
 GUNDA PARTE, AL FUNDIR TOMÓ UN COLOR VERDE OSCURO; LO QUE HABÍA -  
 SUBLIMADO SE INCORPORÓ A LA MEZCLA CASI LLEGANDO A LOS 300°C, SE -  
 VACIÓ LA MEZCLA A UN MORTERO. AL ENFRIARSE SE FORMÓ EN LA PARTE -  
 SUPERIOR UNA CAPA DE CRISTALES BLANCOS MUY FINOS QUE SE SEPARARON  
 (2A). SE AGREGÓ AGUA HIRVIENDO PARA SACAR LA OTRA PARTE QUE ERA DE  
 COLOR VERDUZCO, SE PASARON LOS TROZOS A UN VASO Y SE HIRVIERON DU  
 RANTE UNOS MINUTOS. SE FILTRÓ AL VACÍO Y SE SECÓ EN LA ESTUFA A -  
 80°C(2B)

PUNTOS DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA.

PARTE 1: PORCIONES	1A P.F.: 222-235°C. RENDIMIENTO 6 g. DE POLVO BRILLANTE BLANCO.
	2B P.F.: 224-238°C. RENDIMIENTO 130 g. - POLVO BRILLANTE LIGERAMENTE AMA RILLO.
PARTE 2: PORCIONES	2A P.F.: 225-235°C. RENDIMIENTO 3.2 g. - POLVO BRILLANTE LIGERAMENTE VER DOSO.
	2B P.F.: 224-237°C. RENDIMIENTO 25.2 g. POLVO BRILLANTE VERDE CLARO

## c).- TERCERA OBTENCIÓN

MATERIAS PRIMAS:                   60 g. DE ANHÍDRIDO FTÁLICO  
  24 g. DE UREA

MATERIAL: MATRAZ DE FONDO REDONDO DE 500 ML., BAÑO DE ARENA

PROCEDIMIENTO: EN EL MATRAZ DE FONDO REDONDO SE CALENTÓ LA MEZCLA PREVIAMENTE PULVERIZADA HASTA LA TEMPERATURA DE 130-135°C (TERMÓMETRO EN LA MEZCLA).

DURANTE LA REACCIÓN HAY FORMACIÓN DE GRAN CANTIDAD DE ESPUMA, ELEVÁNDOSE LA TEMPERATURA A 160°C. CUANDO HA TERMINADO LA REACCIÓN, DESPUÉS DE MEDIA HORA QUEDA UNA MASA SÓLIDA POROSA, QUE SE DESMENUZA AÑADIENDO ALGO DE AGUA Y SE FILTRA AL VACÍO. (LA FTA LIMIDA ASÍ OBTENIDA PUEDE TRANSFORMARSE DIRECTAMENTE EN ÁCIDO ANTRANÍLICO).

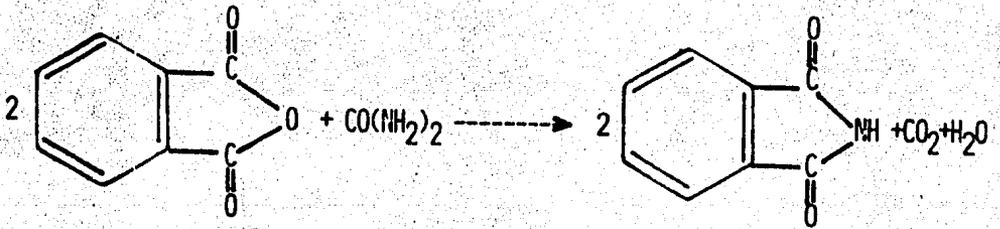
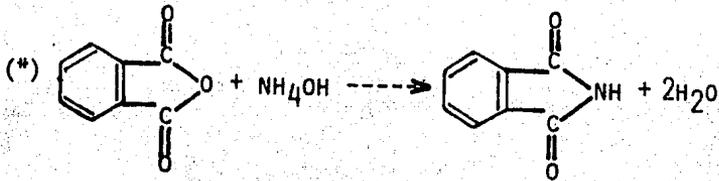
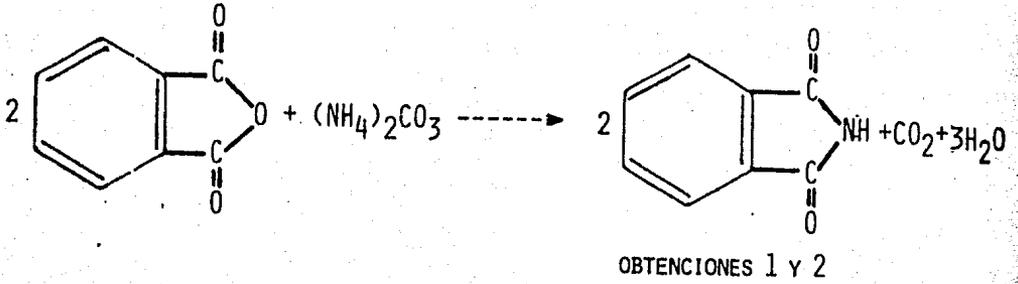
OBSERVACIONES: EL MATRAZ DEBE DE LLEVAR UN TAPÓN DE CORCHO AL QUE SE LE HACE UNA RANURA PARA EVITAR LA PRESIÓN DENTRO DE ÉSTE. DEBE QUITARSE EL MECHERO CUANDO LA TEMPERATURA LLEGUE A 135°C Y ESPONTÁNEAMENTE LLEGA A 160°C, AUMENTANDO EL VOLUMEN CONSIDERABLEMENTE POR FORMACIÓN DE ESPUMA ALGO VERDOSA, QUE AL ENFRIARSE QUEDA COMO MASA POROSA FÁCILMENTE ROMPIBLE. AL FILTRAR, EL AGUA DE LAVADO QUEDA VERDE Y EL PRECIPITADO BLANCO BRILLANTE QUE SE METE A SECAR A LA ESTUFA A 80°C.

PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA  
P.F.: 225-238°C

RENDIMIENTO: 55.3 g.

NOTA: PARA USOS POSTERIORES, SE PREPARÓ CUANTAS VECES FUE NECESARIA DUPLICANDO LAS CANTIDADES

## OBTENCIONES DE FTALIMIDA



(\*) .- PUEDE EMPLEARSE EN VEZ DE CARBONATO DE AMONIO EL HIDRÓXIDO DE AMONIO. SE USARÍAN 200 G. DE UNA SOLUCIÓN DE HIDRÓXIDO DE AMONIO AL 28%. TODAS LAS DEMÁS INDICACIONES SERÍAN IGUALES.

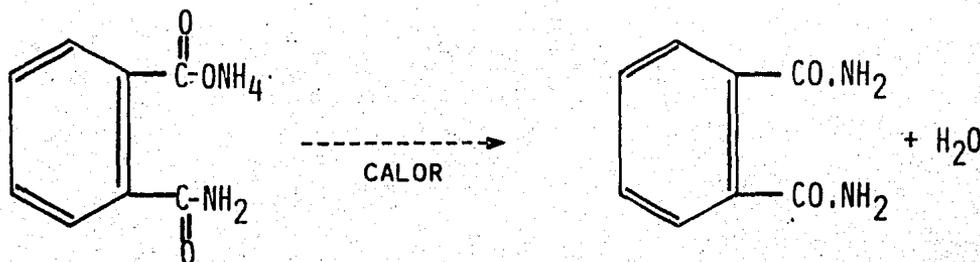
### 3.1.2.- OBTENCIÓN DE FTALAMIDA

#### A).- PRIMERA OBTENCIÓN(64)

MATERIAS PRIMAS: 30 G. DE FTALAMATO DE AMONIO

MATERIAL: ERLLENMEYER, BAÑO MARÍA.

PROCEDIMIENTO: EL FTALAMATO DE AMONIO SE CALIENTE A BAÑO MARÍA PARA DESHIDRATARLO. ESTA OBTENCIÓN DE FTALAMIDA SE BASA EN UNA DE LAS OBTENCIONES DEL ÁCIDO FTALÁMICO QUE SE MENCIONAN EN ESTE TRABAJO.



PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA.

P.F. : 206-235°C

RENDIMIENTO: 10.5 G. DE POLVO BLANCO.

#### B).- SEGUNDA OBTENCIÓN(9)

MATERIAS PRIMAS: 10 G. DE FTALIMIDA

SOLUCIÓN CONCENTRADA DE AMONÍACO

MATERIAL: ERLLENMEYER, AGITADOR MECÁNICO, BAÑO DE HIELO.

PROCEDIMIENTO: SE PREPARA AGITANDO FTALIMIDA EN UNA SOLUCIÓN CONCENTRADA Y FRÍA DE AMONÍACO.

DESHIDRATADA CON ANHIDRIDO ACÉTICO PRODUCE PRIMERAMENTE O-CIANOBENZAMIDA Y LUEGO FTALONITRILLO( ESTA OBTENCIÓN SE HIZO PARA

OBSERVAR SI SE FORMABA FTALONITRILO)

OBSERVACIONES: SE USARON 60 ML. DE HIDRÓXIDO DE AMONIO CONCENTRADO, LA MEZCLA SE PUSO DE COLOR VERDE CLARO, QUE CON AGITACIÓN SE OBSERVA UN POLVO BLANCO Y EL LÍQUIDO AMARILLO VERDOSO. LA AGITACIÓN MECÁNICA DURÓ UNA HORA Y MEDIA EN BAÑO DE HIELO.

SE EVAPORÓ EL EXCESO DE AMONIACO EN UNA CÁPSULA DE PORCELANA A BAÑO MARÍA, AGITANDO CONTÍNUAMENTE CON UNA VARILLA.

QUEDA UNA PASTA BLANCA A LA QUE SE LE AGREGAN 110 ML. DE ANHIDRIDO ACÉTICO AGITANDO MECÁNICAMENTE DURANTE UNA HORA EN BAÑO MARÍA.

SE FILTRA AL VACÍO OBTENIÉNDOSE PRECIPITADO MUY FINO DE COLOR BLANCO Y LÍQUIDO FILTRADO CON LIGERO COLOR AMARILLO. SE METE A SECAR. A LA ESTUFA A 80°C.

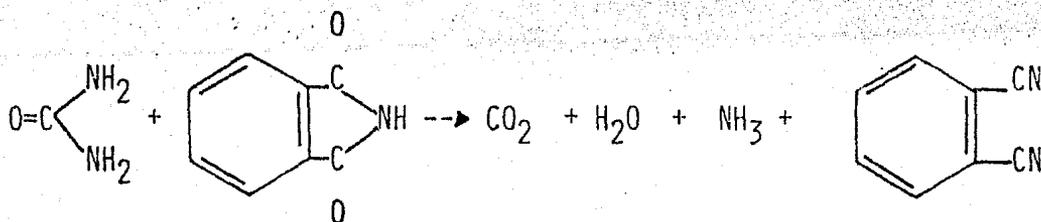
PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA  
P.F.: 221-238°C

### 3.1.3.- OBTENCIÓN DE FTALONITRILO(11)

PRUEBAS PREVIAS PARA VER SI HAY FORMACIÓN DE FTALONITRILO

1ª PRUEBA.- USANDO 5 G. DE UREA Y 5 G. DE FTALIMIDA(3ª OBTENCIÓN)

MATERIAL USADO: MATRAZ DE FONDO REDONDO DE 500 ML., TAPÓN DE CORCHO CON RANURA, TERMÓMETRO, BAÑO DE ARENA.



OBSERVACIONES: A LOS 110°C EMPEZÓ A FUNDIR LA MEZCLA PONIÉNDOSE DE COLOR AMARILLO-VERDOSO CON FORMACIÓN DE BURBUJAS POR DESPRENDIMIENTO DE BIÓXIDO DE CARBONO Y SE OBSERVA QUE SE EMPAÑA LIGERAMENTE EL MATRAZ CON UN SUBLIMADO MUY FINO. SE DEJA LLEGAR LA TEMPERATURA HASTA CERCA DE LOS 140°C, QUEDANDO UNA MASA POROSA DE COLOR AMARILLO-VERDOSO CON OLOR A AMONÍACO.

ESTA MASA SE TIENE QUE BAJAR EN CALIENTE PORQUE AL ENFRIARSE SE ADHIERE AL MATRAZ. SE PASA A UN MORTERO PARA TRITURARSE USANDO MUY POCAS AGUAS DESTILADAS FRÍAS. SE FILTRA AL VACÍO QUEDANDO UN PRECIPITADO BLANCO BRILLANTE Y EL AGUA DE LAVADO DE COLOR VERDE. SE METE A SECAR A LA ESTUFA A 80°C.

PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE Y VASELINA LÍQUIDA.

P.F.: 128-160°C

PRUEBA DE SOLUBILIDADES DEL PRODUCTO OBTENIDO.

- 1).-AGUA DESTILADA FRÍA: EL PRECIPITADO SE DISGREGA EN UN POLVO MÁS FINO DE COLOR BLANCO.
- 2).-ÉTANOL : SE DISUELVE, DANDO UNA SOLUCIÓN TRANSPARENTE DE COLOR AMARILLO.
- 3).-BENCENO EN FRÍO : SE DISUELVE POCO.
- 4).-BENCENO EN CALIENTE: NO SE DISUELVE.

SE COMPARÓ CONTRA PRUEBAS DE SOLUBILIDAD DE FTALONITRILLO GRADO REACTIVO DE LA W.H. CURTIN & CO.

- 1).- AGUA DESTILADA FRÍA: POCO SOLUBLE
- 2).- ETANOL : BASTANTE SOLUBLE, DANDO SOLUCIÓN LIGEREMENTE AMARILLA.
- 3).- BENCENO EN FRÍO : INSOLUBLE
- 4).- BENCENO EN CALIENTE: INSOLUBLE

FTALONITRILLO W.H. CURTIN & CO. DE COLOR AMARILLO SE DISOLVIÓ EN AGUA DESTILADA HIRVIENDO Y SE RECRISTALIZÓ EN AGUJAS BLANCAS TOMÁNDOLE EL PUNTO DE FUSIÓN: 125-135°C.

2ª PRUEBA.- USANDO 5 G. DE CARBONATO DE AMONIO (30% DE AMONÍACO SEGÚN LA AMERICAN CHEMICAL) Y 5 G. DE FTALIMIDA (3ª OBTENCIÓN).

MATERIAL USADO: MATRAZ DE FONDO REDONDO DE 500 ML., TAPÓN DE CORCHO CON RANURA, TERMÓMETRO, BAÑO DE ARENA.

OBSERVACIONES: DESPRENDIMIENTO DE AMONÍACO DESDE EL INICIO. A LOS 98°C EMPIEZA A SUBLIMAR LA MEZCLA, SUBE LA TEMPERATURA HASTA 140°C SIN FUNDIR LA MEZCLA, NO SE OBSERVA REACCIÓN, HAY POCO SUBLIMADO EN LAS PAREDES, TERMÓMETRO Y ALREDEDOR DE LA MEZCLA. SE LLEGA A LA TEMPERATURA DE 175°C SIN FUNDIR.

SE TOMA EL PUNTO DE FUSIÓN DE LA MEZCLA USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA. P.F. : 220-230°C.

3ª PRUEBAª- USANDO 60 ML. DE HIDRÓXIDO DE AMONIO CONCENTRADO Y 10G. DE FTALIMIDA (3ª OBTENCIÓN).

MATERIAL USADO: MATRAZ ERLIENMEYER DE 500 ML., AGITADOR MECÁNICO, BAÑO DE HIELO.

OBSERVACIONES: SE PONE EL AMONÍACO EN EL MATRAZ Y SE AGREGA POCO A POCO LA FTALIMIDA, SE PONE DE COLOR VERDE CLARO LA MEZCLA, SE AGITÓ DURANTE DOS HORAS QUEDANDO UN POLVO BLANCO Y EL LÍQUIDO DE COLOR AMARILLO VERDOSO.

SE EVAPORA EL EXCESO DE AMONÍACO EN UNA CÁPSULA DE PORCELANA EN BAÑO MARÍA Y DESPUÉS SE SECA EN LA ESTUFA A 80°C.

PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA.

P.F. : 205-237°C

LA ÚNICA PRUEBA QUE DIÓ RESULTADO FUÉ LA PRIMERA. EN LA QUE SE OBTUVO EL FTALONITRILO IMPURO. POR LO QUE SE PROCEDIÓ A OBTENERSE EN MAYOR CANTIDAD.

OBTENCIÓN DE FTALONITRILO SEGÚN LA PRIMERA PRUEBA.

MATERIAS PRIMAS: 50 G. DE UREA

50 G. DE FTALIMIDA( 3ª OBTENCIÓN)

MATERIAL USADO: MATRAZ DE FONDO REDONDO DE DOS LITROS DE CAPACIDAD, TAPÓN DE CORCHO CON RANURA, TERMÓMETRO, BAÑO DE ARENA.

OBSERVACIONES: A LOS 100°C EMPIEZA A SUBLIMAR LA MEZCLA, A LOS 110°C COMIENZA A FUNDIR Y SE PONE DE COLOR AMARILLO VERDOSO. FORMACIÓN DE BURBUJAS POR DESPRENDIMIENTO DE BIÓXIDO DE CARBONO. SE EMPAÑA LIGERAMENTE EL MATRAZ CON SUBLIMADO MUY FINO, SE DEJA LLEGAR LA TEMPERATURA CERCA DE 140°C.

SE BAJA EN CALIENTE Y SE FILTRA AL VACÍO USANDO MUY POCa AGUA DESTILADA FRÍA. SE OBTUVO UN PRECIPITADO BLANCO BRILLANTE Y EL AGUA DE LAVADO DE COLOR VERDE. EL PRECIPITADO SE SECA EN LA ESTUFA A 80°C.

PUNTO DE FUSIÓN : USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA.

P.F.: 127-158 °C

RENDIMIENTO : 63 g.

TABLA DE SOLUBILIDAD DEL FTALONITRILLO (W.C. CURTIN & CO.)

	EN FRIO	EN CALIENTE
1.-AGUA DESTILADA	POCO SOLUBLE	SOLUBLE: LIGERA COLORACION AMARILLA AL ENFRIAR EN HIELO Y FROTAR LAS PAREDES APARECEN AGUJAS BLANCAS.
2.-AGUA OXIGENADA	INSOLUBLE	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION TRANSPAREN- TE AMARILLA
3.-ACETONA	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
4.-ALCOHOL METILICO ABS.	SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
5.-ALCOHOL ETILICO	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
6.-ALCOHOL ISOPROPILICO	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE INCOLORA	SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE INCOLORA
7.-ALCOHOL BUTIRICO N.	POCO SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
8.-ALCOHOL CAPRILICO	POCO SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
9.-ALCOHOL BENZILICO	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION AMARILLA
10.-ALCOHOL AMILICO N.	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
11.-ALCOHOL ISOAMILICO	POCO SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION AMARILLA
12.-ALCOHOL FURFURIL	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE ROJO-AMARILLENTO	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION ROJO-AMARILLENTO
13.-ACETATO AMILICO	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
14.-ACETATO DE ETILO	BASTANTE SOLUBLE: SOLUCION AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION AMARILLA
15.-ACETAMIDA	INSOLUBLE	SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA. CUANDO ENFRIA SE OBTIENEN AGUJAS BLANCAS
16.-ACIDO FORMICO	SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
17.-ACIDO FOSFORICO (85%)	INSOLUBLE	SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
18.-ACIDO HIPOFOSFOROSO (50%)	INSOLUBLE	SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA

	EN FRIO	EN CALIENTE
19.-ANHIDRIDO ACETICO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA
20.-ANILINA	.INSOLUBLE	.INSOLUBLE
21.-BENCENO	.INSOLUBLE	.INSOLUBLE
22.-BENZALDEHIDO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA OSCURA
23.-CLOROFORMO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA
24.-COLIDINA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION .TRANSPARENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION .TRANSPARENTE AMARILLA
25.-CLORURO DE BENZOILO	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION .TRANSPARENTE AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA
26.-DINETILENGLICOL	.POCO SOLUBLE:SOLUCION .LIGERAMENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION .LIGERAMENTE AMARILLA
27.-DIMETIL FORMAMIDA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA
28.-DIETILAMINA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA
29.-DIMETIL ANILINA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA OSCURA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .OSCURA
30.-ETER DE PETROLEO	.INSOLUBLE	.INSOLUBLE
31.-ETER SULFURICO	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE .AMARILLA
32.-ETILENGLICOL	.POCO SOLUBLE:SOLUCION .LIGERAMENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION .TRANSPARENTE AMARILLA
33.-ETER MONOMETILICO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA
34.-MONOCLOROBENCENO	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION .LIGERAMENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION .LIGERAMENTE AMARILLA.
35.-NITROBENCENO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .AMARILLA
36.-SALICILALDEHIDO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .ROJO-AMARILLENTO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE .ROJO-AMARILLENTO

	EN FRIO	EN CALIENTE
37.-SALICILATO DE METILO	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
38.-SULFURO DE CARBONO	.POCO SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
39.-TETRACLORURO DE CARBONO	.INSOLUBLE	.POCO SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
40.-TOLUENO	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TURBIA DE COLOR AMARILLO	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
41.-XILOL	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TURBIA DE COLOR LIGERAMENTE AMARILLO	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
42.-SOSA CAUSTICA CONC.	.POCO SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
43.-SOSA CAUSTICA DILUIDA	.POCO SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
44.-HIDROXIDO DE AMONIO CONCENTRADO	.INSOLUBLE	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
45.-HIDROXIDO DE AMONIO DILUIDO	.INSOLUBLE	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
46.-AC.CLORHIDRICO CONC.	.POCO SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
47.-AC.CLORHIDRICO DILUIDO	.INSOLUBLE	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
48.-AC.NITRICO CONCENTRADO	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA	.SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
49.-AC.NITRICO DILUIDO	.INSOLUBLE	.INSOLUBLE
50.-AC. SULFURICO CONC.	.SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	.SOLUBLE: SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
51.-AC. SULFURICO DILUIDO	.INSOLUBLE	.POCO SOLUBLE: SOLUCION LIGERAMENTE. AMARILLA
52.-AC.ACETICO CONCENTRADO	.BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	.POCO SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA
53.-AC.ACETICO DILUIDO	.INSOLUBLE	.POCO SOLUBLE:SOLUCION LIGERAMENTE AMARILLA

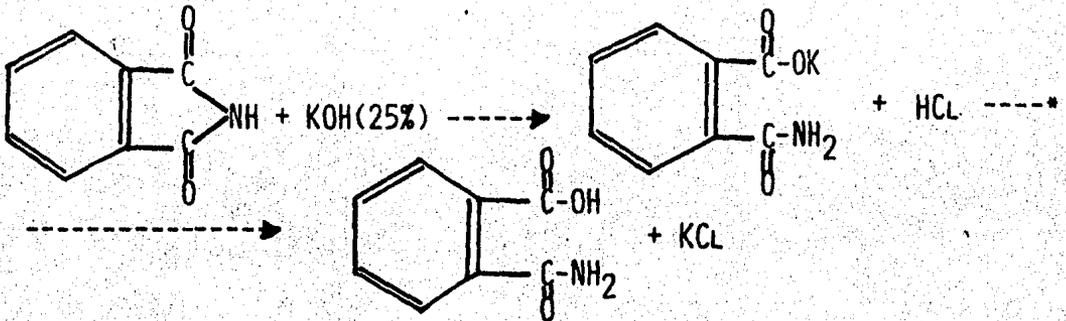
## 3.1.4.- OBTENCIÓN DE ÁCIDO FTALÁMICO Ó FTALAMÍDICO. (66)

## A).- PRIMERA OBTENCIÓN

MATERIAS PRIMAS: 5 g. DE FTALIMIDA (3ª OBTENCIÓN)  
 20 ML. DE HIDRÓXIDO DE POTASIO AL 25%  
 ÁCIDO CLORHÍDRICO HASTA REACCIÓN ÁCIDA.

MATERIAL USADO: CÁPSULA DE PORCELANA, MATRAZ KITASATO, BÜCHNER.

PROCEDIMIENTO: SAPONIFICANDO CUIDADOSAMENTE LA FTALIMIDA SE ABRE EL ANILLO HETEROCÍCLICO SIN ELIMINAR EL NITRÓGENO; BASTA SOLAMENTE CON DEJAR EN REPOSO UNA SOLUCIÓN DE FTALIMIDA EN POTASA ACUOSA (AL 25%) DURANTE UNA Ó DOS HORAS EN FRÍO Y ACIDULAR DESPUÉS PARA OBTENER LA HEMIAMIDA DEL ÁCIDO FTÁLICO Ó ÁCIDO FTALIMÍDICO.



OBSERVACIONES: SE DEJARON EN REPOSO EN UNA CÁPSULA DE PORCELANA: - 5 g. DE FTALIMIDA CON 20 ML DE POTASA AL 25% ( 5 g. EN 20 ML. DE -- AGUA) DURANTE DOS HORAS EN BAÑO FRÍO. DESPUÉS DE LO CUAL LA MEZCLA TOMA UN COLOR VERDOSO.

SE ACIDULA CON ÁCIDO CLORHÍDRICO ( HASTA REACCIÓN ÁCIDA CON PAPEL TORNASOL ) HUBO REACCIÓN VIOLENTA QUEDANDO UNA PASTA POROSA - MUY BLANCA. ESTO SE DEBE A LA FORMACIÓN DE CLORURO DE POTASIO Y ÁCIDO FTALÁMICO; EL PRIMERO SE SEPARA LAVANDO AL VACÍO CON AGUA FRÍA HASTA QUE NO TIENE REACCIÓN DE CLORUROS EL AGUA DE LAVADO. EL ÁCIDO FTALÁMICO, QUE NO ES SOLUBLE EN AGUA QUEDA EN EL FILTRO, EL CUAL

SE SECA EN LA ESTUFA A 80°C.

PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA

P.F.: 145-170°C

RENDIMIENTO: 1.4 g.

B).- SEGUNDA OBTENCIÓN(64)

MATERIAS PRIMAS:

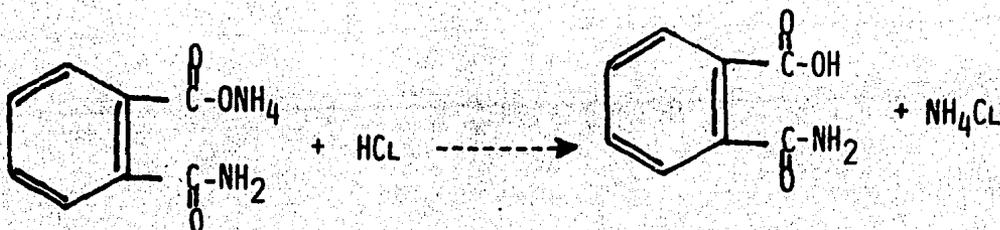
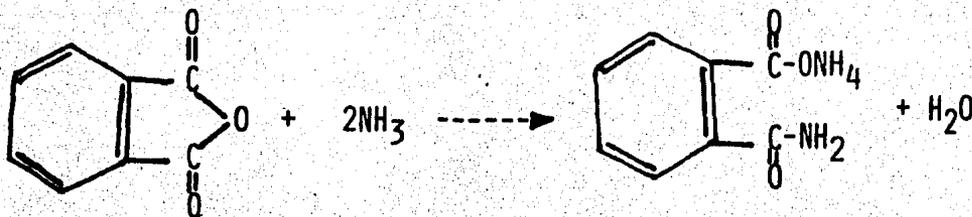
60 g. DE ANHIDRIDO FTÁLICO

90 ML. DE SOLUCIÓN ACUOSA DE AMONIACO

MATERIAL USADO: MATRAZ ELENMEYER, AGITADOR MECÁNICO, BAÑO MARÍA.

PROCEDIMIENTO: EL ANHIDRIDO FTÁLICO SE AGREGA POCO A POCO Y CON -- AGITACIÓN A LA SOLUCIÓN CALIENTE DE AMONIACO, COLOCADA EN EL MATRAZ A BAÑO MARÍA.

EL ANHIDRIDO SE DISUELVE A MEDIDA QUE SE CALIENTA, DANDO EL FTALAMATO DE AMONIO EN FORMA DE PRECIPITADO, QUE SE DISUELVE EN -- AGUA FRÍA Y SE ACIDULA CON 20 ML. DE ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO, LAVANDO HASTA REACCIÓN NEGATIVA DE CLORUROS EN EL AGUA DE LAVADO (USANDO NITRATO DE PLATA)



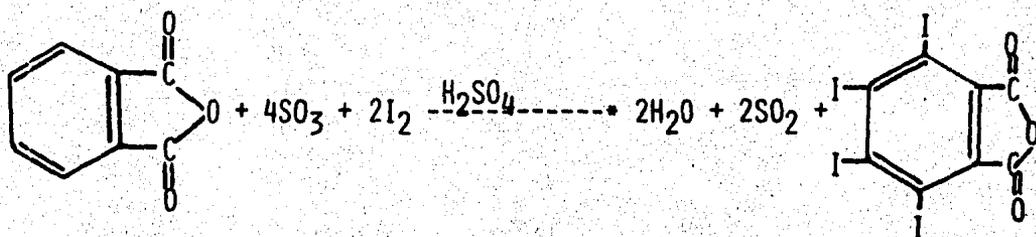
OBSERVACIONES: AL AGREGAR EL ANHIDRIDO FTÁLICO SE FORMA ESPUMA CON DESPRENDIMIENTO DE AMONÍACO, SUBE EL LÍQUIDO POR LO QUE SE HACE -- FUNCIONAR EL AGITADOR MECÁNICO. LA SOLUCIÓN SE PONE TURBIA, PERO -- CUANDO SE TERMINA DE AGREGAR EL ANHIDRIDO FTÁLICO( CERCA DE UNA HO RA) QUEDA TRANSPARENTE. SE CONTINUA CON LA AGITACIÓN Y EL CALENTA- MIENTO HASTA OBTENER PRECIPITADO ABUNDANTE DE COLOR BLANCO, CONTI- NUAMENTE SE BAJA EL PRECIPITADO QUE QUEDA ADHERIDO AL AGITADOR, EL TIEMPO TOTAL DE AGITACIÓN FUÉ DE UNA HORA Y MEDIA.

EL PRECIPITADO SE DISUELVE EN AGUA Y SE TRATA CON ÁCIDO --- CLORHÍDRICO CONCENTRADO PARA OBTENER EL ÁCIDO FTALÁMICO. SE LAVA -- EL PRECIPITADO CON AGUA HASTA NO TENER REACCIÓN DE CLORUROS. AL -- TERMINAR DE LAVAR QUEDA MUY POCO PRECIPITADO DE COLOR BLANCO. PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA.

P.F. : 167-210°C

RENDIMIENTO : 1.75 g.

### 3.1.5.- OBTENCIÓN DEL ANHIDRIDO TETRAIODO FTÁLICO(67)



MATERIAS PRIMAS:                    106.8 g. DE IODO.  
     29.6 g. DE ANHIDRIDO FTÁLICO  
     150 ML. SE ÁCIDO SULFÚRICO FUMANTE(SO<sub>3</sub> 60%)

MATERIAL USADO: MATRAZ DE TRES BOCAS DE FONDO REDONDO DE UN LITRO

DE CAPACIDAD, REFRIGERANTE DE AIRE, BAÑO MARÍA, BAÑO DE ARENA, TROMPA DE AGUA.

PROCEDIMIENTO: EN UN MATRAZ DE VIDRIO DE FONDO REDONDO DE TRES BOCAS SE COLOCAN 29,6 G. DE ANHIDRIDO FTÁLICO, 64,8 G. DE IODO Y --- 150 ML. DE ÁCIDO SULFÚRICO FUMANTE AL 60 %.

EL MATRAZ UNIDO A UN REFRIGERANTE DE AIRE DE 60-80 CM. DE LONGITUD SE DISPONE PARA CALENTARLO EN BAÑO MARÍA. UN TUBO VA DEL REFRIGERANTE A UNA TROMPA DE AGUA. LA TEMPERATURA DEL BAÑO MARÍA DEBE --- AUMENTARSE CUIDADOSAMENTE HASTA 50°C EN DONDE EMPIEZA LA REACCIÓN Y SE SIGUE CALENTANDO HASTA QUE LA REACCIÓN HAYA TERMINADO COMPLETAMENTE. DURANTE ESTE TIEMPO LA TEMPERATURA SE HA IDO AUMENTANDO GRADUALMENTE A 65°C. EL MATRAZ ES ENFRIADO AGREGANDO HIELO AL BAÑO MARÍA Y UNA SEGUNDA PORCIÓN 32 G. DE IODO ES AÑADIDO. EL MATRAZ ES CALENTADO OTRA VEZ A 65°C HASTA QUE LA REACCIÓN CESE. DESPUÉS ENFRIANDO COMO ANTES, SE AÑADE LA ÚLTIMA PORCIÓN DE 10 G. DE IODO. CUANDO LA REACCIÓN A 65°C HA CESADO Y EL MATRÁZ HA SIDO ENFRIADO, EL REFRIGERANTE SE QUITA Y EL MATRAZ SE ACONDICIONA A UN BAÑO DE ARENA BAJO CAMPANA.

LA TEMPERATURA SE ELEVA A 175°C Y SE MANTIENE ASÍ HASTA QUE EL DESPRENDIMIENTO DE HUMOS DEL TRIÓXIDO DE AZUFRE Y DE IODO HAYAN DISMINUIDO CONSIDERABLEMENTE ( APOXIMADAMENTE DOS HORAS).

EL MATRAZ SE DEJA ENFRIAR A 60°C ANTES DE VACIARSE A UN VASO Y SE DEJA TODA UNA NOCHE A LA TEMPERATURA AMBIENTE.

EL SÓLIDO SE FILTRA A VACÍO EN UN FILTRO DE VIDRIO SINTER Y SE LAVA CON DOS PORCIONES DE 20 ML. DE ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO Y DESPUÉS TRES VECES CON 40 ML. CADA VEZ DE AGUA DESTILADA. LA SUSTANCIA CRISTALINA LIGERAMENTE AMARILLENTO SE PASA A UN VASO DE UN LITRO EN DONDE SE AGITA DURANTE APROXIMADAMENTE MEDIA HORA CON UNA

SOLUCIÓN DE 4 G. DE BISULFITO SÓDICO EN 300 ML DE AGUA HASTA QUE -  
DESAPAREZCAN LOS ÚLTIMOS INDICIOS DE IODO( PRUEBA CON ALMIDÓN),

EL PRECIPITADO SE DEJA REPOSAR EN EL VASO Y LA SOLUCIÓN DE -  
BISULFITO SE DECANTA Y SE TIRA.

LOS CRISTALES SE LAVAN CON TRES PORCIONES DE 200 ML. DE AGUA  
DECANTÁNDOSE CADA PORCIÓN COMO ANTES SE HA DICHO Y SE PASA LA SUS-  
TANCIA A UN EMBUDO BÜCHNER, EL PRODUCTO SE LAVA CON 200 ML. DE --  
AGUA Y CON DOS PORCIONES DE 40 ML. DE ACETONA. SE SECA EN LA ESTU-  
FA A 60°C. SE OBTUVIERON CRISTALES BRILLANTES DE COLOR AMARILLO.

PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE CON VASELINA LÍQUIDA.

P.F. : 300-327°C

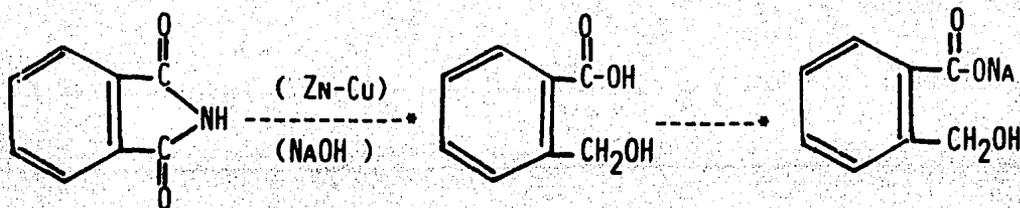
RENDIMIENTO : 73 G.

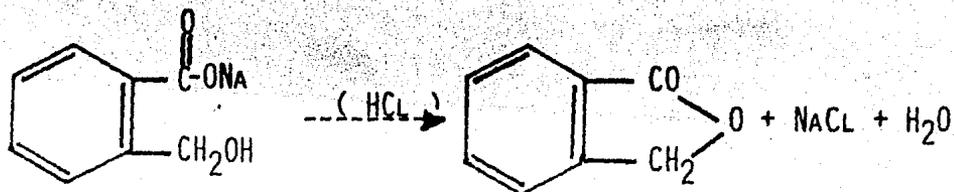
OBSERVACIONES: FUÉ NECESARIO PONER UNA CÁPSULA CON AMONÍACO PARA -  
QUE NEUTRALIZARA LOS VAPORES DE ÁCIDO SULFÚRICO QUE SALÍAN ABUNDAN-  
TES POR LA TROMPA DE AGUA.

LOS PERIODOS DE TIEMPO DE CALENTAMIENTO FUERON DE CINCO, DE -  
TRES Y DE UNA HORA.

CUANDO SE TOMÓ EL PUNTO DE FUSIÓN SE NOTÓ QUE DESDE LOS 260°C  
EL PRODUCTO PRESENTÓ UN COLOR ROJO MUY OSCURO CASI NEGRO. A LOS --  
300°C EMPEZÓ A HERVIR LA PARAFINA, PERO SE ALCANZÓ LA TEMPERATURA  
DESEADA 327°C.

### 3.1.6.- OBTENCIÓN DE FTALIDA. (65)





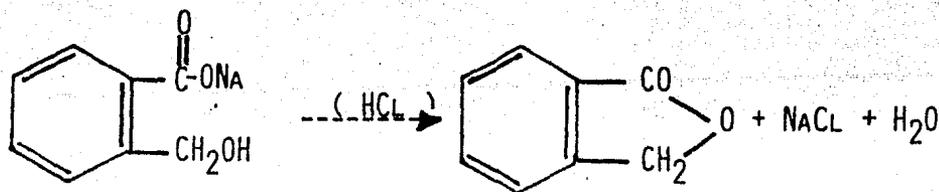
MATERIAS PRIMAS:

- 90 g. DE POLVO DE ZINC
- 0.5 g. DE SULFATO DE COBRE
- 200 g. DE HIDRÓXIDO DE SODIO(20%)
- 73.5 g. DE FTALIMIDA(3ª OBTENCIÓN)

MATERIAL USADO: MATRÁZ DE FONDO REDONDO DE TRES BOCAS DE UN LITRO - DE CAPACIDAD, AGITADOR MECÁNICO, TERMÓMETRO, BAÑO DE HIELO, BAÑO DE VAPOR, KITASATO, BÜCHNER.

PROCEDIMIENTO: EN EL MATRÁZ DE FONDO REDONDO, SE AGREGA EL POLVO DE ZINC CON AGITACIÓN A UNA SOLUCIÓN DE SULFATO DE COBRE EN APROXIMADAMENTE 35 ML. DE AGUA DESTILADA Y SE AÑADE EL HIDRÓXIDO DE SODIO AL 20%.

UN AGITADOR MECÁNICO ES AJUSTADO AL MATRÁZ. EL CONTENIDO SE ENFRIA A 5°C USANDO BAÑO DE HIELO Y LA FTALIMIDA SE AÑADE EN PEQUEÑAS PORCIONES DE TAL MANERA QUE LA TEMPERATURA NO PASE DE LOS 8°C (SE REQUIERE APROXIMADAMENTE MEDIA HORA). DESPUÉS DE QUE TODA LA FTALIMIDA HA SIDO AÑADIDA SE CONTINÚA LA AGITACIÓN DURANTE HORA Y MEDIA. LA MEZCLA SE DILUYE CON 200 ML DE AGUA, SE CALIENTA A BAÑO DE VAPOR HASTA QUE EL DESPRENDIMIENTO DE AMONÍACO HA CESADO(CERCA DE TRES HORAS) Y SE CONCENTRA EL VOLUMEN HASTA APROXIMADAMENTE 200-ML. POR DESTILACIÓN A PRESIÓN REDUCIDA. EL PRODUCTO SE FILTRA Y LA SOLUCIÓN OBTENIDA SE ACIDIFICA CON ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO HASTA REACCIÓN ÁCIDA CON ROJO CONGO(SE NECESITAN APROXIMADAMENTE 75 ML.)



MATERIAS PRIMAS:

90 g. DE POLVO DE ZINC

0.5 g. DE SULFATO DE COBRE

200 g. DE HIDRÓXIDO DE SODIO(20%)

73.5 g. DE FTALIMIDA(3ª OBTENCION)

MATERIAL USADO: MATRAZ DE FONDO REDONDO DE TRES BOCAS DE UN LITRO - DE CAPACIDAD, AGITADOR MECÁNICO, TERMÓMETRO, BAÑO DE HIELO, BAÑO DE VAPOR, KITASATO, BÜCHNER.

PROCEDIMIENTO: EN EL MATRAZ DE FONDO REDONDO, SE AGREGA EL POLVO DE ZINC CON AGITACIÓN A UNA SOLUCIÓN DE SULFATO DE COBRE EN APROXIMADAMENTE 35 ML. DE AGUA DESTILADA Y SE AÑADE EL HIDRÓXIDO DE SODIO AL 20%.

UN AGITADOR MECÁNICO ES AJUSTADO AL MATRÁZ. EL CONTENIDO SE ENFRIA A 5°C USANDO BAÑO DE HIELO Y LA FTALIMIDA SE AÑADE EN PEQUEÑAS PORCIONES DE TAL MANERA QUE LA TEMPERATURA NO PASE DE LOS 8°C (SE REQUIERE APROXIMADAMENTE MEDIA HORA). DESPUÉS DE QUE TODA LA FTALIMIDA HA SIDO AÑADIDA SE CONTINÚA LA AGITACIÓN DURANTE HORA Y MEDIA. LA MEZCLA SE DILUYE CON 200 ML DE AGUA, SE CALIENTA A BAÑO DE VAPOR HASTA QUE EL DESPRENDIMIENTO DE AMONÍACO HA CESADO(CERCA DE TRES HORAS) Y SE CONCENTRA EL VOLUMEN HASTA APROXIMADAMENTE 200-ML. POR DESTILACIÓN A PRESIÓN REDUCIDA. EL PRODUCTO SE FILTRA Y LA SOLUCIÓN OBTENIDA SE ACIDIFICA CON ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO HASTA REACCIÓN ÁCIDA CON ROJO CONGO(SE NECESITAN APROXIMADAMENTE 75 ML.)

LA MEZCLA EN LA QUE LA FTALIDA SE HA SEPARADO COMO ACEITE, SE HIERVE DURANTE UNA HORA PARA COMPLETAR LA LACTONIZACIÓN DEL ÁCIDO HIDROXIMETILBENZOICO Y SE VACIA EN CALIENTE A UN VASO. ENFRIANDO, EL PRODUCTO OLEOSO SOLIDIFICA EN UNA PASTA DURA CAFÉ ROJIZA. DESPUÉS DE DEJAR ENFRIAR EN EL REFRIGERADOR TODA UNA NOCHE, UNA CANTIDAD DE SÓLIDO CRISTALINO SE SEPARA DE LA CAPA ACUOSA, LA MEZCLA FRÍA SE FILTRA POR SUCCIÓN. LA FTALIDA CRUDA QUE CONTIENE UNA CONSIDERABLE CANTIDAD DE CLORURO DE SODIO, ES RECRISTALIZADA EN PORCIONES DE 20 G. EN MEDIO LITRO DE AGUA DESTILADA; EL AGUA MADRE DE LA PRIMERA PORCIÓN RECOGIDA ES EMPLEADA PARA RECRISTALIZAR LAS PORCIONES SIGUIENTES. CADA PORCIÓN ES FILTRADA EN CALIENTE Y ENFRIADA POR ABAJO DE LOS 5°C ANTES DE RECOLECTAR LOS CRISTALES, QUE SON FINALMENTE LAVADOS CON PEQUEÑAS CANTIDADES DE AGUA HELADA.

LA FTALIDA CRISTALIZA EN LÁMINAS TRANSPARENTES QUE FUNDEN A 72-73°C. EL RENDIMIENTO DEBE SER DEL 67-71% DE LA CANTIDAD TEÓRICA.

OBSERVACIONES: SE PUSO EN EL MATRAZ DE FONDO REDONDO LA SOLUCIÓN DE SULFATO DE COBRE Y SE LE AGREGA CON AGITACIÓN EL POLVO DE ZINC, DESPUÉS SE AGREGA EL HIDRÓXIDO DE SODIO AL 20%. SE PONE A BAÑO DE HIELO CON AGITACIÓN MECÁNICA Y SE AGREGA POCO A POCO LA FTALIMIDA (APROXIMADAMENTE UNA HORA). DESPUÉS DE QUE SE HA AGREGADO TODA LA FTALIMIDA SE AGITA DURANTE MEDIA HORA.

LA MEZCLA SE DILUYE CON 200 ML. DE AGUA DESTILADA Y SE CALIENTA EN BAÑO DE VAPOR HASTA QUE EL DESPRENDIMIENTO DE AMONÍACO HA CESADO (ÉSTE FUÉ DE CUATRO HORAS), QUEDANDO UNA MASA GRIS Y UN LÍQUIDO AMARILLENTO QUE SE DEJA UNA NOCHE EN REPOSO

(AL OTRO DÍA SE NOTAN BURBUJAS). SE CONCENTRA EL VOLUMEN HASTA - 200 ML. APROXIMADAMENTE POR DESTILACIÓN A PRESIÓN REDUCIDA (CALENTANDO DIRECTAMENTE SIN PONER BAÑO) CON LO QUE HIERVE VIGOROSAMENTE. EL MATERIAL ES FILTRADO AL VACÍO Y LA SOLUCIÓN OBTENIDA SE ACIDIFICA CON ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO HASTA REACCIÓN ÁCIDA - CON ROJO CONGO (SE PONE DE COLOR AZUL PH DE 2).

SE TENÍA UN PH MUY ALCALINO Y SE NECESITARON 55 ML. DE ÁCIDO EN TOTAL. AL AGREGAR EL ÁCIDO PAULATINAMENTE, EL PRECIPITADO - FUÉ CAMBIANDO DE COLOR: VERDE CLARO, BLANCO Y AMARILLO. ESTE PRECIPITADO NO PRESENTA ASPECTO ACEITOSO, PERO AL HERVIRO SE OBTIENE UNA CAPA ACEITOSA DE COLOR ROJO EN LA PARTE INFERIOR Y UN LÍQUIDO BLANQUECINO.

SE HIERVE DURANTE UNA HORA LA MEZCLA, Y AL ENFRIARSE SE OBTIENEN: UN SÓLIDO AMARILLO EN EL FONDO, UN PRECIPITADO BLANCO MUY FINO Y UNA SOLUCIÓN TRANSPARENTE.

SE FILTRA AL VACÍO, LAVÁNDOSE VARIAS VECES CON AGUA DESTILADA, PASA EL CLORURO DE SODIO QUE SE HA DISUELTO Y QUEDA LA FTALIDA DE COLOR AMARILLO QUE SE DISUELVE FÁCILMENTE CON AGUA CALIENTE Y SE APRECIA EN EL AGUA DE LAVADO UNA PARTE OLEOSA CAFÉ-ROJIZA.

EL AGUA FILTRADA QUEDA AMARILLA Y TURBIA CON PARTE OLEOSA - EN EL FONDO (SE RECIRCULA EL AGUA DE LAVADO PARA NO OCUPAR MUCHA), SE CALIENTA Y AL ENFRIAR SE SEPARA EL ACEITE POR DECANTACIÓN Y SE GUARDA PARA CRISTALIZARLO POSTERIORMENTE. ESTE SE TRATA CON AGUA CALIENTE PARA VER SI SE OBTIENEN LÁMINAS TRANSPARENTES DE FTALIDA. AL GUARDAR ESTE ACEITE EN UN VASO, SE FORMAN POR ENFRIAMIENTO LÁMINAS DE COLOR CAFÉ.

CADA VEZ QUE SE FILTRA Y SE CONCENTRA EL VOLUMEN DE LAS SOLUCIONES FORMADAS CON PRECIPITADO AMARILLO CLARO Y ACEITE Y SE HA ENFRIADO, SE RECOLECTAN BUENAS CANTIDADES DE LÁMINAS TRANSPA--

RENTES. LA CANTIDAD DE ACEITE FUÉ DISMINUYENDO QUEDANDO EN SU LUGAR UN PRECIPITADO CAFÉ MUY PEGADO AL VASO.

SE EFECTUARON PRUEBAS DE CLORUROS CON CADA UNA DE LAS PORCIONES OBTENIDAS Y LAS QUE DIERON MUCHO PRECIPITADO CON NITRATO DE PLATA SE DESECHARON.

SE OBTUVIERON ESCAMAS TRANSPARENTES LIGERAMENTE AMARILLAS, OTRAS AMARILLAS Y OTRAS DE COLOR CAFÉ.

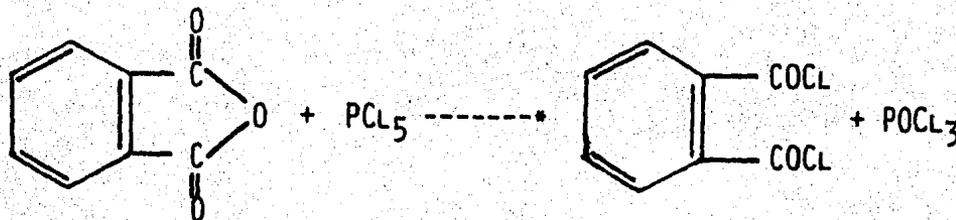
PUNTO DE FUSIÓN: USANDO TUBO DE THIELE Y VASELINA LÍQUIDA

P.F. : 70-82°C

60-160°C

RENDIMIENTO: 14.5 g.

### 3.1.7.- OBTENCIÓN DE CLORURO DE FTALOÍLO SIMÉTRICO(70)



MATERIAS PRIMAS: 49,3 g. DE ANHIDRIDO FTÁLICO

73,3 g. DE PENTAFLORURO DE FÓSFORO Q.P.

MATERIAL USADO: MATRAZ DE TRES BOCAS DE FONDO REDONDO DE 500 - ML. DE CAPACIDAD, REFRIGERANTES, TUBO CON CLORURO DE CALCIO, -- TERMÓMETRO, BAÑO DE ARENA.

PROCEDIMIENTO: EN EL MATRAZ DE TRES BOCAS SE COLOCAN EL ANHIDRIDO FTÁLICO "SUBLIMADO" Y EL PENTAFLORURO DE FÓSFORO. AL MATRAZ SE LE ACONDICIONA UN REFRIGERANTE PARA REFLUJO EN CUYA --

PARTE TERMINAL SUPERIOR SE COLOCA UN TUBO CON CLORURO DE CALCIO Y EL BRAZO LATERAL DEL MATRÁZ SE CIERRA CON UN CORCHO, MIENTRAS QUE EN EL OTRO SE COLOCA UN TERMÓMETRO. EL MATRÁZ SE INCLINA LIGERAMENTE PARA QUE NADA DEL OXICLORURO DE FÓSFORO QUE SE RECOGE EN EL BRAZO LATERAL TAPADO REGRESE AL MATRÁZ. DESPUÉS DE CALENTAR A  $150^{\circ}\text{C}$  EN BAÑO DE ARENA DURANTE DOCE HORAS, EL REFRIGERANTE DE AIRE Y EL TAPÓN DEL BRAZO LATERAL SE QUITAN Y EL MATRÁZ SE CONECTA A UN REFRIGERANTE DE AGUA. LA TEMPERATURA SE ELEVA GRADUALMENTE HASTA  $250^{\circ}\text{C}$ , DURANTE ESTE TIEMPO LA MAYOR PARTE DEL OXICLORURO DE FÓSFORO DESTILA A UN MATRÁZ RECIBIDOR. EL RESIDUO LÍQUIDO SE DESTILA A PRESIÓN REDUCIDA, PRIMERAMENTE DESTILA UNA PEQUEÑA CANTIDAD DE OXICLORURO DE FÓSFORO Y DESPUÉS EL O-CLORURO DE FTALOILO SIMÉTRICO A LA TEMPERATURA DE  $131-133^{\circ}\text{C}$  A UNA PRESIÓN DE 9-10 MM.

EL PRODUCTO ASÍ OBTENIDO CONTIENE UNA PEQUEÑA CANTIDAD DE ANHIDRIDO FTÁLICO. SOLIDIFICA ENFRIANDO EN UNA MEZCLA DE HIELO-SAL Y FUNDE A  $11-12^{\circ}\text{C}$ . EL RENDIMIENTO SERÁ DE 187 G. (92% DE LA CANTIDAD TEÓRICA).

OBSERVACIONES: EL ANHIDRIDO FTÁLICO USADO DEBE SER MUY PURO (P.F.  $128-129^{\circ}\text{C}$ ), POR LO QUE SI NO SE DISPONE DE EL, SE PUEDE PURIFICAR POR SUBLIMACIÓN.

EL ANHIDRIDO FTÁLICO DEL LABORATORIO ESTABA BASTANTE PURO, TENIENDO UN PUNTO DE FUSIÓN DE  $130-132^{\circ}\text{C}$ , PERO DE TODAS MANERAS SE PURIFICÓ. SE HIZO UN SUBLIMADOR DE LA SIGUIENTE MANERA: SE UTILIZÓ UN MATRÁZ ERLLENMEYER DE DOS LITROS DE CAPACIDAD AL QUE SE LE PONE UN CORCHO ATRAVESADO POR UN TUBO DE ENSAYO, EL CUAL TIENE DOS TUBOS UNO DE ENTRADA Y OTRO DE SALIDA DE AGUA, PARA MANTENER FRIAS SUS PAREDES Y QUE SUBLIME EN ÉSTAS EL ANHIDRIDO FTÁLICO.

PRECAUCIONES: DEBE ESTAR BIEN SECO EL MATERIAL, PUES SI SE HUMEDECE EL ANHIDRIDO, AL CALENTAR EL AGUA SE CONDENSA EN EL SUBLIMADOR Y DESPUÉS GOTEA Y NO SE EFECTUA LA SUBLIMACIÓN. DEBE TENERSE CUIDADO DE QUE EL ANHIDRIDO FTÁLICO NO SE SOLIDIFIQUE POR QUE SE ENDURECE MUCHO, POR LO QUE DEBEN MANTENERSE FRIAS LAS PAREDES DEL MATRÁZ ERLLENMEYER CON UN TRAPO MOJADO EN AGUA HELADA.

SE OBTUVIERON DE ESTA MANERA 49,3 G. DE ANHIDRIDO FTÁLICO SUBLIMADO Y DE ACUERDO CON ESTA CANTIDAD SE CALCULA EL PENTAQUORURO DE FÓSFORO QUE SE TIENE QUE USAR.

DEBE CUIDARSE DE QUE EL PENTAQUORURO DE FÓSFORO ESTÉ LIBRE DE TRICLORURO O DE OXICLORURO. SI ESTÁ IMPURO DEBE HACERSE LO SIGUIENTE: SE COLOCA EL PENTAQUORURO EN UN MATRÁZ CONECTADO A UN RECIBIDOR ENFRIANDO CON AGUA HELADA Y CALENTANDO EN UN BAÑO DE AGUA (UNA VERDADERA DESTILACIÓN). LA PRESIÓN EN EL APARATO SE REDUCE TODO LO POSIBLE USANDO UNA TROMPA DE AGUA. UN TUBO CON CLORURO DE CALCIO DEBE COLOCARSE ENTRE LA TROMPA Y EL RECIPIENTE RECIBIDOR. EL O-CLORURO DE FTALOÍLO SIMÉTRICO PURO NO PUEDE SER OBTENIDO POR RECRISTALIZACIÓN CON TETRAQUORURO DE CARBONO. UN PRODUCTO DE PUNTO DE FUSIÓN DE  $16^{\circ}\text{C}$  PUEDE SER OBTENIDO DESTILANDO EL CLORURO DE FTALOÍLO ASIMÉTRICO A LA PRESIÓN ATMOSFÉRICA.

LA MEZCLA DE ANHIDRIDO FTÁLICO SUBLIMADO Y EL PENTAQUORURO DE FÓSFORO COLOCADOS EN EL MATRÁZ DE TRES BOCAS EMPEZÓ A FUNDIR A LOS  $110^{\circ}\text{C}$ , A LOS  $115^{\circ}\text{C}$  HIERVE LA SOLUCIÓN AMARILLA. SE NOTAN CRISTALES AMARILLOS EN LAS PAREDES DEL MATRÁZ Y EN EL BULBO DEL TERMÓMETRO, EN EL REFRIGERANTE DE AIRE SE NOTAN HUMOS AMARILLOS Y SE OBSERVA QUE SALEN DEL TUBO CLORURO DE CALCIO HUMOS BLANCOS. A LA TEMPERATURA DE  $130^{\circ}\text{C}$  HIERVE A REFLUJO MUY BIEN, SE MANTIENE LA TEMPERATURA ENTRE  $120-130^{\circ}\text{C}$ . LOS TAPONES DE CORCHO (3) SE PONEN DE COLOR CAFÉ EN LA PARTE INFERIOR, A MEDIDA QUE FUNDEN -

LOS CRISTALES SE ESTABILIZA LA TEMPERATURA A  $115^{\circ}\text{C}$ , HIRVIENDO A REFLUJO MUY BIEN DURANTE DOCE HORAS, DESPUÉS DE LO CUAL SE QUITA EL REFRIGERANTE DE AIRE Y SE INSTALA UNO DE AGUA PARA DESTILAR, SUBIENDO LA TEMPERATURA HASTA  $235-240^{\circ}\text{C}$ , EL OXITRICLORURO DE FÓSFORO DEL CUAL SE OBTIENEN APROXIMADAMENTE 50 ML. DE LÍQUIDO AMARILLO, LA DURACIÓN DE ESTA DESTILACIÓN FUÉ DE UNA HORA.

EL LÍQUIDO RESIDUAL SE DESTILA A PRESIÓN REDUCIDA COLOCÁNDOLO EN UN MATRAZ DE DESTILACIÓN DE 250 ML. EN BAÑO DE ARENA, SE LE ACONDICIONA UN REFRIGERANTE DE AGUA, DOS KITASATOS EN BAÑO DE HIELO, EN UNO DE LOS CUALES SE INSTALA UN MANÓMETRO CON COLUMNA DE MERCURIO (EN EL 2<sup>a</sup>) Y EN SERIE SE COLOCAN TRES COLUMNAS DE ABSORCIÓN, UNA CON PARAFINA, OTRA CON SOSA CAÚSTICA EN LENTEJAS Y LA TERCERA CON CLORURO DE CALCIO.

EL LÍQUIDO RESIDUAL EMPIEZA A HERVIR A  $100-110^{\circ}\text{C}$ . SE CIERRA EL AGUA DEL REFRIGERANTE, LOS VAPORES SE CONDENSAN Y FORMAN CRISTALES EN TODO EL REFRIGERANTE.

SE SUBE LA TEMPERATURA A  $150^{\circ}\text{C}$  EN DONDE DESTILA UNA PEQUEÑA CANTIDAD DE OXICLORURO DE FÓSFORO Y DESPUÉS EL O-CLORURO DE FTALOÍLO SIMÉTRICO A  $131-133^{\circ}\text{C}$  / 9-10 MM. DE PRESIÓN.

SE OBTUVIERON 52 G. DE CLORURO DE FTALOÍLO SIMÉTRICO

### 3.2.- OBTENCIÓN DE FTALOCIANINAS

#### 3.2.1.- FTALOCIANINAS METÁLICAS

##### A).- OBTENCIÓN DE FTALOCIANINA DE COBRE, (71)

EL FTALONITRILO SE TRATA CON SULFATO DE COBRE ANHIDRO EN PRESENCIA DE NITROBENCENO A UNA TEMPERATURA DE 180-220°C Y EN PRESENCIA DE AL MENOS LA CANTIDAD DE AMONÍACO QUE SE COMBINE CON EL IÓN-SULTATO QUE SE LIBERA EN LA REACCIÓN PARA DAR SULFATO AMÓNICO Y AMONÍACO.

MATERIAS PRIMAS:           20 g. DE SULFATO DE COBRE ANHIDRO  
                                   26.2 g. DE HIDRÓXIDO DE AMONIO  
                                   60 g. DE FTALONITRILO  
                                   148.9 g. DE NITROBENCENO

MATERIAL USADO: MATRAZ DE TRES BOCAS DE UN LITRO DE CAPACIDAD, AGITADOR MECÁNICO, TERMÓMETRO, BAÑO DE ARENA.

PROCEDIMIENTO: EN EL MATRAZ DE TRES BOCAS SE COLOCA EL FTALONITRILO Y SE AGREGA EL NITROBENCENO CON AGITACIÓN, CON LO QUE SE FORMA UNA MEZCLA DE COLOR AMARILLO. SE PROCEDE A CALENTAR Y SE AGREGA EL SULFATO DE COBRE ANHIDRO E INMEDIATAMENTE EL AMONÍACO. AL AGREGAR ÉSTE SE OBTIENE UNA COLORACIÓN AZUL INTENSA, SE CONTINUA EL CALENTAMIENTO CON AGITACIÓN Y LA MEZCLA CAMBIA A COLOR CAFÉ MUY OSCURO. SE CONTROLA LA TEMPERATURA DURANTE OCHO HORAS A 180-205°C, CON LO QUE EL PRODUCTO CAMBIA DE CAFÉ OSCURO A ROJO VERDOSO.

DESPUÉS DE ESTE TIEMPO EL PRODUCTO OBTENIDO SE COLOCA EN UNA CÁPSULA PARA EVAPORAR EL EXCESO DE NITROBENCENO A BAÑO MARÍA Y DESPUÉS SE SECA EN LA ESTUFA A 80°C.

SE DEJA ENFRIAR Y SE DESBARATA CON AGUA EL PRECIPITADO QUE -



CON LO QUE LA SOLUCIÓN SE PONE DE COLOR VERDE OSCURO. SE AGITA DURANTE 26 HORAS A TEMPERATURA AMBIENTE.

DESPUÉS DE ESTE TIEMPO SE PASA A OTRO MATRAZ DE TRES BOCAS - DE MAYOR CAPACIDAD QUE CONTENGA UN LITRO DE AGUA DESTILADA FRÍA -- CON FUERTE AGITACIÓN, CON LO QUE SE OBTIENE UN PRECIPITADO DE COLOR MORADO Y ESPUMA DE COLOR AZUL. SE DECANTA Y SE AGREGA AGUA DESTILADA HASTA PRECIPITACIÓN TOTAL. SE FILTRA, CON LO QUE OBTIENEN 51 G. DE PRECIPITADO SUMAMENTE FINO DE COLOR AZUL REY. ESTE POLVO SE SUSPENDE EN 100 ML. DE UNA SOLUCIÓN DE CARBONATO DE SODIO AL 1%, SE AGITA, SE FILTRA Y SE LAVA CON AGUA DESTILADA. EL PRECIPITADO SE METE A SECAR A LA ESTUFA A 80°C OBTENIÉNDOSE UN PIGMENTO AZUL REY CON TONALIDADES ROJAS.

RENDIMIENTO: 51 G. DE FTALOCIANINA DE COBRE AZUL REY CON TONALIDADES ROJAS.

B).- OBTENCIÓN DE LEUCOPTALOCIANINA DE COBRE POR CLORACIÓN (73).

MATERIAS PRIMAS: 1.5 G. DE CLORURO CÚPRICO ANHIDRO,  
100 ML. DE ALCOHOL METÍLICO  
5 G. DE BETA-FTALOCIANINA EXENTA DE METAL  
DE COLOR VERDE CLARO OBTENIDA EN EL -  
LABORATORIO.  
SOLUCIÓN DE CARBONATO DE SODIO AL 10%  
4.4 G. DE ÁCIDO ASCÓRBICO

MATERIAL USADO: MATRAZ DE TRES BOCAS DE FONDO REDONDO DE 500 ML -  
DE CAPACIDAD, AGITADOR MECÁNICO, TORRE CON ÁCIDO SULFÚRICO, MATRÁZ  
ERLENMEYER, TANQUE DE CLORO.

PROCEDIMIENTO: AL CLORURO CÚPRICO ANHIDRO DISUELTO EN ALCOHOL METÍLICO SE  
LE PASA CORRIENTE DE CLORO SECO CON AGITACIÓN DURANTE CINCO MINU-  
TOS A TEMPERATURA AMBIENTE Y SE FILTRA. AL FILTRADO SE LE AÑADE -  
UNA SOLUCIÓN DE CARBONATO DE SODIO AL 10% HASTA PRECIPITACIÓN TO-  
TAL. EL "SÓLIDO AMARILLO" OBTENIDO SE REDUCE CON ÁCIDO ASCÓRBICO,  
CON LO QUE SE OBTIENE EL ALFA-FTALOCIANINA DE COBRE INCOLORA. EL CLO-  
RO PUEDE SUSTITUIRSE POR BROMO DISUELTO EN ALCOHOL METÍLICO.

OBSERVACIONES: LA DISOLUCIÓN DE CLORURO CÚPRICO EN ALCOHOL METÍLI-  
CO SE PONE EN EL MATRAZ DE TRES BOCAS Y SE PASA CORRIENTE DE CLO-  
RO A TEMPERATURA AMBIENTE, CONTROLANDO LA RAPIDEZ DEL FLUJO POR -  
EL BURBUJEO EN LA TORRE DE SULFÚRICO.

AL PASAR EL CLORO CON AGITACIÓN, CAMBIA EL COLOR DE LA MEZCLA A -  
OTRO TONO DE VERDE. SE DEJA LA CORRIENTE DE CLORO DURANTE CINCO -  
MINUTOS, DESPUÉS DE LO CUAL SE FILTRA LA MEZCLA AL VACÍO, OBTENIÉN-  
DOSE PRECIPITADO CON DOS TONOS DE VERDE Y AGUA DE FILTRACIÓN DE -  
COLOR VERDE ESMERALDA. ANALIZANDO EL PRECIPITADO SE ENCUENTRA CO-

BRE. EL FILTRADO DE COLOR VERDE ESMERALDA SE TRATA CON UNA SOLUCIÓN DE CARBONATO DE SODIO AL 10% HASTA PRECIPITACIÓN TOTAL. AL IR AGREGANDO LA SOLUCIÓN DE CARBONATO SE VAN OBSERVANDO DIFERENTES COLORACIONES: UN PRECIPITADO AZUL GRANULOSO, UNA PORCIÓN DE COLOR AZUL OSCURO Y OTRA DE COLOR CAFÉ OSCURO Y UN PRECIPITADO VERDE CLARO. SE AGITA ESTA MEZCLA CON LO QUE DESAPARECEN LAS CAPAS DE DISTINTOS COLORES, MENOS LA AZUL Y EL PRECIPITADO AZUL CON CRISTALES BLANCOS. SE DECANTA Y SEPARA EL PRECIPITADO AZUL Y CRISTALES BLANCOS (QUE SE ANALIZA Y SE ENCUENTRA COBRE, CLORUROS Y CARBONATOS) Y UNA SOLUCIÓN DE COLOR CAFÉ A LA CUAL SE LE AGREGA MÁS SOLUCIÓN DE CARBONATO OBTENIÉNDOSE PRECIPITADO AMARILLO LIGERAMENTE CAFÉ Y UNA SOLUCIÓN TURBIA CAFÉ QUE TIENE UN PH 9-10. EL TOTAL DE SOLUCIÓN DE CARBONATO AGREGADA FUÉ DE 300 ML.

EL PRECIPITADO AMARILLO SE TRATA CON ÁCIDO ASCÓRBICO DISUELTO EN AGUA DESTILADA Y SE HIERVE HASTA SEQUEDAD TOTAL. SE METER A LA ESTUFA A SECAR A 80°C OBTENIÉNDOSE UN PRECIPITADO AMARILLO OSCURO QUE SE TRITURA EN MORTERO QUE AL HACER SU ANÁLISIS NO SE DETECTA COBRE.

RENDIMIENTO: 4 G. DE POLVO AMARILLO OSCURO.

NOTA: SE REPITIÓ ESTA OBTENCIÓN VARIANDO ÚNICAMENTE EL TIEMPO DE CLORACIÓN A 10 MINUTOS; EL DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO FUÉ EL MISMO VARIANDO ÚNICAMENTE EN LA OBTENCIÓN DEL PRODUCTO DE COLOR AMARILLO MÁS CLARO PERO AL CUAL NO SE LE DETECTÓ COBRE.

**c).- OBTENCIÓN DE LEUCOFTALOCIANINA DE COBRE POR BROMACIÓN  
(73).**

**MATERIAS PRIMAS:**

- 1.5 g. DE CLORURO CÚPRICO ANHIDRO
- 100 ML. DE ALCOHOL METÁLICO
- 5 g. DE BETA-FTALOCIANINA EXENTA DE METAL  
DE COLOR VERDE CLARO OBTENIDA EN EL -  
LABORATORIO,
- 3.4 g. DE BROMO DISUELTO EN 80 g. DE ALCO-  
HOL METÁLICO.
- SOLUCIÓN DE CARBONATO DE SODIO AL 10%
- 4.4 g. DE ÁCIDO ASCÓRBICO.

**MATERIAL USADO:** MATRAZ DE TRES BOCAS DE FONDO REDONDO DE 500 ML. -  
DE CAPACIDAD, AGITADOR MECÁNICO, CÁPSULA DE PORCELANA.

**PROCEDIMIENTO:** EN EL MATRAZ DE TRES BOCAS SE COLOCAN EL CLORURO -  
CÚPRICO, LA FTALOCIANINA Y EL ALCOHOL METÁLICO Y SE AGREGA CON A-  
GITACIÓN MECÁNICA EL BROMO DISUELTO EN METANOL. SE AGITA DURANTE -  
DOS HORAS A TEMPERATURA AMBIENTE.

AL AGREGAR EL BROMO DISUELTO EN ALCOHOL SE PONE LA MEZCLA  
DE COLOR CAFÉ OSCURO LIGERAMENTE ROJA, SE FILTRA AL VACÍO OBTE---  
NIÉNDOSE PRECIPITADO VERDE (EL CUAL SE ANALIZA Y NO SE LE ENCUEN--  
TRA COBRE) Y UNA SOLUCIÓN DE COLOR CAFÉ OSCURO. A ESTA SOLUCIÓN -  
FILTRADA SE LE AGREGA SOLUCIÓN DE CARBONATO DE SODIO AL 10% CON -  
LO QUE SE VE LA FORMACIÓN DE LOS SIGUIENTES PRECIPITADOS: AZUL --  
VERDOSO, AMARILLO, GRIS Y ROJIZO EN UNA SOLUCIÓN OSCURA CAFÉ. SE A  
GREGA MÁS SOLUCIÓN DE CARBONATO DE SODIO Y SE VE QUE PREDOMINAN -  
LAS CAPAS DE COLOR AZUL Y GRIS. SE CONTINUA AGREGANDO MÁS SOLU---  
CIÓN DE CARBONATO HASTA PRECIPITACION TOTAL QUEDANDO, DESPUÉS DE  
DECANTAR, PRECIPITADO AMARILLO EN AGUJAS EN LA PARTE INFERIOR, ---

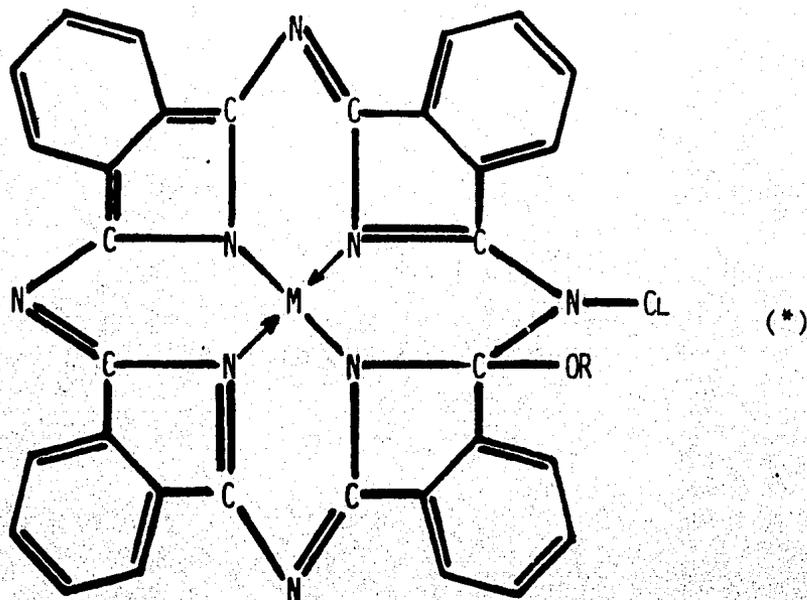
CRISTALES BLANCOS Y AZULES, PRECIPITADO DE COLOR NARANJA Y SOLUCIÓN AZUL-VERDOSA.

SE SEPARARON CADA UNA DE LAS PORCIONES OBTENIDAS: EL PRECIPITADO DE COLOR NARANJA Y LA SOLUCIÓN AZUL VERDOSA SE ANALIZAN DANDO UNA REACCIÓN POSITIVA DE COBRE, LOS CRISTALES BLANCOS Y AZULES QUE TENIAN OCLUIDO PRECIPITADO DE COLOR NARANJA DIERON -- REACCIÓN POSITIVA DE: COBRE, CARBONATOS Y BROMUROS.

EL PRECIPITADO AMARILLO EN FORMA DE AGUJAS SE FILTRA, EL AGUA DE FILTRACIÓN DE COLOR CAFÉ OSCURO SE ELIMINA, SE LAVA EL -- PRECIPITADO CON AGUA DESTILADA, EL AGUA DE FILTRACIÓN ES DE COLOR VERDE AMARILLENTO, SE ANALIZA, DANDO HUELLAS DE BROMO. EL PRECIPITADO AMARILLO SE TRATA CON 4.4 G. DE ÁCIDO ASCÓRBICO DISUELTOS EN AGUA, REACCIONAN LAS SUSTANCIAS DANDO UNA MASA CAFÉ OSCURA QUE SE SECA EN BAÑO MARÍA, QUEDANDO UNA MASA CAFÉ-ROJIZA PEGAJOSA, SE REPITE EL TRATAMIENTO CON ÁCIDO ASCÓRBICO VARIAS VECES Y SE EVAPORA A SEQUEDAD HASTA OBTENER UN POLVO CAFÉ AL QUE SE LE DETERMINAN COBRE Y BROMO DANDO REACCIÓN POSITIVA.

## DERIVADOS DE PIGMENTOS DE FTALOCIANINA SOLUBLES EN DISOLVENTE REVERSIBLE(74).

SE OBTIENEN LEUCOFTALOCIANIN COMPUESTOS DE LA FÓRMULA GENERAL (\*).



TRATANDO FTALOCIANINA CONTENIENDO UN METAL (M= COBRE, CROMO, NÍQUEL, COBALTO, HIERRO) CON UN HIPOCLORITO ORGÁNICO TERCIARIO DE LA FÓRMULA GENERAL ROCl, EN DONDE R; ES UN TERBUTIL, TERAMIL 2-FENILISOPROPIL ó 2- PARA TOLIL ISOPROPIL A TEMPERATURA AMBIENTE EN UN DISOLVENTE NO-ACUOSO TAL COMO ETANOL, BENCENO O CLO-ROFORMO.

LOS COMPUESTOS(\*) RESULTANTES SON SOLUBLES EN ETANOL, CLO-ROFORMO, ACETONA, ETC.; DE COLOR CAFÉ PUEDEN SER RECUPERADOS POR CRISTALIZACIÓN O EVAPORACIÓN.

CUANDO SE CALIENTAN EN ESTADO SECO Ó EN UN DISOLVENTE ADECUADO EL(\*) LIBERA CLORO Y REGENERA LA FTALOCIANINA INICIAL. EL COLOR TAMBIÉN SE PUEDE REGENERAR A TEMPERATURAS MÁS BAJAS EN SOLUCIONES ACUOSAS Ó ALCALINAS DE UN AGENTE REDUCTOR TAL COMO SULFURO DE SODIO, SULFITO ÁCIDO DE SODIO, TIOSULFATO DE SODIO, CLORURO ESTANOSO, HIDRÓXIDO DE AMONIO, ETC.

LOS LEUCOFTALOCIANIN COMPUESTOS SON ÚTILES EN LA PINTURA E IMPRESIÓN DE FIBRAS TEXTILES.

#### D).- OBTENCIÓN DE LEUCOFTALOCIANINA DE CALCIO(75)

UNA SOLUCIÓN COMPLEJA DE UN COMPUESTO SOLVENTE(\*) SE PUEDE OBTENER POR REDUCCIÓN DEL FTALONITRILO. TRATANDO EL FTALONITRILO CON AMONÍACO Y ÓXIDO Ó HIDRÓXIDO DE CALCIO. CINCO PARTES DE ÓXIDO DE CALCIO SE MEZCLAN CON ETILEN GLICOL, 350 PARTES DE ETER ETÍLICO SATURADO EN AMONÍACO Y 64 PARTES DE FTALONITRILO SE CALIENTAN A 90°C DURANTE 20 HORAS CON AGITACIÓN. EL PRODUCTO SE FILTRA A 90°C USANDO UN EMBUDO BÜCHNER, SE EXTRAE DOS VECES A 60°C CON DIMETIL FORMAMIDA. EL EXTRACTO Y EL FILTRADO QUE ESTÁN COMBINADOS SE PRECIPITAN CON AGUA.

LA REDUCCIÓN DE UNA PARTE DE COLORANTE CON UNA PARTE DE ÁCIDO-ASCÓRBICO PRODUCE 0,64 PARTES PURAS DE FTALOCIANINA SIN METAL QUE PUEDE SER APLICADA AL ALGODÓN Y RAYÓN Y REDUCIR LA FIBRA CON SULFURO DE SODIO Y DITIONITO.

**MATERIAS PRIMAS:**

- 0.5 g. DE ÓXIDO DE CALCIO
- 80 ML. DE ETILEN GLICOL
- 6.4 g. DE FTALONITRILO
- 35 g. DE ÉTER METÁLICO (SATURADO CON AMONÍACO)

DIMETIL FORMAMIDA

**MATERIAL USADO:** MATRAZ DE TRES BOCAS DE 500 ML. DE CAPACIDAD, AGITADOR MECÁNICO, TERMÓMETRO, BAÑO DE ARENA, BÜCHNER.

**PROCEDIMIENTO:** A 35 g. DE ÉTER METÁLICO QUE SE PONEN EN UN ERLLENMEYER SE LE PASA UNA CORRIENTE DE AMONÍACO, QUE SE PRODUCE PONIENDO A CALENTAR EN OTRO ERLLENMEYER CLORURO DE AMONIO Y ÓXIDO DE CALCIO CON LO QUE SE DESPRENDE EL AMONÍACO QUE SE HACE BURBUJEAR HASTA SATURACIÓN.

SE COLOCAN EN EL MATRAZ DE TRES BOCAS 0.5 g. DE ÓXIDO DE CALCIO CON 80 ML. DE ETILEN GLICOL Y SE AGITAN A QUE SE DISUELVA LA CALLO MÁS POSIBLE; SE AGREGAN LOS 35 g. DE ÉTER METÁLICO SATURADO CON AMONÍACO Y 6.4 g. DE FTALONITRILO CALENTÁNDOSE A 90°C DURANTE 20 MINUTOS CON AGITACIÓN MECÁNICA.

EL PRECIPITADO OBTENIDO SE FILTRA A 90°C (USANDO UN EMBUDO BÜCHNER), OBTENIÉNDOSE UN PRODUCTO AZUL CLARO EN MUY POCA CANTIDAD. EL FILTRADO ES DE COLOR CAFÉ CLARO TRANSPARENTE Y POSTERIORMENTE SE OBSERVA LA FORMACIÓN DE AGUJAS AMARILLAS. AL PRECIPITADO SE AGREGA LA DIMETIL FORMAMIDA CALIENTE VARIAS VECES A QUE PASE TODO EL PRECIPITADO. SE PASA TODO EL FILTRADO, QUE ES CAFÉ AMARILLENTO, A UN VASO CON AGUA DESTILADA CON LO QUE SE OBTIENE UN PRECIPITADO AMARILLO CLARO Y EN LA PARTE INFERIOR UNAS POCAS AGUJAS AMARILLAS. SE DECANTA Y FILTRA AL VACÍO, OBTENIÉNDOSE AGUJAS AMARILLAS EN MUY POCA CANTIDAD. AL AGUA DE FILTRADO DE COLOR AMARILLO SE LE AGREGA MÁS AGUA, NO SE OBSERVA PRECIPITACIÓN ALGUNA. SE ANALIZA EL AGUA DE FILTRADO DE COLOR AMARILLO, DANDO REACCIÓN POSITIVA DE CALCIO.

### 3.2.2.- FTALOCIANINAS EXENTAS DE METAL

A).- BETA-FTALOCIANINA EXENTA DE METAL("A").(76)

MATERIAS PRIMAS: 2.3 g. DE SODIO METÁLICO

64 g. DE ALCOHOL BENCÍLICO

12.8 g. DE FTALONITRILO

DISOLUCIÓN: DE 6.9 g. DE SULFATO DE AMONIO

EN 64 g. DE ALCOHOL BENCÍLICO

MATERIAL USADO: MATRAZ ERLNMEYER DE 500 ML., TERMÓMETRO, MATRÁZ DE FONDO REDONDO DE 500 ML., KITASATO, BÜCHNER, CÁPSULA DE PORCELA.

PROCEDIMIENTO: EN UN MATRAZ ERLNMEYER SE COLOCAN 2.3 g. DE SODIO METÁLICO Y 64 g. DE ALCOHOL BENCÍLICO. SE CALIENTA HASTA EBULLICIÓN Y SE AÑADEN 12.8 g. DE FTALONITRILO. SE HIERVE DURANTE 30 MINUTOS Y SE FILTRA. EL PRECIPITADO SE TRATA CON UNA DISOLUCIÓN DE 6.9 g. DE SULFATO DE AMONIO EN 64 g. DE ALCOHOL BENCÍLICO Y SE CALIENTA POR 40 MINUTOS CUIDANDO QUE LA TEMPERATURA NO PASE DE 156-160°C. SE FILTRA A 120°C.

OBSERVACIONES: REACCIONA MUY BIEN EL SODIO METÁLICO CON EL ALCOHOL ORIGINANDO UNA REACCIÓN EXOTÉRMICA, POR LO QUE NO ES NECESARIO CALENTAR DE INMEDIATO. ES NECESARIO CALENTAR CON MECHERO PARA QUE EL SODIO TERMINE DE REACCIONAR, QUEDANDO UNA SOLUCIÓN TRANSPARENTE DE COLOR AMARILLO, (QUE AL ENFRIARSE PRESENTA UNA APARIENCIA GELATINOSA CON LÁMINAS PEQUEÑAS OPACAS DE COLOR BLANCO) QUE SE CALIENTA HASTA EBULLICIÓN, SE AGREGAN 12.8 g. DE FTALONITRILO. SE OBSERVA DESPRENDIMIENTO DE HUMOS BLANCOS OBTENIÉNDOSE UNA SOLUCIÓN DENSA DE COLOR VERDE MUY OSCURO Y EN LA PARTE SUPERIOR DE COLOR AZUL, AL AGITAR LA MEZCLA SE PONE DE COLOR VERDE AZULOSA. SE HIERVE

DURANTE 30 MINUTOS Y SE FILTRA AL VACÍO.

EL PRECIPITADO SE TRATA CON LA DISOLUCIÓN DE SULFATO DE AMONIO EN ALCOHÓL BENCÍLICO Y SE PASA A UN MATRAZ DE FONDO REDONDO DE 500 ML., AL CUÁL SE LE PONE UN TAPÓN DE CORCHO CON RANURA Y -- TERMÓMETRO (EL BULBO DEL TERMÓMETRO EN LA SUPERFICIE DE LA MEZCLA), Y SE PROCEDE A CALENTAR.

LA MEZCLA EMPIEZA A HERVIR A LOS 70°C, SE DESPRENDEN HUMOS BLANCOS CON OLOR A AMONÍACO (PH=8), SE OBSERVA CONDENSACIÓN DE UNA SUSTANCIA ACEITOSA AMARILLA EN LAS PAREDES DEL MATRAZ Y BURBUJAS DE COLOR VERDE CLARO EN LA MEZCLA. SE CALIENTA HASTA 156-160°C DURANTE 40 MINUTOS, SE FILTRA AL VACÍO A LA TEMPERATURA DE 120°C.

SE OBTIENE UN PRECIPITADO VERDE AZULOSO CON CRISTALES DE COLOR VERDE MUY CLARO QUE INDICAN EXCESO DE SULFATO DE AMONIO, EL CUÁL SE ELIMINA CON AGUA DESTILADA. EL PRECIPITADO QUEDA DE ASPECTO CHICLOSO DE COLOR ROJO MUY OSCURO QUE AL FROTARSE DA UNA COLO-RACIÓN VERDE. EL AGUA DE FILTRADO, DE COLOR AMARILLO, PRESENTA GLOBULOS DE ASPECTO ACEITOSO DE COLOR CAFÉ OSCURO. SE LAVA EL PRECIPITADO HASTA QUE SE ELIMINA TODA LA SUSTANCIA DE COLOR CAFÉ OSCURO.

SE PROCEDE A PURIFICAR EL PRECIPITADO.

TRATAMIENTO CON HIDRÓXIDO DE SODIO. SE PASA EL PRECIPITADO A UNA CÁPSULA DE PORCELANA Y SE TRATA CON 200 ML. DE HIDRÓXIDO DE SODIO 1N Y SE HIERVE DURANTE 10 MINUTOS.

AL AGREGAR LA SOLUCIÓN DE SODA CAÚSTICA, EL PRECIPITADO ADQUIERE NUEVAMENTE EL COLOR VERDE AZULOSO Y EN LA SUPERFICIE SE -- FORMA UNA PELÍCULA ROJIZA; DESPUÉS DE HERVIR SE SEPARA MUY BIEN -- EL PRECIPITADO, SE FILTRA AL VACÍO OBTENIÉNDOSE UN PRECIPITADO -- VERDE ROJIZO Y AGUA DE FILTRACIÓN TRANSPARENTE DE COLOR AMARILLO.

TRATAMIENTO CON ÁCIDO CLORHÍDRICO. SE TRATA EL PRECIPITADO CON 200 ML. DE ÁCIDO CLORHÍDRICO 1N Y SE HIERVE DURANTE 10 MINUTOS.

AL AGREGAR LA SOLUCIÓN DE ÁCIDO CLORHÍDRICO EL PRECIPITADO ADQUIERE NUEVAMENTE EL COLOR VERDE AZULOSO Y EN LA SUPERFICIE SE FORMA NUEVAMENTE LA PELÍCULA ROJIZA, SE FILTRA AL VACÍO CON LO QUE SE OBTIENE UN PRECIPITADO VERDE ROJIZO Y AGUA DE FILTRACIÓN DE COLOR AMARILLO VERDOSA. SE SECA EN LA ESTUFA A 70°C Y SE MUELE FINAMENTE, QUEDANDO UN POLVO DE COLOR VERDE OSCURO.

EL PRODUCTO SECO Y MOLIDO SE PONE EN MACERACIÓN CON OCHO A DIEZ VECES SU PESO EN ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO, DEJÁNDOLO ASÍ 24 HORAS A TEMPERATURA AMBIENTE (SE PUEDE DEJAR HASTA 48 HORAS) Y AGITANDO DE VEZ EN CUANDO HASTA CONSEGUIR SU TOTAL DISOLUCIÓN.

UNA VEZ DISUELTO, SE PRECIPITA EL COLORANTE VERTIENDO LA SOLUCIÓN SULFÚRICA EN AGUA FRÍA CON FUERTE AGITACIÓN. LA FTALOCIANINA PRECIPITADA SE FILTRA AL VACÍO Y SE SECA EN LA ESTUFA A 70°C. OBTENIÉNDOSE LA BETA-FTALOCIANINA EXENTA DE METAL DE COLOR VERDE CLARO.

SE REPITE ESTA OBTENCIÓN EMPLEANDO DIEZ VECES LA CANTIDAD DE LAS MATERIAS PRIMAS. EL PROCESO SE DESARROLLA DE LA MISMA MANERA QUE LA OBTENCIÓN ANTERIOR HASTA OBTENER UN PRECIPITADO DE COLOR AZUL-ROJIZO CON CRISTALES DE COLOR VERDE DESULFATO DE AMONIO. SE ELIMINA EL EXCESO DE SULFATO DE AMONIO CON AGUA DESTILADA; PERO CON LA DIFERENCIA DE QUE EL PRECIPITADO NO SE SECA EN LA ESTUFA SINO CON FILTRACIÓN AL VACÍO HASTA SEQUEDAD COMPLETA. SE PURIFICA DE IGUAL FORMA CON SOLUCIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO 1N Y SOLUCIÓN DE ÁCIDO CLORHÍDRICO 1N.

SE DISUELVE EL PRECIPITADO POR PARTES CON ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO Y MOLIENDO EN MORTERO, PRECIPITANDO CADA PORCIÓN EN AGUA DESTILADA FRÍA EN MATRACES ERLLENMEYER.

SE OBTIENEN FTALOCIANINAS DE DIFERENTES COLORES CON LAS DIVERSAS PORCIONES:

PORCIÓN N° I).- 18 g. DE FTALOCIANINA DE COLOR VERDE CLARO ( SE EMPLEÓ EN LA OBTENCIÓN DE LEUCOFTALOCIANINA DE COBRE)

N° II).-17 g. DE FTALOCIANINA DE COLOR VERDE OSCURO

N° III).-15 g. DE FTALOCIANINA DE COLOR VERDE AZULOSO

N° IV).- 1 g. DE FTALOCIANINA DE COLOR AZUL

B).- FTALOCIANINA EXENTA DE METAL("B")(77)

MATERIAS PRIMAS:           10 g. DE FTALONITRILLO  
                                   0,3 g. DE HIDRÓXIDO DE CALCIO  
                                   0,6 g. DE METIL GLUCAMINA  
                                   10 g. DE CLORURO DE SODIO  
                                   ALCOHOL METÍLICO.

MATERIAL USADO: MORTERO, MATRAZ DE 500 ML. DE TRES BOCAS, TERMÓMETRO, BAÑO DE ARENA, BAÑO DE HIELO, AGITADOR MECÁNICO.

PROCEDIMIENTO: MEZCLAR Y MOLER MUY FINAMENTE TAMIZANDO DURANTE 15 HORAS. CALENTAR A 160°C EN BAÑO DE ARENA DURANTE DOS HORAS CON AGITACIÓN MECÁNICA, ELEVAR LA TEMPERATURA CONTROLANDO A 215°C POR SEIS HORAS, SIEMPRE AGITANDO. ENFRIAR POR SEIS HORAS Y SEGUIR MOLLIENDO.

OBSERVACIONES: DESPUÉS DE MEZCLAR Y MOLER FINAMENTE DURANTE 15 HORAS (SE MUELE LA MEZCLA EN MORTERO CON ALCOHOL METÍLICO PARA AYUDAR A LA DESMETALIZACIÓN).

SE COLOCA LA MEZCLA EN UN MATRAZ DE TRES BOCAS DE 500 ML. Y SE CALIENTA EN BAÑO DE ARENA POR DOS HORAS A 160°C CON AGITACIÓN Y POR SEIS HORAS A 215°C. LA MASA PRESENTA ASPECTO COMPACTO Y ES DE COLOR AMARILLO. QUE AL IR INCREMENTANDO LA TEMPERATURA AUMENTA DE COLOR. SE OBSERVA CONDENSADO EN LA PARTE SUPERIOR DEL MATRAZ Y DESPRENDIMIENTO DE HUMOS BLANCOS, ASÍ COMO SUBLIMADO EN PEQUEÑAS AGUJAS BLANCAS. AL TERMINAR DE CALENTAR A 160°C SE OBTIENE UNA MASA AMARILLA PARCIALMENTE DE COLOR CAFÉ OSCURO; SE CONTINUA CALENTANDO HASTA 215°C DURANTE SEIS HORAS CON AGITACIÓN, CON LO QUE EL PRODUCTO QUEDA DE COLOR MUY OSCURO. SE ENFRIA Y MUELE HASTA OBTENER UN POLVO MUY FINO DE COLOR GRIS VERDOSO, QUE SE PROCEDE A PURIFICAR.

EL PRODUCTO SE HIERVE SUCESIVAMENTE ( DURANTE 10 MINUTOS) CON 200 ML. DE HIDRÓXIDO DE SODIO 1N Y 200 ML. DE ÁCIDO CLORHÍDRICO 1N, FILTRANDO AL VACÍO Y LAVANDO CON AGUA DESTILADA EN AMBOS CASOS. SE METE A SECAR A LA ESTUFA A 70°C, SE MUELE QUEDANDO UN POLVO MUY FINO DE COLOR CAFÉ OSCURO.

EL PRODUCTO SECO Y MOLIDO SE PONE EN MACERACIÓN CON OCHO A DIEZ VECES SU PESO EN ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO, DEJÁNDOLO ASÍ - 24 HORAS A TEMPERATURA AMBIENTE Y AGITANDO DE VEZ EN CUANDO HASTA CONSEGUIR SU TOTAL DISOLUCIÓN.

UNA VEZ DISUELTO SE PRECIPITA EL COLORANTE VIRTIENDO LA SOLUCIÓN SULFÚRICA EN AGUA FRÍA CON FUERTE AGITACIÓN. LA FTALOCIANINA PRECIPITADA SE FILTRA AL VACÍO Y SE SECA EN LA ESTUFA A 70°C.

OBTENIÉNDOSE FTALOCIANINA EXENTA DE METAL DE COLOR CAFÉ.

C).- FTALOCIANINA EXENTA DE METAL ("C")(78)

MATERIAS PRIMAS:        12 G. DE FTALONITRILO  
                               30 G. DE O-DICLOROBENCENO  
                               0.17 G. DE CARBONATO DE POTASIO SECO  
                               10.30 G. DE PIPERIDINA  
                               0.44 G. DE ETILEN GLICOL

MATERIAL USADO: MATRÁZ DE TRES BOCAS DE 500 ML., TERMÓMETRO, AGITADOR MECÁNICO.

PROCEDIMIENTO: AGITAR LA MEZCLA DURANTE 30 MINUTOS Y AÑADIR POCO A POCO DURANTE UNA O DOS HORAS 0.44 G. DE ETILEN GLICOL. CALENTAR DURANTE DOCE Ó QUINCE HORAS A 160-165°C. DEJAR ENFRIAR A 90°C. FILTRAR Y LAVAR CON AGUA DESTILADA. EL RENDIMIENTO SERÁ DE 78 A 81% DE LA CANTIDAD TEÓRICA.

OBSERVACIONES: EN EL MATRAZ DE TRES BOCAS SE COLOCA LA DISOLUCIÓN DE FTALONITRILO CON O-DICLOBENCENO, SE CALIENTA CON AGITACIÓN. A LOS 110°C EMPIEZA A HERVIR Y SE CONTINUA CALENTANDO HASTA 140°C. SE AGREGAN 0.17 G. DE CARBONATO DE POTASIO Y 10.30 G. DE PIPERIDINA CON AGITACIÓN Y MANTENIENDO LA TEMPERATURA DE 140°C DURANTE 30 MINUTOS.

SE AÑADEN POCO A POCO, EN DOS HORAS, 0.44 G. DE ETILEN GLICOL. LA MEZCLA ADQUIERE UN COLOR VERDE OSCURO Y SE PROCEDE A CALENTAR DURANTE QUINCE HORAS A LA TEMPERATURA DE 160-165°C. LA MEZCLA A 160°C PRESENTA EBULLICIÓN TURBULENTA, CON DESPRENDIMIENTO DE HUMOS BLANCOS. DESPUÉS DE HORA Y MEDIA LA MEZCLA HA CAMBIADO DEL COLOR VERDE AL COLOR MORADO.

LA MEZCLA SE DEJA ENFRIAR OBTENIÉNDOSE UN PRODUCTO DE COLOR CAFÉ ROJIZO OSCURO. SE FILTRA AL VACÍO QUEDANDO EL PRODUCTO DEL

MISMO COLOR CAFÉ ROJIZO OSCURO QUE PINTA DE COLOR VERDE. SE PROCEDE A PURIFICARLO.

PURIFICACIÓN. TRATAMIENTO CON HIDRÓXIDO DE SODIO.

EL PRECIPITADO DE COLOR CAFÉ OSCURO QUE PRESENTA UN ASPECTO-CHICLOSO SE TRATA CON 200 ML. DE HIDRÓXIDO DE SODIO 1N Y SE HIERVE DURANTE DIEZ MINUTOS, SE FILTRA AL VACÍO, OBTENIÉNDOSE UN PRECIPITADO MUY FINO DE COLOR CAFÉ OSCURO Y UNA SOLUCIÓN CAFÉ ROJIZA.

TRATAMIENTO CON ÁCIDO CLORHÍDRICO. EL PRECIPITADO ANTERIOR - SE TRATA CON 200 ML. DE ÁCIDO CLORHÍDRICO 1N HIRVIENDO DURANTE DIEZ MINUTOS, CON LO QUE SE OBTIENE UN PRECIPITADO VERDE OSCURO QUE DESPUÉS DE SECADO Y MOLIDO SE PONE EN MACERACIÓN CON OCHO A DIEZ VECES: SU PESO EN ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO DEJÁNDOLO EN CONTACTO POR - 24 HORAS A LA TEMPERATURA AMBIENTE Y AGITANDO DE VEZ EN CUANDO PARA CONSEGUIR SU TOTAL DISOLUCIÓN. UNA VEZ DISUELTO SE PRECIPITA EL COLORANTE VIRTUENDO LA SOLUCIÓN SULFÚRICA EN AGUA FRÍA. LA FTALOCIANINA PRECIPITADA SE FILTRA AL VACÍO, SE LAVA CON AGUA DESTILADA FRÍA Y SE SECA EN LA ESTUFA A 70°C.

OBTENIÉNDOSE FTALOCIANINA EXENTA DE METAL DE COLOR VERDE OSCURO.

	BETA-FTALOCIANINA EXENTA DE METAL(A)	
	EN FRIO	EN CALIENTE
1.-ACETATO ANILICO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
2.-ACETATO DE ETILO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
3.-ACETAMIDA	INSOLUBLE	INSOLUBLE
4.-ACETONA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
5.-ACIDO FORMICO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
6.-ALCOHOL ANILICO-N	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
7.-ALCOHOL ISOANILICO	INSOLUBLE	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
8.-ALCOHOL BENZILICO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
9.-ALCOHOL BUTILICO-N	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO
10.-ALCOHOL CAPRILICO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
11.-ALCOHOL ETILICO(98%)	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
12.-ALCOHOL FURFURIL	POCO SOLUBLE:SOLUCION OSCURA CAFE-AMARILLENTO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION OSCURA CAFE-AMARILLENTO
13.-ALCOHOL ISOPROPILICO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
14.-ALCOHOL METILICO ABS.	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO
15.-ANHIDRIDO ACETICO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
16.-ANILINA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
17.-BENCENO	INSOLUBLE	INSOLUBLE

## BETA-FALOCIANINA EXENTA DE METAL (A)

	EN FRIO	EN CALIENTE
18.-BENZALDEHIDO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
19.-CLOROFORMO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
20.-CLORURO DE BEZOILO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
21.-COLIDINA	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE CAFE-AMARILLENTO	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE CAFE-AMARILLENTO
22.-DIETILAMINA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO
23.-DIMETIL ANILINA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
24.-DIMETIL FORMAMIDA	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
25.-DIMETILEN GLICOL	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
26.-ETER DE PETROLEO (LIGROINA)	INSOLUBLE	INSOLUBLE
27.-ETER SULFURICO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
28.-ETER MONOMETILICO	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
29.-ETILENGLICOL	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
30.-FORMAMIDA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
31.-MONOCLORO BENCENO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
32.-NITROBENZOL	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
33.-SALICILALDEHIDO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
34.-SALICILATO DE METILO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
35.-TOLUENO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE

## BETA-FTALOCIANINA EXENTA DE METAL (A)

	EN FRIO	EN CALIENTE
36.-XILOL	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
37.-ACIDO ACETICO CONCENTRADO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
38.-ACIDO ACETICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
39.-ACIDO CLORHIDRICO CONC.	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
40.-ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
41.-ACIDO FOSFORICO CONC.(85%)	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
42.-ACIDO HIPOFOSFOROSO(50%)	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
43.-ACIDO NITRICO CONCENTRADO	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
44.-ACIDO NITRICO DILUIDO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
45.-ACIDO SULFURICO CONC.	SOLUBLE:SOLUCION CAFE-AMARILLENTO	SOLUBLE:SOLUCION CAFE-AMARILLENTO
46.-ACIDO SULFURICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
47.-AGUA OXIGENADA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
48.-AMONIACO CONCENTRADO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
49.-AMONIACO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
50.-SULFURO DE CARBONO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO
51.-TETRACLORURO DE CARBONO	INSOLUBLE	INSOLUBLE

## TABLA DE SOLUBILIDADES

FALOCIANINA EXENTA DE METAL (B)		
	EN FRIO	EN CALIENTE
1.-ACETATO AMILICO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
2.-ACETATO DE ETILO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
3.-ACETAMIDA	INSOLUBLE	INSOLUBLE
4.-ACETONA	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
5.-ACIDO FORMICO	SOLUBLE:SOLUCION CAFE-OSCURA	SOLUBLE:SOLUCION CAFE-OSCURA
6.-ALCOHOL AMILICO N.	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
7.-ALCOHOL ISOMILICO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
8.-ALCOHOL BENZILICO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
9.-ALCOHOL BUTILICO N.	INSOLUBLE	INSOLUBLE
10.-ALCOHOL CAPRILICO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
11.-ALCOHOL ETILICO(96°)	INSOLUBLE	INSOLUBLE
12.-ALCOHOL FURFURIL	POCO SOLUBLE:SOLUCION CAFE-OSCURA	POCO SOLUBLE:SOLUCION CAFE-OSCURA
13.-ALCOHOL ISOPROPILICO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
14.-ALCOHOL METILICO ABS.	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
15.-ANHIDRIDO ACETICO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
16.-ANILINA	INSOLUBLE	INSOLUBLE
17.-BENCENO	INSOLUBLE	INSOLUBLE

## FALOCIANINA EXENTA DE METAL (B)

	EN FRIO	EN CALIENTE
18.-BENZALDEHIDO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
19.-CLOROFORMO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
20.-CLOURO DE BENZOILO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
21.-COLIDINA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE-AMARILLENTO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE-AMARILLENTO
22.-DIEILAMINA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
23.-DIMETIL ANILINA	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE COLOR CAÑELA
24.-DIMETIL FORMAMIDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION CAFE-OSCURA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION CAFE-OSCURA
25.-DIMETILEN GLICOL	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
26.-ETEN DE PETROLEO (LIGROINA)	INSOLUBLE	INSOLUBLE
27.-ETEN SULFURICO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
28.-ETEN MONOMETILCO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
29.-ETIEN GLICOL	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
30.-FORMAMIDA	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION CAFE-OSCURA
31.-MONOCLORO BENCENO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
32.-NITROBENZOL	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLO-VERDOSA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMO
33.-SALICILALDEHIDO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
34.-SALICILATO DE METILO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
35.-TOLUENO	INSOLUBLE	INSOLUBLE

## FIALOCIANINA EXENTA DE METAL (B)

	EN FRIO	EN CALIENTE
36.-XILOL	INSOLUBLE	INSOLUBLE
37.-ACIDO ACETICO CONCENTRADO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
38.-ACIDO ACETICO DILUIDO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
39.-ACIDO CLORHIDRICO CONC.	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE-AMARILLENTO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE-AMARILLENTO
40.-ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
41.-ACIDO FOSFORICO CONC.(85%)	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO
42.-ACIDO HIPOFOSFOROSO(50%)	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
43.-ACIDO NITRICO CONCENTRADO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE-ROJIZA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE ROJO AMARILLENTO
44.-ACIDO NITRICO DILUIDO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
45.-ACIDO SULFURICO CONC.	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO
46.-ACIDO SULFURICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
47.-AGUA OXIGENADA	INSOLUBLE	INSOLUBLE
48.-AMONIACO CONCENTRADO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION CAFE OSCURA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION CAFE OSCURA
49.-AMONIACO DILUIDO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION CAFE OSCURA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION CAFE OSCURA
50.-SULFURO DE CARBONO	INSOLUBLE	INSOLUBLE
51.-TETRACLORURO DE CARBONO	INSOLUBLE	INSOLUBLE

## TABLA DE SOLUBILIDADES

## FALOCIANINA EXENTA DE METAL (C)

	EN FRIO	EN CALIENTE
1.-ACETATO AMILICO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO
2.-ACETATO DE ETILO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE CAFE VERDOSO
3.-ACETAMIDA	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
4.-ACETONA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO
5.-ACIDO FORMICO	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE SECO	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE SECO
6.-ALCOHOL AMILICO N.	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
7.-ALCOHOL ISOAMILICO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE SECO
8.-ALCOHOL BENCILICO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
9.-ALCOHOL BUTILICO N.	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
10.-ALCOHOL CAPRILICO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE CLARO
11.-ALCOHOL ETILICO(96°)	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE AMARILLENTO	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLO VERDOSA
12.-ALCOHOL FURFURIL	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION OSCURA CAFE AMARILLENTO	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION OSCURA CAFE AMARILLENTO
13.-ALCOHOL ISOPROPILICO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
14.-ALCOHOL METILICO ABS.	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
15.-ANHIDRIDO ACETICO	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE;SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
16.-ANILINA	POCO SOLUBLE;SOLUCION OSCURA CAFE VERDOSA	BASTANTE SOLUBLE;SOLUCION OSCURA CAFE VERDOSA
17.-BENCENO	INSOLUBLE	INSOLUBLE

## FTALOCIANINA EXENTA DE METAL (C)

EN FRIO

EN CALIENTE

	EN FRIO	EN CALIENTE
18.-BENZALDEHIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
19.-CLOROFORMO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
20.-CLORURO DE BENZOILO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
21.-COLIDINA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO
22.-DIETILAMINA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
23.-DIMETIL ANILINA	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLO VERDOSA
24.-DIMETIL FORMAMIDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION VERDE OSCURA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION VERDE CAFE
25.-DIMETILEN GLICOL	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE SECO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE SECO
26.-ETER DE PETROLEO (LIGROINA)	INSOLUBLE	INSOLUBLE
27.-ETER SULFURICO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE AMARILLENTO
28.-ETER MONOMETILICO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON
29.-ETILENGLICOL	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
30.-FORMAMIDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLO VERDOSA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLO VERDOSA
31.-MONOCLORO BENCENO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
32.-NITROBENZOL	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
33.-SALICILALDEHIDO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE
34.-SALICILATO DE METILO	INSOLUBLE	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
35.-TOLUENO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE

## FTALOCIAMINA EXENTA DE METAL (C)

	EN FRIO	EN CALIENTE
36.-XILOL	INSOLUBLE	INSOLUBLE
37.-ACIDO ACETICO CONCENTRADO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION AMARILLA OSCURA
38.-ACIDO ACETICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
39.-ACIDO CLORHIDRICO CONC.	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
40.-ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLO VERDOSA
41.-ACIDO FOSFORICO CONC.(85%)	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
42.-ACIDO HIPOFOSFOROSO(50%)	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE LIMON	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
43.-ACIDO NITRICO CONCENTRADO	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE AMARILLA
44.-ACIDO NITRICO DILUIDO	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE AMARILLA
45.-ACIDO SULFURICO CONC.	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO	SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE CAFE AMARILLENTO
46.-ACIDO SULFURICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE AMARILLENTO
47.-AGUA OXIGENADA	INSOLUBLE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
48.-ANONICO CONCENTRADO	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
49.-ANONICO DILUIDO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	BASTANTE SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE VERDE ESMERALDA
50.-SULFURO DE CARBONO	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE	POCO SOLUBLE:SOLUCION TRANSPARENTE LIGERAMENTE VERDE
51.-TETRACLORURO DE CARBONO	INSOLUBLE	INSOLUBLE

4.- RESULTADOS

## 4.- RESULTADOS

FTALIMIDA P.F. 238°C

1ª OBTENCIÓN

RENDIMIENTO TEÓRICO=49.66 g.

RENDIMIENTO PRÁCTICO.=48.00 g. (96.65%)

P.F. 222-235°C

2ª OBTENCIÓN

RENDIMIENTO TEÓRICO=198.64 g.

RENDIMIENTO PRÁCTICO=164.4 g. (82.76%)

PARTE 1: PORCIONES 1A P.F. :222-235°C

1B P.F. :224-238°C

PARTE 2: PORCIONES 2A P.F. :225-235°C

2B P.F. :224-237°C

3ª OBTENCIÓN

RENDIMIENTO TEÓRICO =59.59 g.

RENDIMIENTO PRÁCTICO=55.30 g. (92.80%)

P.F. :225-238°C

FTALAMIDA P.F. :228°C

GRADO COMERCIAL :221-223°C

1ª OBTENCIÓN

RENDIMIENTO TEÓRICO =27.03 g.

RENDIMIENTO PRÁCTICO=10.5 g. (38.84%)

P.F. :206-235°C

2ª OBTENCIÓN

RENDIMIENTO TEÓRICO =11.15 g.

ACIDO FTAMÍDICO P.F. : 148°C

1ª OBTENCIÓN

RENDIMIENTO TEÓRICO =5.61 g.

RENDIMIENTO PRÁCTICO=1.4 g. (24.95%)

P.F. :145-170°C

**2ª OBTENCIÓN****RENDIMIENTO TEÓRICO =66.89 g.****RENDIMIENTO PRÁCTICO= 1.75 g.(2.61%)****P.F. :167-210°C****ANHIDRIDO TETRAIODO FTÁLICO P.F. :327-328°C****RENDIMIENTO TEÓRICO =127.12 g.****RENDIMIENTO PRÁCTICO= 73.00 g.(57.42%)****P.F. :300-327°C****FTALIDA P.F. 75°C****RENDIMIENTO TEÓRICO =67.00 g.****RENDIMIENTO PRÁCTICO=14.50 g.(21.64%)****P.F. : 70-82°C****: 60-160°C****CLORURO DE FTALOILO SIMÉTRICO P.F. :15-16°C****RENDIMIENTO TEÓRICO =67.62 g.****RENDIMIENTO PRÁCTICO=52.00 g.(76.90%)**

## 5.- CONCLUSIONES

## 5.- CONCLUSIONES

EN EL PRESENTE TRABAJO SE INFORMAN MÉTODOS PARA LA PREPARACIÓN DE FTALIMIDA, FTALAMIDA, FTALONITRILO, ÁCIDO FTALÁMICO, ANHIDRIDO TETRAIODO FTÁLICO, FTALIDA Y CLORURO DE FTALOILO SIMÉTRICO. LA IMPORTANCIA DE ESTOS COMPUESTOS RADICA EN SU UTILIZACIÓN COMO MATERIAS PRIMAS PARA LA OBTENCIÓN DE FTALOCIANINAS.

LOS RENDIMIENTOS PRÁCTICOS EN LA SÍNTESIS DE FTALIMIDA INDICAN DE MANERA PRECISA, QUE EL MEJOR MÉTODO ES AQUEL QUE INVOLUCRA LA UTILIZACIÓN DE ANHIDRIDO FTÁLICO Y CARBONATO DE AMONIO(96.65%) AÚN CUANDO EL UTILIZAR ANHIDRIDO FTÁLICO Y UREA COMO MATERIAS PRIMAS SE OBSERVA UN EXCELENTE RENDIMIENTO(92.80%).

UN PARÁMETRO QUE SE PUEDE UTILIZAR COMO DISCRIMINANTE ES EL PUNTO DE FUSIÓN DE LA FTALIMIDA RESULTANTE Y EN ESTE CASO SE PUEDE OBSERVAR QUE EL RANGO DE LA FTALIMIDA OBTENIDA POR LA RUTA N° 1 PRESENTA UN RANGO MAYOR QUE EL QUE SE OBTIENE POR LA RUTA N° 2. POR LO ANTERIORMENTE EXPUESTO SE PUEDE CONCLUIR QUE TANTO POR LA RAPIDEZ COMO POR LA PUREZA DEL PRODUCTO LA MEJOR SÍNTESIS PARA FTALIMIDA ES LA QUE INVOLUCRA LA UTILIZACIÓN DE ANHIDRIDO FTÁLICO Y UREA.

EN LA OBTENCIÓN DE FTALAMIDA SE PUEDE COCLUIR QUE EL RENDIMIENTO DE 38.84% ES UN PORCENTAJE SUSCEPTIBLE DE OPTIMIZACIÓN. POR LO QUE SE REFIERE A LA 2ª RUTA ESTA SE REALIZÓ CON EL OBJETIVO DE CONSTATAR LA PRESENCIA DE FTALONITRILO. LA PUREZA DE ESTE PRODUCTO ES 96.9% DE ACUERDO AL PUNTO DE FUSIÓN REPORTADO EN LA LITERATURA.

AL HACER REACCIONAR LA FTALIMIDA EN PRESENCIA DE UREA SE OBTUVO EL FTALONITRILO EN FORMA IMPURA POR ELLO NO ES CON--

FIABLE EL DATO SOBRE EL RENDIMIENTO. ÉSTO SE PUEDE CORROBORAR POR EL RANGO DEL PUNTO DE FUSIÓN.

LA REACCIÓN DE HIDRÓLISIS DE LA FTALIMIDA EN MEDIO BÁSICO PRODUCE CON UN ESCASO RENDIMIENTO DEL 24.95% EL ÁCIDO FTALIMÍDICO, QUE PRESENTA UNA PUREZA DE 97.9% DE ACUERDO A SU PUNTO DE FUSIÓN. ÉSTO OCURRE CUANDO SE UTILIZA EL HIDRÓXIDO DE POTASIO COMO BASE, SIN EMBARGO CUANDO SE USA HIDRÓXIDO DE AMONIO EL RENDIMIENTO DISMINUYE SUSTANCIALMENTE (2.61%).

LA OBTENCIÓN DEL ANHIDRIDO TETRAIODO FTÁLICO MEDIANTE LA REACCIÓN DE HALOGENACIÓN DEL ANHIDRIDO FTÁLICO CON IODO EN PRESENCIA DE ÁCIDO SULFÚRICO FUMANTE PRESENTÓ UN RENDIMIENTO GLOBAL DEL 57.42%.

LA OBTENCIÓN DE FTALIDA PARTIENDO DE FTALIMIDA, NaOH Y -- Zn-Cu DIÓ UN RENDIMIENTO DEL 21.64% Y CON UNA PUREZA DE 97.22% DE ACUERDO AL PUNTO DE FUSIÓN Y CARACTERÍSTICAS DE SOLUBILIDAD.

CON BUEN RENDIMIENTO (76.90%) SE OBTUVO EL CLORURO DE FTALOÍLO SIMÉTRICO A PARTIR DE ANHIDRIDO FTÁLICO Y PENTAFLORURO DE FÓSFORO.

## 6.- BIBLIOGRAFIA

## 6.- BIBLIOGRAFÍA

- 1.- GIRAL F., C.A. ROJAHN, PRODUCTOS QUÍMICOS Y DERIVADOS TOMO II PAGS. 1161-1164, EDITORIAL ATLANTE(1956)
- 2.- LAURENT, REVIEW OF SCIENCE 14,560(1836)
- 3.- E. SAPPER, A LA BADISCHE ANILIN UND SODA FABRIK, PATENTE ALEMANA, 91,202(1896)
- 4.- MAREK E. HAHN, CATALYTIC OXIDATION OF ORGANIC COMPOUNDS IN THE VAPOR PHASE, RENHOLD PUBLISHING CORP. N.Y.(1932).
- 5.- CONOVER AND GIBBS, U.S. PATENT 1,285,117(1918)
- 6.- WHAL A., I.G. FARBENINDUSTRIE, U.S. PATENT 1,971,188(1934).
- 7.- TESIS: FLAVIO PÉREZGASGA TOVAR, LA OXIDACIÓN CATALÍTICA DEL -- NAFTALENO EN LA FASE VAPOR, F.Q. UNAM(1949).
- 8.- GIMAN, ORGANIC CHEMISTRY, VOL I, JOHN WILEY & SONS, N.Y. (1943)
- 9.- J.R. BARCELÓ, DICCIONARIO TERMINOLÓGICO DE QUÍMICA, P.357, ED. ALHAMBRA(1958)
- 10.- PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA, REICHEL L. Y ORTHNER L. ED. LABOR S.A. BARCELONA, MADRID, PAG. 189(1934)
- 11.- BEILSTEINS, HANDBOOK OF ORGANIC CHEMISTRY, ACIDOS ISOCÍCLICOS MONO Y POLICARBONADOS, ED. VON JULIUS SPINGER, TOMO IX; SISTEMA - 891-1050, 4ª EDICIÓN(1959)
- 12.- HEILBRON, DICTIONARY OF ORGANIC COMPOUNDS, OXFORD UNIVERSITY PRESS.(1953)
- 13.- MERCK INDEX, MERCK & Co. INC., NINTH EDITION(1976)
- 14.- HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS, CRC EDIT. 61 ST EDITION(1981)
- 15.- BRAUN AND TCHERNIAC, BER. 1,40,2709(1907)
- 16.- DIESBACH AND VAN DER WEID, HELV. CHIM. ACTA 10,886(1927)
- 17.- BRITISH PATENT 169,322(1929)
- 18.- BARNETT, DENT AND LINSTED, J. CHEM. SOC.1719(1936)
- 19.- LINSTED, J.CHEM. SOC.1016(1934)
- 20.- DENT AND LINSTED, J. CHEM. SOC.1027(1934)

- 21.- DAHLEN, IND. ENG. CHEM. 31,839(1939)
- 22.- DENT, LINSTAD AND LOWE. J. CHEM. SOC.1033(1934)
- 23.- LINSTAD AND LOWE. J. CHEM. SOC.1031(1934)
- 24.- ROBERTSON,LINSTAD AND DENT,NATURE,135,506(1935)
- 25.- ROBERTSON, J. CHEM. SOC. 615(1935)
- 26.- ROBERTSON AND WOODWARD. J. CHEM SOC. 219(1937)
- 27.- FRENCH PATENT 1,023,765(1953)
- 28.- LINSTAD AND ROBERTSON, J. CHEM. SOC. 1736(1936)
- 29.- BARNETT,FRYE AND LINSTAD, J. CHEM. SOC.1157(1938)
- 30.- LINSTAD, BER, 72A,93(1939)
- 31.- SANDER, DIE CHEMIE, 55,255(1942)
- 32.- MORLEY, J. RUBBER RESEARCH,16,31(1947)
- 33.- I.G. FARBENINDUSTRIE,BIOS 960,P38(PB65657)
- 34.- BRADBROOK AND LINSTAD, J. CHEM. SOC. 1744(1936)
- 35.- EBERT AND GOTTLIEB, J. AM. CHEM. SOC. 74,2806(1952)
- 36.- WISWALL, U.S. PATENT,2,486,351(1949)
- 37.- BRITISH PATENT 600,911(1948)
- 38.- ROBERTSON, J. CHEM. SOC.1195(1936)
- 39.- ROBERTSON AND WOODWARD. J. CHEM. SOC.219(1937)
- 40.- LINSTAD AND LOWE. J. CHEM. SOC. 1022(1934)
- 41.- I.G. FARBENINDUSTRIE,BIOS 960,P40.(PB65657)
- 42.- I.G. FARBENINDUSTRIE,FIAT 1313 VOL III,P278(PB85172)
- 43.- LINSTAD AND DENT. U.S. PATENT 2,129,013(1938)
- 44.- KING, FOOTE AND FELCH. U.S. PATENT 2,318,783(1943)
- 45.- LACEY. U.S. PATENT 2,318,787(1943)
- 46.-I.G. FARBENINDUSTRIE,BIOS 960,P47(PB65657)
- 47.- RILEY. U.S. PATENT 2,214,477(1940)
- 48.- WYLER. U.S. PATENT 2,197,458(1940)
- 49.- I.G. FARBENINDUSTRIE, FIAT 1313 VOL III,P276(PB85172)

- 50.- O'NEAL. U.S. PATENT 2,410,301(1946)
- 51.- WYLER. U.S. PATENT 2,216,761(1940)
- 52.- WYLER. U.S. PATENT 2,216,867(1940)
- 53.- BRITISH PATENT 506,029(1939)
- 54.- I.G. FARBENINDUSTRIE,FIAT 1309,p8-9(PB85144)
- 55.- LINSTEAD AND DENT. U.S. PATENT 2,056,944(1936)
- 56.- LINSTEAD AND DENT. U.S. PATENT 2,124,742(1938)
- 57.- LUIS SÁNCHEZ REYES RETANA,PIGMENTOS Y OXIDOS S.A., ESTUDIO SOBRE FTALOCIANINAS(1970)
- 58.- INGENIERIA QUÍMICA E INDUSTRIAL, ED. COSMOS. PREPARACIÓN DE FTA-  
LOCIANINAS EXENTAS DE METAL. p845-849,JULIO(1939)
- 59.- GILMAN BLATT,ORGANIC SYNTHESIS,VOL I,PAG. 457(1956)
- 60.- I.G. FARBENINDUSTRIE, BIOS 560,p38(PB65657)
- 61.- I.G. FARBENINDUSTRIE,FIAT 1313,VOL III P292(PB85 172)
- 62.- HEILBRON, IRVING AND LINSTEAD, U.S. PATENT 2,116,602(1938)
- 63.- I.G. FARBENINDUSTRIE BIOS 960 p48(PB65657)
- 64.- DAVID A. SHIRLEY. PREPARATION OF ORGANIC INTERMEDIATES, JOHN --  
WILEY & SONS, p262(1954)
- 65.- BLATT, ORGANIC SYNTHESIS COLLECTIVE VOL II, JOHN WILEY & SONS -  
p526-527(1956)
- 66.- FIESER AND FIESER, ORGANIC CHEMISTRY, D.C. HEATH AND COMPANY -  
PAG. 671-672.(1944)
- 67.- ORGANIC SYNTHESIS. R.L. SHRINER EDITOR,VOL 27,p79-80(1947)
- 68.- BLATT, ORGANIC SYNTHESIS COLLECTIVE VOL II, JOHN WILEY & SONS -  
p528-529(1956)
- 69.- PAINT MANUF. 2.173(1932); PAINT COLOUR, VARNISH 5.232(1932)  
E.F. NURSE. PAPER AND PRINT 12(1)38(1939); REV. PAINT COLOUR, -  
VARNISH 12.180(1939)
- 70.- BLATT, ORGANIC SYNTHESIS COLLECTIVE, VOL II, JOHN WILEY & SONS-  
p529-530(1956)

- 71.- CHEMICAL ABSTRACTS, 37,6146,H.T. LACY. PATENTE DE LA AMERICAN CYANAMID Co. 2,318,787,11 DE MAYO(1943)
- 72.- CHEMICAL ABSTRACTS, 51,4022.(1957), J.W. EASTES. PATENTE DE LA AMERICAN CYANAMID Co. 2,770,629,13 DE NOVIEMBRE(1956)
- 73.- CHEMICAL ABSTRACTS 48,19. PATENTE DE LA DU PONT DE NEMOURS,15 DE JUNIO(1954)
- 74.- CHEMICAL ABSTRACTS 48,8,p4849(1954), CHARLES J. PEDERSEN(TO E.I. DU PONT DE NEMOURS AND Co.) U.S. PATENT. 2,662,895,896,15 DE DICIEMBRE(1953)
- 75.- ROBERT A. BROOKS( TO E.I. DU PONT DE NEMOURS & Co.) U.S. PATENT 2,681,348,15 DE JUNIO(1957)
- 76.- CHEMICAL ABSTRACTS 48,19 p11803-11804,10 DE OCTUBRE(1954).PATENTE DE CIBA LTD. BRIT 708,040,28 DE ABRIL(1954)
- 77.- CHEMICAL ABSTRACTS 41,1853(1947). F.S. PALMER( TO E.I. DU PONT DE NEMOURS & Co.) U.S. PATENT 2,413,191. 24 DE DICIEMBRE(1946)
- 78.- CHEMICAL ABSTRACTS 44,21,10336,10 DE NOVIEMBRE(1950)