

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**  
**FACULTAD DE QUIMICA**



**"SINTESIS DEL ACIDO TARTARICO"**



**DEPTO. DE PA ANTES Y  
EXAMENES PROFICIONALES  
FAC. DE QUIMICA**

**T E S I S**

**NOMBRE DEL SUSTENTANTE**

**PEDRO ERNESTO RODRIGUEZ RAMIREZ**

**CARRERA: QUIMICO**

**MEXICO, D. F.**

**1981**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

## CONTENIDO

| CAPITULO                                 | PAGINA    |
|--|-----------|
| <b>I.- INTRODUCCION</b>                  |           |
| 1.1 Objetivos .....                      | 1         |
| <b>..II.- GENERALIDADES</b>              |           |
| 2.1 Historia .....                       | 2         |
| 2.2 Propiedades Físicas y Químicas ..... | 4         |
| 2.3 Métodos de Obtención .....           | 8         |
| 2.4 Usos .....                           | 11        |
| <b>III.- PARTE EXPERIMENTAL</b>          |           |
| 3.1 Materias Primas .....                | 15        |
| 3.2 Equipo .....                         | 16        |
| 3.3 Síntesis .....                       | 17        |
| 3.4 Análisis .....                       | 18        |
| 3.5 Discusión .....                      | 24        |
| <b>IV.- CONCLUSIONES .....</b>           | <b>28</b> |
| <b>BIBLIOGRAFIA .....</b>                | <b>30</b> |

## CAPITULO I

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

## 1.1 Objetivos:

El objetivo del presente trabajo, fué la realización de un estudio sobre la Síntesis del Acido Tartárico, con el proposito de encontrar aquella que reuniera - las mejores condiciones, como son: materias primas accesibles en nuestro país y de un menor costo posible, una ruta corta; es decir que su síntesis fuera realizable en un -- máximo de cinco etapas y un buen rendimiento.

También como una de las bases importantes para la realización del presente trabajo, fué la idea de llegar a proponer un proceso de manufactura, económicamente - rentable para nuestro país; ya que actualmente todo el Acido Tartárico y sus sales que son consumidas en la República Mexicana, son de importación.

Otro de los objetivos en este trabajo, fué - el de utilizar la Espectroscopia de U.V.; para la cuantificación del producto obtenido en cada proceso ó experimento.

Los objetivos antes mencionados, se justifican en base a la importancia que industrialmente representa la obtención del Acido Tartárico, ya que como subproducto de la industria vinícola resulta insuficiente, para la demanda que causan otras industrias como son: Galvanoplastia, Fotografía, Alimentos, Vidrio, Textil y Farmacéutica.

## CAPITULO II

## GENERALIDADES

## 2.1 Historia:

El Acido Tartárico, aislado primeramente por Scheele en 1768, a partir de los residuos de las fermentaciones del jugo de uva en la fabricación del vino; es uno de los ácidos orgánicos de origen vegetal, que ha ido incrementando su importancia y demanda en la industria.

En la antigüedad las primeras materias primas de la industria del Acido Tartárico, pueden resumirse en los nombres "Levadura de vino", "Cremor en bruto" y Tartrato de cal"; obtenidos por desecación ó libres cristalizaciones de los residuos de la elaboración del vino. Obteniéndose de estas materias además del Acido Tartárico, - el Cremor tartaro y algunos otros tartratos como la sal de Seignette, Tartrato potásico neutro, Tartrato emético y -- Cremor ferroso.

Dentro de los procesos más generales empleados en la antigüedad (1) para la obtención del Acido Tartárico y sus derivados; se pueden mencionar cinco:

-Procedimiento de Decantación.- siendo el más antiguo, esta basado en la extracción del material, ya sea en frío o en caliente con ácido clorhídrico, teniendo como problema principal la producción de una gran cantidad de líquidos en el final del proceso. Cuando la extracción se verifica en frío, trabajando de una manera adecuada, se obtiene un tartrato de calcio muy puro.

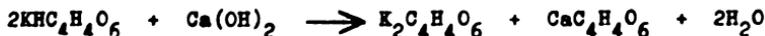
Los líquidos ácidos remanidos se neutralizan

con lechada de cal; en este procedimiento no es posible el empleo de los filtros prensa, a causa de la mala filtrabilidad del material fangoso, para esto es mejor decantar el sobrenadante y hacer varias lavadas.

-Procedimiento a presión elevada de Dietrich  
.- éste método consiste en calentar en un autoclave o caldera, el sedimento a tratar, para luego acidificarlo con ácido clorhídrico y solubilizar todos los tartratos, filtrándolos y neutralizándolos con lechada de cal; obteniéndose lodos que son tratados como en el procedimiento anterior.

-Procedimiento de Torrefacción.- se calientan a unos 150° las heces molidas en un cilindro rotatorio rodeado por los gases de una hoguera, con lo cual se obtiene una buena filtrabilidad. Este procedimiento sólo ha sido puesto en práctica en algunas explotaciones, y ha sido abandonado a causa de sus muchos inconvenientes.

-Procedimiento neutro de Rasch.- en este procedimiento se emplea solamente sedimentos finamente molidos, los cuales deben esterilizarse primeramente, ya que a causa de la duración del proceso, las bacterias entran en actividad y descomponen el tartrato de calcio. El procedimiento consiste en neutralizar los sedimentos con lechada de cal, añadiendo al mismo tiempo Cloruro de Calcio, hasta que de él exista claramente un exceso. Todo el Acido Tartárico de los sedimentos se transforma en Tartrato de Calcio:





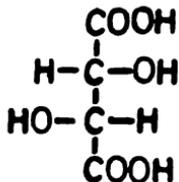
Los sedimentos ya molidos y esterilizados se disuelven en agua fría, en cubas de madera provistas de agitador y se neutralizan como anteriormente se mencionó; - la temperatura debe mantenerse a unos 20-25° durante 15hr. para luego decantar. La esterilización y la decantación y en parte también la mala filtración, ocasionan grandes - pérdidas que hacen este procedimiento poco aceptable.

-Procedimiento Kownatzki.- éste procedimiento es semejante al proceso Dietrich, empleando material molido groseramente y una mayor presión en la caldera, dando mejores resultados que los métodos anteriores.

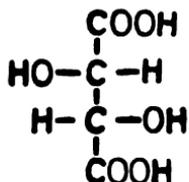
## 2.2 Propiedades Físicas y Químicas:

Debido a su estructura molecular, encontramos 3 isómeros del Acido Tartárico y una cuarta forma que en realidad es una mezcla entre dos de los isómeros anteriores.

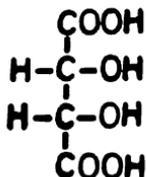
Los isómeros son los Acidos dextro, levo y meso Tartárico; la cuarta forma es una mezcla entre el ácido dextro y el ácido levo (2).



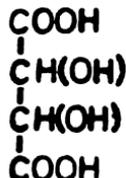
d-TARTARICO



l-TARTARICO

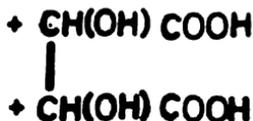


d-TARTÁRICO



meso-TARTÁRICO

La serie de los Ácidos Tartáricos constituye el ejemplo clásico de compuestos con dos carbonos asimétricos iguales:



En sus brillantes y espectaculares investigaciones, Pasteur (3) había establecido que el ácido racémico inactivo se puede desdoblarse en las formas d y l, por consiguiente semejante ácido no es otra cosa que el Ácido dl-Tartárico.

También, Pasteur descubrió otro isómero inactivo, el ácido llamado meso-Tartárico, representante típico de un grupo de sustancias que se denominan generalmente modificaciones meso.

El Ácido Tartárico desempeñó un papel importante en el desarrollo de la estereoquímica, con los trabajos de Louis Pasteur, Biot, Herschel, Mitscherlich y Berzelius.

En la tabla I se recogen algunas de las propiedades de los Acidos Tartáricos; las dos formas activas y las dos formas inactivas.

El Acido (+)-Tartárico se encuentra en la naturaleza en numerosas plantas y frutas; una de las fuentes comerciales de obtención es a partir de los residuos de la industria vinícola.

El Acido (-)-Tartárico ha sido encontrado en algunas frutas y levaduras de *Bauhinia Reticulata*, árbol nativo de Mali (oeste de Africa), igual que el Acido (+)-Tartárico éste se presenta en forma de cristales monoclinicos anhidros.

El racemato no es un producto primario de las plantas, pero es rápidamente formado a partir del Acido (+)-Tartárico por calentamiento con ácidos ó alcalis fuertes, ó por prolongados calentamientos; cristalizando como hidrato ( $C_4H_6O_6$ ) $\cdot$ 2H<sub>2</sub>O, en prismas triclinicos.

El Acido meso-Tartárico no se encuentra en la naturaleza; se obtiene a partir de los otros isómeros por prolongados calentamientos con alcalí caustico, el ácido libre cristaliza como un monohidrato ( $C_4H_6O_6 \cdot H_2O$ ), en prismas monoclinicos.

Si el Acido Tartárico es calentado arriba de su punto de fusión, se forma el anhídrido amorfo y al disolverlo en agua se regenerará el ácido; si se calienta habra también formación de ácido piruvico  $CH_3COCOOH$ , y ácido pirotartárico  $HOOCCH_2CH(CH_3)COOH$ ; con peróxido de hidrógeno, en presencia de sales ferrosas forma el ácido dihidroxymaleico  $HOCCOH=COHCOOH$ ; mediante una nitración se

TABLA I

|  | I S O M E R O S      |                      |                     |                      |
|--|----------------------|----------------------|---------------------|----------------------|
|  | d-                   | l-                   | dl-                 | meso-                |
| Forma Alotropica                               | Prismas Monoclinicos | Prismas Monoclinicos | Prismas Triclinicos | Placas Rectangulares |
| Densidad                                       | 1.7598               | 1.7598               | 1.697               | 1.737                |
| Punto de Fusión °C                             | 168-170              | 168-170              | 206                 | 140                  |
| Rotación Específica en H <sub>2</sub> O al 20% | + 12.0°<br>25°C      | - 12.0°<br>25°C      | --                  | --                   |
| Constante de Disociación                       | 2.93                 | 2.93                 | 2.96                | 3.11                 |
| Máxima Solubilidad en H <sub>2</sub> O a 20°C  | 139g/100 ml.         | 139g/100 ml.         | 20.6g/100 ml.       | 125g/100 ml.         |

obtendra el dinitro ester, el cual al ser hidrolizado producira Acido Dihidroxytartárico  $\text{HOOC}(\text{OH})_2\text{C}(\text{OH})_2\text{COOH}$ .

Con cloruro de acetilo y anhídrido acético - forma Anhídrido Diacetiltartárico  $\text{OC}(\text{CH}(\text{OOCCH}_3))_2\text{CO}$ , que es rápidamente hidrolizable a Acido Diacetiltartárico; reduciendo el Acido Tartárico en dos pasos, empleando ácido iodhídrico concentrado se obtiene el Acido Malico  $\text{HOOCCHOHCH}_2\text{COOH}$ , las soluciones de plata amoniacal son reducidas con el Acido Tartárico formandose un espejo de plata.

Los esteres neutros de los alcoholes alifáticos bajos que son formados por los métodos usuales de esterificación, son líquidos ó sólidos de bajo punto de fusión los cuales se muestran en la tabla II.

### 2.3 Métodos de Obtención:

Las principales fuentes de obtención del Acido Tartárico y de los Tartratos, son subproductos de la industria del vino llamados Argoles; al crecer la variedad de usos del Acido Tartárico y por consecuencia su demanda, hubo la necesidad de crear métodos sintéticos para su elaboración, entre los cuales podemos encontrar los siguientes métodos de síntesis:

**Fermentación.-** La producción de Acido (+)-Tartárico por fermentación bacteriana de la glucosa es descrito por Kamlet (4). También éste isómero es obtenido mediante la fermentación del ácido 5-ceto-D-Gluconico, mediante el proceso de Lockwood y Nelson (5).

**Oxidación del Acido 5-Ceto-D-Gluconico.-** El

TABLA II

| ESTER         | Punto de Fusión °C | Punto de Eb. °C | Peso Específico | Rotación Específica |
|---------------|--------------------|-----------------|-----------------|---------------------|
| Metílico      | 48                 | 165-166         | 1.2903          | +6.15               |
| Etilico       | 17                 | 155-156         | 1.2112          | +7.48               |
| n-Propílico   | Líquido            | 174             | 1.1361          | +11.7               |
| iso-Propílico | Líquido            | 157-158         | 1.1274          | +15.7               |
| n-Butílico    | 22                 | 186             | 1.0886          | +10.3               |
| iso-Butílico  | 70                 | 195             | 1.0213          | +19.9               |

compuesto inicial de este proceso, es el ácido Gluconico ó la Glucono- $\delta$ -Lactona y ultimamente la Glucosa; los cuales son puestos a fermentar para obtener el ácido 5-ceto-D-Gluconico; mediante el método de Pasternak y Brown (6), es -- obtenido el Acido (+)-Tartárico empleando una oxidación -- con oxígeno gaseoso y pentóxido de vanadio como cataliza-- dor. Barthe (7) experimentó utilizando ácido nítrico --- como agente oxidante y sales de vanadio como catalizador; obteniendo Acido (+)-Tartárico y pequeñas cantidades de -- otros isómeros.

**Oxidación de Carbohidratos.-** En este método el ácido nítrico es el agente oxidante, y ha sido aplicado a una buena cantidad de carbohidratos, principalmente a la glucosa (8-12). El principal problema de estos procesos de oxidación es el elevado costo de separación del Acido - Tartárico y los restos de reactivos y subproductos forma-- dos.

**Oxidación de Acidos Fumarico y Maleico.-** Este proceso de oxidación da como producto principal Acido - dl- ó meso-Tartárico y fué descrito por Terry y Milas (13) en 1925; Braun (14) aplico también estos métodos de oxidación al ácido fumarico mediante cloratos. Church y Blumberg (15), experimentaron con el ácido maleico, empleando peróxido de hidrógeno como agente oxidante y ácido tungsti-- co como catalizador, obteniendo buena calidad en su produ-- to; siendo éste uno de los mejores métodos de obtención.

Tanatar (16) en 1880 fué el primero en hacer investigaci-- ones sobre la oxidación de los Acidos Fumarico y Maleico, - con soluciones diluidas de permanganato en medio alcalino; pero en realidad Kekulé y Anschutz (17-18) fueron los primeros en mostrar que dicha oxidación del ácido fumarico --  
 da lugar al Acido dl-Tartárico y el Acido meso-Tartárico si -

Later Lossen (19) reportó que la adición de ácido hipocloroso al ácido fumarico ó maleico, producía solamente el ácido monocloromalico.

Trabajando con soluciones de peróxido de hidrogeno en t-butanol y tetróxido de osmio como catalizador, Miñas y Sussman (20) hidroxilaron el ácido maleico, obteniendo 30.3% de Acido meso-Tartárico y 48.3% del Racemato partiendo del ácido fumarico; bajo similares condiciones, obtuvieron el dietilmeso-Tartrato, a partir del dietilmaleato, con un rendimiento del 41% y el dietilracemato en un 58% partiendo del dietilfumarato como materia prima (21-22-23).

Una adición fotoquímica con peróxido de hidrogeno al ácido maleico, empleando luz ultravioleta, fué investigada por Miñas, Kurz y Anslow (24), obteniendo un 9% de rendimiento del Acido meso-Tartárico.

Nicolas Makay (25) desarrolló un proceso para la obtención de Acido Tartárico, basado en la oxidación de carbohidratos, empleando ácido nítrico como agente oxidante y pentóxido de vanadio como catalizador; en dicho proceso se obtiene como subproducto ácido oxálico, el cual es removido de la mezcla de reacción enfriando a 0°C, precipitando en forma de finos cristales; mientras que en las aguas madres queda en solución el Acido Tartárico, al cual se le agrega ácido nítrico para así enfriarlo a -10°C y lograr su precipitación; procediendo luego a filtrarlo, siendo lavados los cristales de Acido Tartárico con hexano obteniendolos de muy buena calidad.

#### 2.4 Usos:

El Acido Tartárico como tal, es usado Princi

palmente como agente acidulante en bebidas carbonatadas - incluyendo las bebidas en polvo.

Recientemente ha sido substituído como agente acidulante por el ácido cítrico, debido a su relativo - bajo costo, además de obtenerse con resultados satisfactorios.

Otro de los usos del Acido Tartárico, es en la elaboración de jaleas de frutas y gelatinas; en la Industria dulcera, se emplea en la fabricación de dulces macizos debido a que su punto de fusión alto le permite fundirse con el azúcar, con lo cual el producto adquiere una menor fragilidad.

Su alto grado de acidez le permite ser empleado en la elaboración de golosinas agridulces.

El Acido Tartárico es empleado en la Industria Textil como mordiente en el teñido de las fibras; también es utilizado en cierto tipo de trabajos fotográficos en el revelado e impresión.

Algunas sales de fierro son sensibles a la luz, por lo cual es empleado en impresiones azuladas.

La habilidad para acomplejarse del Acido Tartárico y algunas de sus sales, le ha permitido ser usado - en la limpieza y terminado de metales, en forma de pastas, polvos de limpieza y en las formulaciones de los baños de pulido electrolítico, para cobre y sus aleaciones, aluminio y metales ferrosos.

En recientes investigaciones se ha encontra-

do que el Acido Tartárico funciona como agente polimerizante en la polimerización del metacrilato de metilo (26-27).

Otro campo amplio, en la aplicación industrial del Acido Tartárico es en forma de sus sales, entre las cuales se pueden mencionar las siguientes:

El Tartrato de Sodio y Potasio, comunmente llamado Sal de Rochelle  $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$  es empleado como componente en depositos electrolíticos de algunos metales o aleaciones, por ejemplo: oro, plata, cobre, zinc, estaño plomo, fierro o molibdeno.

Existen reportes sobre el uso de tartratos - en baños noelectrolíticos para depositación de metales (28) y en fosfatizaciones de metales ferrosos (29).

Un uso muy general de esta sal es en la fabricación de espejos; en el campo de la Medicina, esta sal es usada como catartico salino ligero y como ingrediente principal en polvos efervescentes para el mismo fin; en la Industria Alimenticia, se emplea como agente emulsionante en la elaboración del queso.

En el laboratorio es un ingrediente de la solución de Fehling, para la determinación de reducciones de substancias, especialmente azucares (30-31).

El Tartrato Acido de Potasio ó también llamado Cremor Tartaro, se utiliza en los polvos de hornear, debido a su limitada solubilidad en frío, ya que inhibe la reacción con el bicarbonato hasta una cierta temperatura - en el horneado, por lo cual se obtiene una mayor cantidad de bióxido de carbono en el tiempo óptimo.

El cremor tartaro en forma de pasta, es un - excelente limpiador del bronce. Al igual que la sal de - Rochelle, se utiliza en cierto tipo de formulaciones para el estañado electrolítico del fierro y acero, en el dorado y plateado de varios metales y en algunos procesos de col ración metálica.

Empleando soluciones al 5% de cremor tartaro para enjuagar las piezas metálicas, una vez que se lavaron con agua para ser electrodepositadas; con esto se logra evitar la prematura formación de óxidos en dichas piezas, - con lo cual se logra un mejor acabado.

Otra de las sales del ácido tartárico de importancia, es el Tartrato de Potasio y Antimonio -----  $K(SbOH)_2C_4H_4O_6 \cdot H_2O$ , comunmente llamado Tartrato Emetico, - que es usado en Medicina en pequeñas dosis como espectoran te, en forma de jarabes y en dosis mayores como emetico.

La incorporación del tartrato emetico en las formulaciones del cloruro de polivinilo inhibe ó retarda - el proceso de decoloración de las piezas ya terminadas.

También se puede mencionar dentro de las sales más importantes, al Tartrato de Calcio  $CaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$  - que es el intermediario más usual en la producción comercial de ácido tartárico.

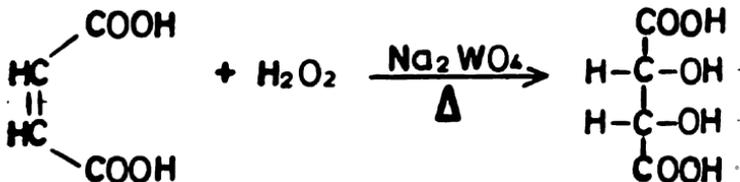
## CAPITULO III

## P A R T E E X P E R I M E N T A L

Basicamente este trabajo consistió en la bus queda experimental de las proporciones equimoleculares, -- condiciones de reacción y los pasos sucesivos, para llegar a obtener un buen rendimiento de Acido Tartárico; todo esto fué realizando una serie de experimentos, mediante los cuales se iban haciendo comparaciones de los resultados obtenidos en cada caso, para ir eliminando aquellos que por sus proporciones equimoleculares o condiciones de reacción no produjeran resultados satisfactorios, ademas en cada -- experimento realizado se iba conociendo cada vez mejor el comportamiento de las reacciones que tomaron parte en la -- síntesis.

## 3.1 Materias Primas:

La presente síntesis estuvo basada en la --- hidroxilación del Acido Maleico, empleando como agente oxi dante al Peróxido de Hidrogeno y como catalizador Wolframo to de Sodio.



El Acido Maleico se obtuvo a partir del Anhídrido Maleico, que había sido recristalizado previamente de Cloroformo para su purificación; una vez obtenido el -- Acido Maleico al disolver el Anhídrido Maleico en agua, se procedió a la determinación de su punto de fusión para verificar su pureza, obteniéndose un punto de fusión de 130° C, el cual fué satisfactorio ya que el punto de fusión reportado es de 130-131°C (35).

El Peróxido de Hidrogeno únicamente fué sometido a análisis de concentración, por el método de Iodometría (32).

Este método esta basado en la titulación del Iodo con Tiosulfato de Sodio; debido a la reacción entre - el Peróxido de Hidrogeno y el Ioduro de Potasio en solución ácida.

El resultado del análisis efectuado al Peróxido de Hidrogeno, fué de una concentración de 47% en peso.

El Wolframato de Sodio, no fué sometido a -- ningun análisis de pureza.

Una vez que se dispuso de los datos anteriores se prosiguió a efectuar los diferentes experimentos, - mencionandose los que resultaron más importantes.

### 3.2 Equipo:

En todos los experimentos se utilizó el mismo tipo de equipo, el cual consistia de lo siguiente:

- Un matraz bola de 250 ml. de tres bocas, con juntas esmeriladas 24/40.
- Un refrigerante para agua de 60 cm. de largo, con juntas esmeriladas 24/40.
- Un embudo de adición de 125 ml. con junta esmerilada -- 24/40.
- Un termómetro de  $-10^{\circ}$  a  $300^{\circ}\text{C}$ .
- Una canasta de calentamiento de 250 ml.
- Un sistema de agitación magnética.

### 3.3 Síntesis:

Los experimentos se llevaron a cabo empleando una solución acuosa al 50% de Acido Maleico y pequeñas cantidades de Wolframato de Sodio.

El Peróxido de Hidrogeno fué agregado a esta solución con agitación continua, manteniendo una cierta -- temperatura; los tiempos de reacción fueron determinados - en base a la nula presencia de Peróxido de Hidrogeno, en - el seno de la reacción, lo cual era detectado por la prueba de desprendimiento de Iodo (33).

Al termino de las reacciones, partes alícuotas de estas, eran sometidas a evaporación hasta sequedad, por aereación a temperatura ambiente.

Una vez que se disponía de muestras solidas de producto crudo, estas eran sometidas a un análisis cuantitativo para la determinación del % de Acido Tartárico, - por el método Goldenberg (34), el cual esta basado en la - conversión del Acido Tartárico a Bitartrato de Potasio y su subsecuente titulación con Hidróxido de Sodio ó Potasio.

En la Tabla III, se muestran las condiciones

de reacción y los rendimientos obtenidos, de los diferentes experimentos realizados.

### 3.4 Análisis:

Como se mencionó anteriormente, los resultados analíticos fueron obtenidos mediante el método Goldenberg, pero también se hizo una evaluación de los mismos -- empleando un análisis basado en la Absorción de Radiación Ultravioleta del Acido Maleico.

Las lecturas se realizaron en torno al Acido Maleico aprovechando el contenido de una doble ligadura en su estructura.

Primeramente se determino la curva estandar de absorción del Acido Maleico puro, para obtener la  $\lambda_{max}$  de absorción, la cual resulto ser de 209 nm. mostrándose en la Gráfica I.

Para estas determinaciones se empleo un Espectrofotometro PERKIN - ELMER Coleman-55; preparandose una solución de Acido Maleico, cuya concentración era de 15 - mg/l. utilizando una celda de 10 mm.

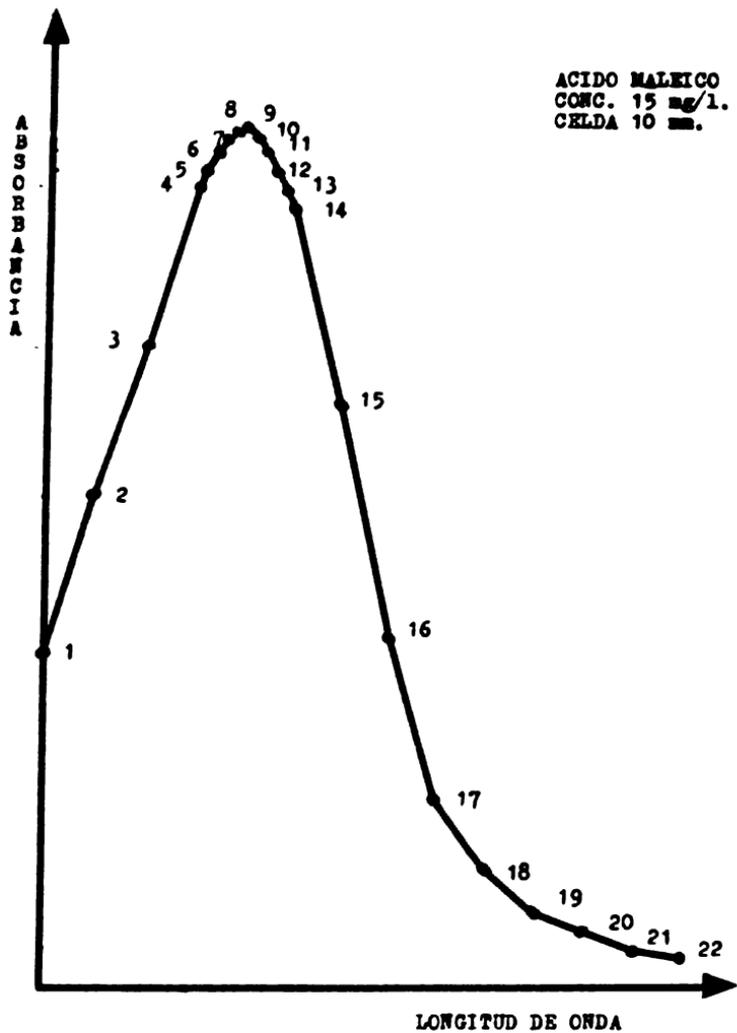
El segundo paso fué la construcción de la -- curva estandar de concentración, obteniendose las absorbancias a diferentes concentraciones, a una  $\lambda$  de 209 nm. esto se llevo a cabo preparando una serie de 10 soluciones, cuyas concentraciones fluctuaron entre 1 mg/l y 10 mg/l, estos datos se encuentran contenidos en la Gráfica II.

El tercer paso fué la preparación de las soluciones problema, las cuales se obtuvieron de la siguiente manera:

TABLA III

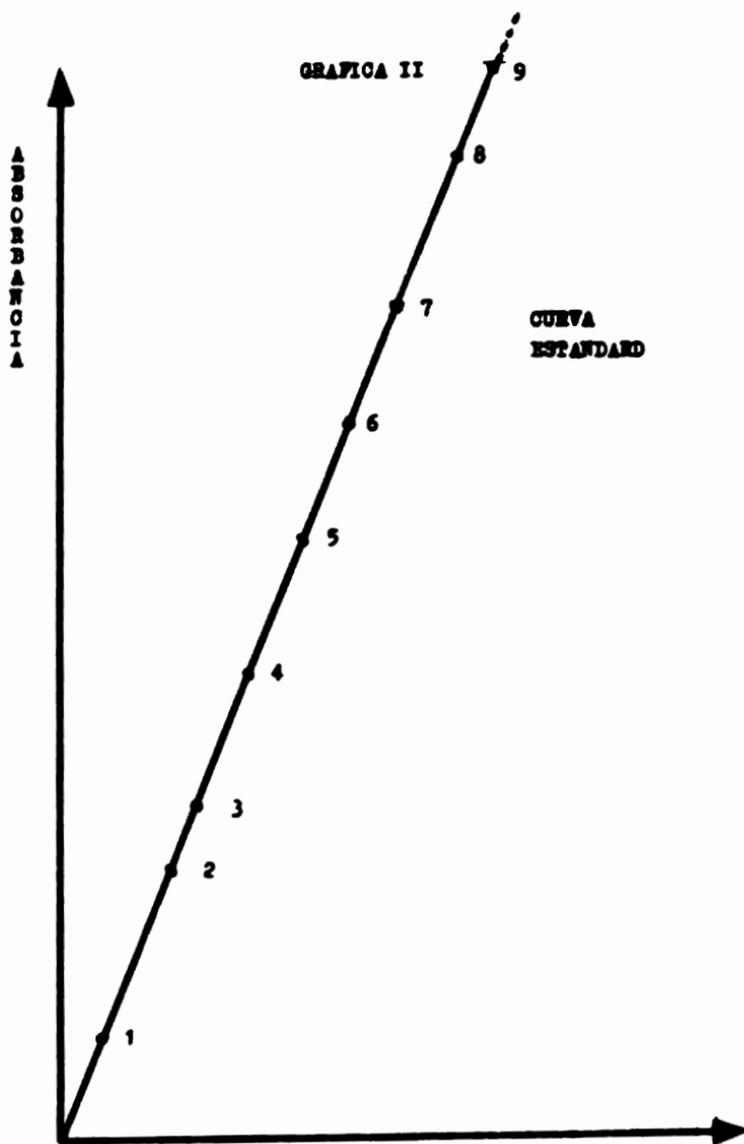
| CONDI-<br>CIONES                          | E X P E R I M E N T O S |      |      |      |      |      |      |      |
|---|-------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
|   | "A"                     | "B"  | "C"  | "D"  | "E"  | "F"  | "G"  | "H"  |
| MOLES DE<br>ACIDO<br>MALEICO              | 1.5                     | 1.5  | 1    | 1    | 1    | 1.5  | 1.5  | 1    |
| MOLES DE<br>H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> | 1                       | 1    | 1.5  | 1.5  | 1.5  | 1    | 1    | 1    |
| % DE CAT.<br>RESPECTO<br>AL ACIDO         | 0.2                     | 0.6  | 0.6  | 0.6  | 0.6  | 0.6  | 0.9  | 0.6  |
| TEMP. °C                                  | 68                      | 94   | 70   | 98   | 94   | 68   | 70   | 94   |
| TIEMPO<br>HRS.                            | 2                       | 2    | 14   | 2    | 14   | 2    | 2    | 2    |
| RENDI-<br>MIENTO %                        | 31.3                    | 53.0 | 77.4 | 42.6 | 49.0 | 84.0 | 83.1 | 27.2 |

GRAFICA I



## DATOS GRAFICA I

| Longitud de onda nm. | Lecturas | Absorbancia |
|----------------------|----------|-------------|
| 190                  | 1        | 0.698       |
| 195                  | 2        | 1.022       |
| 200                  | 3        | 1.356       |
| 205                  | 4        | 1.632       |
| 206                  | 5        | 1.686       |
| 207                  | 6        | 1.719       |
| 208                  | 7        | 1.739       |
| 209                  | 8        | 1.751       |
| 210                  | 9        | 1.766       |
| 211                  | 10       | 1.753       |
| 212                  | 11       | 1.726       |
| 213                  | 12       | 1.703       |
| 214                  | 13       | 1.667       |
| 215                  | 14       | 1.597       |
| 220                  | 15       | 1.199       |
| 225                  | 16       | 0.715       |
| 230                  | 17       | 0.397       |
| 235                  | 18       | 0.241       |
| 240                  | 19       | 0.168       |
| 245                  | 20       | 0.121       |
| 250                  | 21       | 0.084       |
| 255                  | 22       | 0.059       |



## DATOS GRAFICA II

| Muestra | % De Acido Maleico | Absorbancias |
|---------|--------------------|--------------|
| 1       | 10                 | 0.100        |
| 2       | 20                 | 0.274        |
| 3       | 30                 | 0.335        |
| 4       | 40                 | 0.468        |
| 5       | 50                 | 0.603        |
| 6       | 60                 | 0.712        |
| 7       | 70                 | 0.832        |
| 8       | 80                 | 0.988        |
| 9       | 90                 | 1.066        |
| 10      | 100                | 1.211        |

de las muestras de producto crudo de los experimentos realizados anteriormente, se pesaron 500 mg. y luego estos -- fueron aforados a 1 l. despues se tomaron partes alicuotas de 10 ml., para ser aforadas nuevamente a 250 ml., por último de esta solución se tomaron otros 25 ml. y se aforaron a 50 ml. obteniendose soluciones con una concentración máxima de 10 mg/l. de producto crudo.

Inmediatamente despues de obtener la curva - estandar de concentración, fueron determinadas las absor-- bancias de las muestras problema; estos resultados se indi-- can en la Tabla IV.

### 3.5 Discusión:

Como se podra observar, el conocimiento de la existencia del Acido Tartárico, es de bastante antigüedad, reportándose métodos de obtención a partir de Argoles ó -- residuos de las fermentaciones en la elaboración del vino.

Sus propiedades físicas descritas en la Ta-- bla I, debido a su estructura molecular, presenta algunas diferencias entre un isómero y otro, lo cual proporciona una ligera ayuda para su identificación; por ejemplo: tene-- mos que es posible determinar el ácido dextro ó levotartá-- rico en base a su actividad óptica, de entre la mezcla ra-- cemica y el isómero meso, que son inactivos.

La mezcla racémica es posible diferenciarla de los isómeros, debido a que su punto de fusión es sufi-- cientemente diferente a estos, en tanto que el isómero me-- so, es diferenciado en base a su inactividad óptica y su - punto de fusión más bajo que la mezcla racemica.

TABLA IV

| EXP. | ABSORBANCIA | % DE MALICO | % DE TARTARICO |
|------|-------------|-------------|----------------|
| "A"  | 0.8326      | 68.7        | 31.3           |
| "B"  | 0.5696      | 47.0        | 53.0           |
| "C"  | 0.2739      | 22.6        | 77.4           |
| "D"  | 0.6956      | 57.4        | 42.6           |
| "E"  | 0.6181      | 51.0        | 49.0           |
| "F"  | 0.1939      | 16.0        | 84.0           |
| "G"  | 0.2048      | 16.9        | 83.1           |
| "H"  | 0.8823      | 72.8        | 27.2           |

Al analizar la Tabla III y percatarse de las condiciones de reacción a que fueron sometidos los experimentos ahí mencionados; se puede observar que existen tres parámetros principales que repercuten directamente en el rendimiento de la Síntesis del Acido Tartárico; uno de ellos es la relación molar entre los reactivos, ejemplo de ello es la comparación entre el experimento "C" y "F", que fueron llevados a cabo con la misma cantidad de catalizador y a la misma temperatura, pero diferente relación molar; lográndose en el experimento "F" un mejor rendimiento y un lapso de tiempo menor.

Otro de los parámetros observados fué, la temperatura de reacción, que como se verá en los experimentos "C" y "D", ésta influye al ser más elevada en el experimento "D", en el tiempo de reacción; disminuyendolo pero al mismo tiempo bajando el rendimiento.

El tercer parámetro de importancia esta contenido en el porcentaje de catalizador agregado, el cual influye en el rendimiento, al ser agregado desde 0 hasta 0.6%, ya que se observo que al añadir más de un 0.6% no producía cambios en el rendimiento final, ejemplo de ello son los resultados de las reacciones "A", "F" y "G".

Como apoyo de estas observaciones se encuentran las reacciones "B", "H" y "F"; la "B" por ejemplo se vió disminuida en su rendimiento, debido a que fué sometida a una alta temperatura; pero resultando con más bajo rendimiento la reacción "H", pues además de realizarse a una alta temperatura, su relación molar fué modificada en tanto que la reacción "F" fué realizada empleando las condiciones que resultaron mas optimas en cada experimento.

Dentro de los ensayos que se emplearon en este trabajo para detectar la presencia del Acido Tartárico, podemos mencionar la reacción de intenso color violeta que se produce al colocar unos pocos miligramos de Acido Tartárico, con 2 ml. de ácido sulfúrico conteniendo 0.5% de pyrogalol; un color similar es obtenido empleando resorcinol y ácido sulfúrico, calentando esto a 130°C

El empleo de la cromatografía en capa fina, fué utilizada unicamente para verificar la pureza del Acido Tartárico, ya que al encontrarse contaminado ó mezclado con ácido maleico, resultaba bastante complicado lograr su separación, pues el ácido maleico con un r.f. mayor que el del Acido Tartárico en una mezcla de elución compuesta por un 50% de alcohol metílico y un 50% de benceno, lo enmascaba y arrastraba, modificando con esto su r.f. en estado puro.

Los resultados fueron determinados como se mencionó anteriormente por dos métodos; el método Goldenberg y por métodos de U.V..

Estos métodos fueron evaluados previamente, utilizando muestras patrón de concentración conocida, resultando con menos margen de error y más rápidos, los realizados con el método de U.V. (error  $\pm$  0.1%), mientras que los realizados por el método Goldenberg eran más tardados y con un margen de error de  $\pm$  1.5%.

Una de las recomendaciones principales en la realización de las determinaciones por U.V. para obtener resultados satisfactorios; es preparar conjuntamente las series tipo para la curva estandar y la serie con las soluciones problema, para tener unas mismas condiciones ambientales y del aparato, en las lecturas.

## CAPITULO IV

## CONCLUSIONES

- La Síntesis del Acido tartárico presenta - una relevante importancia, debido a su gran demanda y a la relativa facilidad con que se obtienen sus sales; también con amplia demanda.

- La Síntesis del Acido Tartárico requiere - condiciones de reacción muy específicas para lograr un buen rendimiento.

- Las condiciones óptimas de reacción fueron las siguientes:

Relación Molar.- Acido Maleico: 1.5 moles  
Peróxido de Hidrogeno: 1 mol

Temperatura.- 68°C

Catalizador.- 0.6%

- El método de análisis basado en técnicas - de U.V. se puede considerar recomendable para la determinación del rendimiento del Acido Tartárico en síntesis de este tipo, donde no se obtienen determinado tipo de subproductos que pudieran influir en la Absorbancia del ácido maleico.

- Uno de los principales problemas que se -- presenta para su obtención es la purificación.

- Se obtuvieron resultados satisfactorios, -  
ya que todas las técnicas publicadas no exceden sus rendi-  
mientos más de un 48.3% y las patentes entre un 90 y 95% .

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

- 1.- P. Ullmann  
Enciclopedia de Química Industrial  
Pag. 161  
2nd Edición  
ED. Gustavo Gili, S.A.  
Barcelona (1952).
- 2.- L. F. Fieser y M. Fieser  
Química Orgánica  
Pag. 321  
2nd Edición  
ED. Grijalbo, S.A.  
México (1960).
- 3.- Igual que (2), pag. 303.
- 4.- U.S. Pat. 2,314,831 (March 24, 1943), J. Kamlet (to -  
Miles Laboratories).
- 5.- U.S. Pat. 2,559,650 (July 10, 1951), L.B. Lockwood and  
G.E.W. Nelson (to the United States of America, as re-  
presented by the Secretary of Agriculture).
- 6.- U.S. Pat. 2,197,021 (April 16, 1940), R. Pasternack --  
and E.V. Brown (to Ohas. Pfizer and Co.).
- 7.- U.S. Pat. 2,417,230 (March 11, 1947), W.E. Baroh (to -  
Standard Brands).
- 8.- U.S. Pat. 2,419,019 and 2,419,020 (April 15, 1947), R.  
A. Hales (to Atlas Powder Co.).

- 9.- U.S. Pat. 2,419,038 (April 15, 1947), M.T. Sanders --  
(to Atlas Powder Co.).
- 10.- U.S. Pat. 2,390,196 (July 10, 1945), S. Soltzberg (to  
Atlas Powder Co.).
- 11.- U.S. Pat. 2,247,230 (Sep. 30, 1941), W.E. Stokes and  
W.E. Borch (to Standard Brands).
- 12.- Polish Pat. 43,618 (Dec. 30, 1960), R. Bogozek.
- 13.- E. Terry and N.A. Milas, J. Am. Chem. Soc., 47, 1412,  
(1925).
- 14.- U.S. Pat. 2,000,213 (May. 7, 1935), G. Braun (to Stan-  
dard Brands).
- 15.- J.M. Church and R.I. Blumberg, Ind. Eng. Chem., 43, -  
1780, (1951).
- 16.- S. Tanatar, Ber., 12, 2293, (1879); 13, 1383, (1880).
- 17.- R. Anschutz, Ann., 226, 191, (1884).
- 18.- A. Kekulé, and Anschutz, Ber., 13, 2150, (1880).
- 19.- W. Lossen, Ann., 348, 273, (1906).
- 20.- N.A. Milas, and S. Sussman, J. Am. Chem. Soc., 58, -  
1302-4, (1936).
- 21.- N.A. Milas, J. Am. Chem. Soc., 59, 2342-4, 2345-7, -  
(1937).

- 22.- N.A. Milas, U.S. Pat. 2,402,566 (1946); 2,444,384 ( - 1947); 2,437,648 (1948).
- 23.- N.A. Milas, S. Sussman and H.S. Mason, J. Am. Chem. - Soc., 61, 1844-7, (1939).
- 24.- H.A. Milas, P.F. Kurs, and W.P. Jr. Anslow, J. Am. - Chem. Soc., 59, 543-4, (1937).
- 25.- U.S. Pat. 2,813,121 (Nov. 12, 1957), N. Makay.
- 26.- U.S. Pat. 3,306,883 (Feb. 28, 1967), A. Ravve and J.T. Khamis (to Continental Can Co.).
- 27.- B.C. Mitra, P. Ghosh, and S.R. Polit, Indian J. Appl. Chem. 29, 1 (1966).
- 28.- U.S. Pat. 2,827,398 and 2,827,399 (March 18, 1958), - P.H. Eisenberg (to Sylvania Electric Products, Inc.).
- 29.- U.S. Pat. 3,307,979 (March 7, 1967), W.B. Upham (to - Lubrizol Corp.).
- 30.- R.T. Morrison, and R.N. Boyd  
Organic Chemistry  
Pag. 1075  
3rd Edition  
ED. Allyn and Bacon, Inc.  
Boston (1975).
- 31.- L.F. Fieser y M. Fieser  
Química Orgánica  
Pags. 240, 425 y 437.  
ED. Gr ijalbo, S.A.  
México (1960).

- 32.- F. Orozco  
Análisis Químico Cuantitativo  
Pag. 357  
Octava Edición  
ED. Porrúa, S.A.  
México (1975).
- 33.- Igual que (32), pag. 357
- 34.- W.W. Scott  
Standard Methods of Chemical Analysis  
Pag. 2254, Vol. Two  
Fifth Edition  
ED. D. Van Nostrand Company, Inc.  
New York (1939).
- 35.- The Merck Index  
Pag. 5526  
Ninth Edition  
ED. Merck and Co. Inc.  
Rahway N.J. (1976).