

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

ESTERES SATURADOS DE TIODIGLICOL Y
PRODUCTOS DE OXIDACION

T E S I S
QUE PARA OBTENER
EL TITULO DE
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
P R E S E N T A
ROSA MANUELA GAOS BALLESTER

1 9 7 3

M-171732



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.

PRESIDENTE	Prof. FRANCISCO GIRAL GONZÁLEZ
VOCAL	YETA S. DE GOVEZENSKY
1er. SUPLENTE	M ^e DEL SOCORRO SALAS TAVARES
2do. SUPLENTE	ALFREDO GARZÓN SERRA

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA.— Laboratorio de Fitoquímica de
la Facultad de Química.
U. N. A. M.

SUSTENTANTE	ROSA MANUELA GAOS BALLESTER
ASESOR DEL TEMA	FRANCISCO GIRAL GONZÁLEZ
SUPERVISOR TÉCNICO	YETA S. DE GOVEZENSKY

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

Esta tesis estuvo enfocada hacia la síntesis de varios ésteres saturados del tioglicol y sus productos de oxidación, pensando en que podían tener un efecto anti-inflamatorio. Esto se dedujo de los siguientes trabajos:

Uno de ellos fué el de Reichstein en 1936 (1) sobre -- hormonas adrenocorticoides en donde describe el aislamiento de un componente alifático de azufre (por medio de una saponificación de componentes grasos solubles en éter de petróleo realizada en los extractos de glándulas suprarrenales de bovinos), que fué identificado posteriormente como el sulfóxido de Bis-(oxi-etil), sulfóxido de Bis-(2-hidroxi-etil), -- sulfóxido de dietanol (2).

Este compuesto, como tal, no se encuentra libre en el material investigado sino que se halla esterificado con ácidos grasos superiores.

Otro es el aislamiento de la dimetil sulfona por Ruzicka y colaboradores en 1940 (3), de sangre bovina desecada; -- obtenida también por Pfiffner en 1940 (4), de glándulas su--

prarrenales frescas de bòvinos y de la leche de vaca (5) y - la orina humana (6), por Williams y colaboradores en 1966.

Los estudios hechos por Hucker, Miller y otros (7,8,9, 10) demostraron que la dimetil sulfona es un producto de la transformación metabòlica del dimetil sulfòxido, un compuesto introducido recientemente como agente terapéutico de acción anti-inflamatoria, pero que, a causa de algunas acciones de tipo tóxico atribuidas a él fué determinado su pronto retiro del mercado farmacéutico.

Dos de estos compuestos, cuya presencia en las glándulas suprarrenales ha sido comprobada, poseen acción anti-inflamatoria. Considerando todas estas observaciones, cabe la posibilidad de que los efectos biológicos de estos compuestos de azufre tengan relación con el grado de oxidación del azufre: divalente (sulfuro), tetravalente (sulfòxido) o hexavalente (sulfona). De aquí que se hayan sintetizado compuestos con diferentes grados de oxidación.

Por otro lado, el óxido de tioglicol investigado por Reichstein (2) debe liberarse durante el proceso de saponificación de los lípidos suprarrenales, lo que indica que en la glándula ha de existir esterificado con ácidos grasos en forma de sulfolípidos peculiares, substituyendo a la glicerina de los lípidos normales.

Por estas razones se planeó la síntesis de compuestos alifáticos azufrados con estructura química relacionada con las substancias encontradas en las glándulas suprarrenales y la forma posible original (ésteres), que se piensa puedan -- tener también efecto anti-inflamatorio.

PARTE TEORICA

El tiodiglicol es un líquido de elevado punto de ebullición (164-166°C a 20 mm de mercurio), su densidad es 1.22 (11), casi inodoro, que, como es de esperar tratándose de un glicol, es miscible con agua en cualquier proporción. También es miscible con alcohol, cloroformo y acetato de etilo. A 25°C 100g de benzol diluyen 1.07g de tiodiglicol, 100g de éter diluyen 7.09g de tiodiglicol y 100g de ligroína diluyen 0.06g de tiodiglicol.

El tiodiglicol es útil principalmente como material para la fabricación del gas mostaza (sulfuro de dicloro dietilo). Se emplea para la producción de pastas de impresión para el estampado de telas (12), para la impresión de libros y litografía (13).

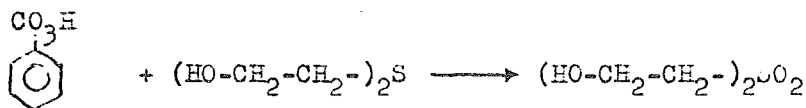
Los productos de condensación del tiodiglicol con aldehídos, acetonas y ácidos (por ejemplo, formaldehídos, acetaldehído, crotonaldehído, glioxal, acetona, metil-etil cetona, ácido sulfúrico y ácido fórmico) o sus ácidos sulfónicos se

glicol en sulfóxido cuando ha fracasado la oxidación con peróxido de hidrógeno y acético es la oxidación con el yodosobenceno (19):



Otro procedimiento que se utiliza para la oxidación -- del tiodiglicol es la ozonización (14).

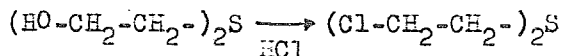
Uno de los métodos que se utilizaron para la prepara-- ción de la sulfona fué el de Lewin (20) en el cual se usa co-- mo oxidante el ácido perbenzoico en etanol más cloroformo:



El tiodiglicol se transforma en sulfóxido de β, β' dióxido dietiloal ser conservado en solución de citral al aire libre (21) y por oxidación con hipoclorito (14).

OTRAS REACCIONES DEL TIODIGLICOL.-

El tiodiglicol con HCl muy concentrado produce cantida-- des menores de sulfuro de β, β' dicloro-dietilo (gas mosta-- za o iperita) (22):

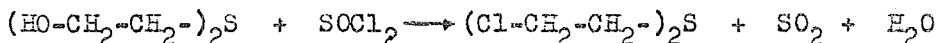


Calentando el tiodiglicol con HBr a Baño María se ob-- tiene el β, β' dibromo-dietilo (23):

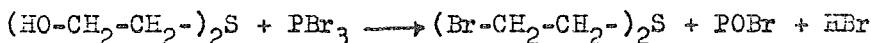


Al ser calentado el tiodiglicol a una temperatura de 70°C-75°C con HI al 54-55 % se convierte en sulfuro de β, β' diyodo-dietilo (24).

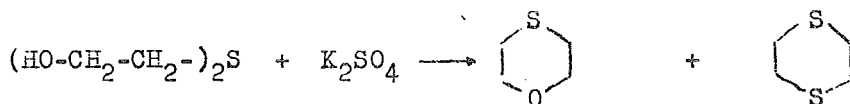
El tiodiglicol con cloruro de tionilo en cloroformo -- y a bajas temperaturas produce el sulfuro de β, β' dicloro-- dietilo (23):



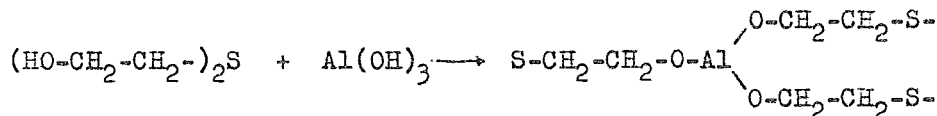
Con tribromuro de fósforo en cloroformo hirviendo, el tiodiglicol proporciona sulfuro de β, β' dibromo-dietilo (25)



Cuando se calienta el tiodiglicol a 160-120°C con sulfato de potasio pulverizado y se seca a 150°C se obtienen 1,4-ditiano y 1,4 oxotiano (26).

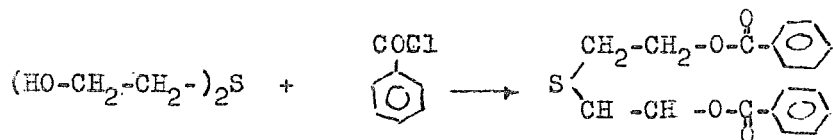


El tiodiglicol al ser calentado con hidróxido de aluminio al vacío, forma un aluminato coloidal (27):

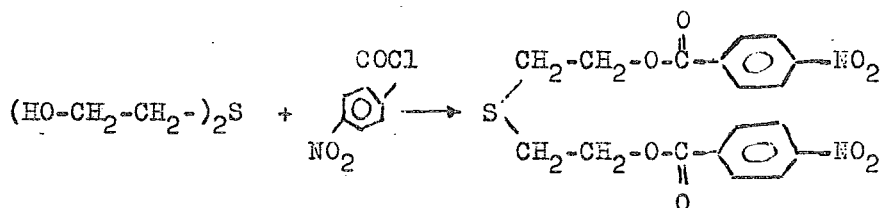


Si se agita el tiodiglicol con cloruro de benzoilo y se sa concentrada evitando que aumente la temperatura, se obtie

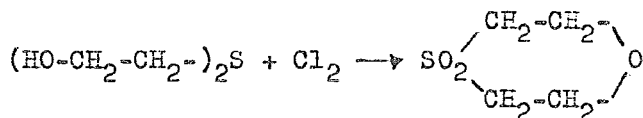
ne sulfuro de Bis- (β -Benzoiloxi-etil) ; si la reacción es -
 enérgica se forma sulfuro de β, β' , dicloro-dietilo(28):



Añadiendo cloruro de 4-nitro benzoilo en benzol a una
 solución congelada de tiodiglicol en sosa diluida se obtiene
 sulfuro de Bis- (β -4-nitro-benzoil-oxi)-etilo(29).



El tratamiento del tiodiglicol con un exceso de cloro
 produce S-dioxido de 1,4,oxotiano (14):



VALORACION DEL TIODIGLICOL.-

El tiodiglicol se puede determinar junto al sulfuro de
 2,2-dicloro-dietilopor medio de una valoración electrométri-
 ca con bromo electrolítico en ácido acético acuoso al 50% -
 (30).

También puede lograrse la valoración del tiodiglicol -

transformándolo en sulfuro de Bis- β -yodo-etilopor medio de HI y determinación acidimétrica del HI consumido, o también (menos adecuadamente) acetilando con anhídrido acético en presencia de piridina y haciendo luego la consiguiente valoración (24).

Una reacción que puede servir para comprobar pequeñas cantidades de tiodiglicol (0.01-0,4 mg) es la que da con nitrato de cobre, en papel filtro (da una coloración verde) (31).

PARTE PRACTICA

Los puntos de fusión que se indican en este trabajo fueron tomados en un aparato Fisher-Johns, en la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Los análisis elementales fueron hechos por el Dr. A. Bernhardt en el "Mikroanalytisches Laboratorium in Max-Planck Institut Für Kohlenforschung" de Mülheim (Ruhr) -- Alemania.

Los espectros de Infra-rojo se hicieron en un aparato Perking Elmer 337 de rejilla, en pastilla de KBr, en la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de México.

Para la preparación de los productos indicados se llevaron a cabo las siguientes técnicas:

I.- ESTERIFICACION (Shiner).

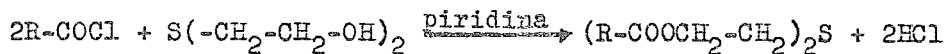
Se toman cantidades estequiométricas de tiodiglicol -- (sulfona o sulfóxido) y de cloruro de acilo, de cuyo ácido se desee preparar el éster, y se añade un 5% más del cloruro para asegurar la esterificación. La reacción se realiza en medio de piridina.

PROCEDIMIENTO (debe hacerse en la campana).

Se ponen en un matraz redondo el tiodiglicol y la piridina y se agrega lentamente el cloruro de acilo. Se tapa con tapón de corcho y se calienta a Baño María durante dos horas. El producto se vierte sobre agua con hielo.

a) En caso de que el producto resultante sea un sólido: se filtra y se hacen lavados con HCl al 5% para eliminar la piridina, después se hacen lavados con agua, luego con NaHCO_3 al 5% y por último con agua. Se ^{re}crystaliza de metanol o etanol.

b) En caso de que el producto resulte un líquido: se extrae con éter sulfúrico y se hacen los mismos lavados que para el caso anterior. Una vez hechos los lavados, se deja secar durante 24 horas con sulfato de sodio anhidro. Evaporar el éter al vacío y después purificar el producto mediante -- una destilación al alto vacío.

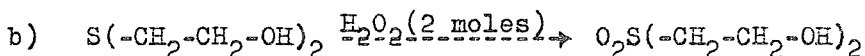
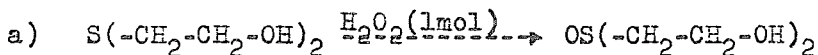


Cuando se utilice tiodiglicol, realizar este paso con -- guantes de hule, ya que puede haber formación de gas mostaza. Lavarse con solución de NaOCl.

II.- O X I D A C I O N (Reichstein)

a) Preparación del sulfóxido (1): 2.9g. de tiodiglicol se disuelve en 3g de ácido acético glacial y bajo enfriamiento con mezcla de hielo y sal común, se agregan gota a gota 3.lg de solución de H_2O_2 al 27% (1 mol). Este líquido se mezcla - al cabo de varias horas con 30 ml de agua y se deseca al vacío. El residuo se endurece y se tritura con acetona. Se re-cristaliza de metanol caliente. Punto de fusión 112-113°C.

b) Preparación de la sulfona: Se sigue la misma técnica que para la preparación del sulfóxido, pero se utilizan 6.2g de H_2O_2 al 27% (2 moles).

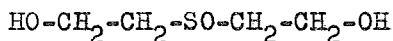


III.- O X I D A C I O N (Gilman y Beaber, 14)

Se disuelven 5g (0.04 moles) de tiodiglicol en 10 ml de

ácido acético glacial y se va añadiendo lentamente en frío y con agitación 5.7g (0.05 moles) de H_2O_2 al 30%. La mezcla resultante se calienta a Baño María durante dos horas y luego se elimina el ácido acético por una destilación a presión reducida. Se purifica o se recristaliza de etanol según sea el caso.

PREPARACION DEL OXIDO DE TIODIGLICOL.-



PM = 138

Punto de fusión 112-113°C

Se utilizó la técnica II-a

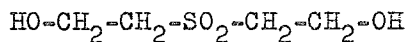
Cantidades:

Tiodiglicol.	29g (0.02 moles)
Ac. Acético glacial.	30g
H_2O_2 (27%).	31g (0.02 moles)

Se obtuvieron 20g de un sólido blanco de punto de fusión de 95°C. Al recristalizarlo de metanol el punto de fusión fué de 109-111°C, soluble en agua e insoluble en éter.

Rendimiento 62.5%.

PREPARACION DEL DIOXIDO DE TIODIGLICOL.-



PM = 154

Punto de fusión 36-40°C

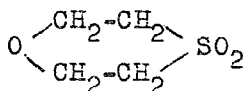
Se utilizó la técnica II-b

Cantidades:

Tiodiglicol	145g (1 mol)
H ₂ O ₂ (27%).	310g (2 moles)
Ac. Acético glacial	150g

El tiodiglicol utilizado fue previamente destilado; el punto de ebullición del tiodiglicol, a 1.8 mm de Hg y con un baño exterior a 184°C, es de 142°C.

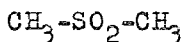
Después de realizada la oxidación se hizo la siguiente prueba para saber si había trazas de H₂O₂: se puso una muestra del líquido en un tubo de ensayo, se agregó KI en ácido acético desarrollándose una coloración pardo amarillenta, lo que indicaba presencia de H₂O₂. Por lo tanto se dejó reposar varias horas y se volvió a hacer la prueba del H₂O₂ la cual resultó negativa. Se guardó en un frasco sin tapar y al cabo de algún tiempo, dió un sólido blanco, soluble en agua con punto de fusión 33-36°C. Se guardó en un desecador y después de varios días, el punto de fusión fue 39-40°C. Rendimiento 89%.

PREPARACION DE LA SULFONA DEL 1,4 OXOTIANO.-

PM = 136

Punto de fusión 130

Se tomaron 50g de la sulfona y se destilaron al alto - vacío. Se obtuvieron unos cristales blancos que se recrystalizaron de etanol. Punto de fusión 132-134°C. Rendimiento 82.3%.

PREPARACION DE LA DIMETIL-SULFONA.-

PM = 94

Punto de fusión 109°C

Se utilizó la técnica II-b

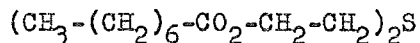
Cantidades:

Dimetil sulfóxido 37g (0.4 moles)

H₂O₂(27%) 62g (0.4 moles)

Ac. Acético glacial 60g

Se obtuvieron 36g de un sólido blanco, insoluble en -- agua y soluble en etanol. Se recrystalizó de etanol y resultó un sólido con punto de fusión de 105°C. Rendimiento 80.7%.

PREPARACION DEL DIOCTANOATO DE TIODIGLICOL.-

PM = 374

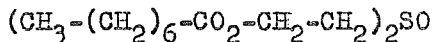
Se utilizó la técnica I

Cantidades:

Tiodiglicol	12.2g (0.1 moles)
Cloruro de octanoilo	34.2g (0.2 moles)
Piridina	60g

Se obtuvo un sólido café parduzco, de punto de fusión 24-26°C. Se recrystalizó de metanol y resultó un sólido -- blanco, con brillo metálico, que se presenta en forma de escamas, soluble en metanol, etanol, acetona y éter, e insoluble en agua, con punto de fusión 26-27°C. Rendimiento 81.2%.

Análisis:	%C	%H	%O	%S
Calculado:	64.14	10.23	17.08	8.55
Encontrado:	63.53	10.20		8.40

PREPARACION DEL DIOCTANOATO DEL OXIDO DE TIODIGLICOL.-

PM = 390

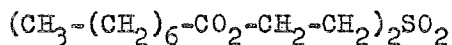
Se utilizó la técnica III, pero con el sulfuro previamente esterificado (técnica I).

Cantidades:

Diocetanoato de tiodiglicol	7.48g (0.02 m)
H ₂ O ₂ (30%)	2.3g (0.02 m)
Ac. Acético glacial.	100ml

Se obtuvo un sólido blanco que se ^{re} cristalizó de meta--
nol con punto de fusión 44-46°C. Rendimiento 91%.

Análisis	%C	%H	%O	%S
Calculado	61.51	9.81	20.48	8.20
Encontrado	61.01	9.84		7.87

PREPARACION DEL DIOCTANATO DEL DIOXIDO DE TIODIGLICOL.-

PM = 406

Se utilizó la técnica I

Cantidades:

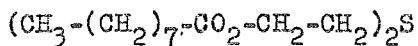
Dióxido de tiodiglicol	7.7g (0.05m)
Cloruro de octanoilo	17.1g (0.1 m)
Piridina.	60g

Se obtuvo un sólido café parduzco que se recristalizó
de metanol y resultó un sólido blanco pulverulento de punto
de fusión 68-69°C, soluble en etanol y metanol e insoluble -
en agua. Rendimiento 30%.

Análisis	%C	%H	%O	%S
Calculado	59.09	9.42	23.61	7.88
Encontrado	59.04	9.51		7.35

PREPARACION DEL DINONANOATO DE TIODIGLICOL.-

17



PM = 402

Se utilizó la técnica I

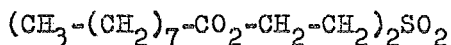
Cantidades:

Tiodiglicol 8g (0.06 m)
Cloruro de nonanoilo 24.5g (0.14 m)
Piridina 60g

Se obtuvo un líquido café el cual se solidificó a las dos semanas. Se recristalizó de etanol alternando con metanol y se decoloró con carbón activado. Dió un sólido blanco, con brillo metálico, que se presenta en forma de escamas. -- Punto de fusión 28-29°C. Soluble en etanol, acetona y cloroformo e insoluble en agua. Rendimiento 44.10%

Análisis	%C	%H	%O	%S
Calculado	65.63	10.52	15.9	7.95
Encontrado	65.29	10.15		8.25

PREPARACION DEL DINONANOATO DEL DIOXIDO DE TIODIGLICOL.-



PM = 434

Se utilizó la técnica I

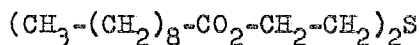
Cantidades:

Dióxido de tiodiglicol 7.7g (0.05 m)
Cloruro de nonanoilo 18.6g (0.1 m)
Piridina 46g

Se obtuvo un sólido café oscuro que se recristalizó de etanol y se decoloró dos veces con carbón activado. Dió un sólido blanco pulverulento con punto de fusión 65-66°C, soluble en etanol, metanol y acetona e insoluble en agua. Rendimiento 30.2%.

Análisis	%C	%H	%O	%S
Calculado	60.80	9.74	22.09	7.37
Encontrado	61.05	9.38		7.59

PREPARACION DEL DIDECANOATO DE TIODIGLICOL.-



PM = 430

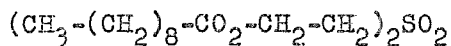
Se utilizó la técnica I

Cantidades:

Tiodiglicol	30.5g (0.25 m)
Cloruro de decanoilo.	100g (0.6 m)
Piridina	200g

Se obtuvo un sólido café oscuro que se recristalizó de metanol, dió un sólido blanco amarillento, con brillo metálico, que se presenta en forma de escamas, de punto de fusión 43-44°C, soluble en metanol, etanol, acetona y éter e insoluble en agua. Rendimiento 80.37%.

Análisis	%C	%H	%O	%S
Calculado	66.94	10.77	14.86	7.43
Encontrado	66.31	10.98		7.14

PREPARACION DEL DIDECANOATO DEL OXIDO DE TIODIGLICOL.-

PM = 446

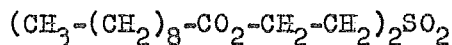
Se utilizó la técnica III, pero con el sulfuro previamente esterificado (técnica I).

Cantidades:

Decanoato de tiodiglicol	8.6g (0.02 m)
H ₂ O ₂ (30%)	2.3g (0.02 m)
Ac. Acético glacial.	150g

Se obtuvo un sólido amarillento el cual se recristalizó de metanol, dió un sólido blanco cristalino con punto de fusión 64-66°C, soluble en metanol, etanol y éter e insoluble en agua. Rendimiento 79.7%

Análisis	%C	%H	%O	%S
Calculado	64.54	10.38	17.91	7.17
Encontrado	65.10	10.55		7.10

PREPARACION DEL DIDECANOATO DEL DIOXIDO DE TIODIGLICOL.-

PM = 462

Se usó la técnica I

Cantidades:

Dióxido de tiodiglicol	15.4g (0.1 m)
Cloruro de decanoilo	40.1g (0.2 m)
Piridina	60g

Se obtuvo un sólido marrón, el cual se recristalizó de -- metanol y resultó un sólido blanco, con punto de fusión 73-75°C soluble en metanol y etanol e insoluble en agua. Rendimiento - 40.69%.

Análisis	%C	%H	%O	%S
Calculado	62.31	10.02	20.75	6.92
Encontrado	62.44	10.46		6.50

BANDAS DE ABSORCIÓN EN EL INFRA-ROJO

(Longitud de onda en cm^{-1})

- C-OH En el tioglicol, óxido de tioglicol y dióxido de tioglicol aparece en 3325, 1050; 3300, 1065; 3350, 1060 respectivamente.
- S-CH₂- Aparece en todos los compuestos aproximadamente en 1420.
- S=O En el óxido de tioglicol; octanoato y decanoato del óxido de tioglicol aparece en 1065, 1035 y 1040 respectivamente.
- $\begin{array}{l} \text{O} \\ \parallel \\ \text{S} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ En el dióxido de tioglicol; octanoato, nonanoato y decanoato del dióxido de tioglicol aparece en 1100 y 1120.
- $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{C}-\text{O}- \end{array}$ Aparece en los ocho ésteres en 1750 aproximadamente; en el octanoato, nonanoato y decanoato de tioglicol aparece en 1100, 1160 aproximadamente; en el octanoato y decanoato ^{del óxido} de tioglicol en 1000, 1180; en el octanoato, nonanoato y decanoato del dióxido de tioglicol aparece en 1055, 1190.
- CH₂- Aparece en todos los compuestos en 2900 aproximadamente y en los compuestos con un número de carbonos mayor a cuatro (los ocho ésteres), aparece en 720.

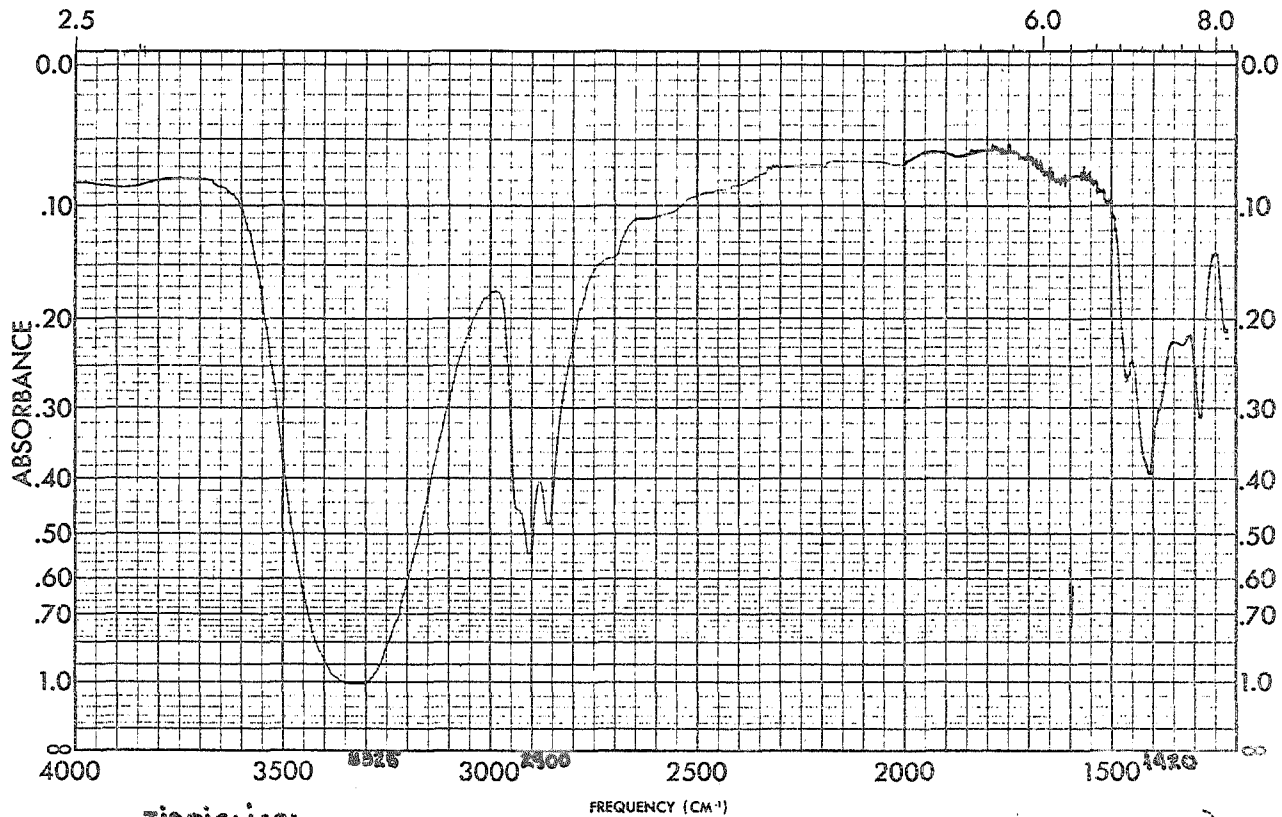
= C O N C L U S I O N E S =

Se sintetizaron los siguientes compuestos nuevos que no han sido descritos hasta ahora en la bibliografía:

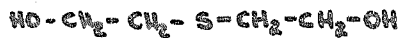
DIOCTANOATO DE TIODIGLICOL
DINONANOATO DE TIODIGLICOL
DIDECANOATO DE TIODIGLICOL
DIOCTANOATO DEL OXIDO DE TIODIGLICOL
DIDECANOATO DEL OXIDO DE TIODIGLICOL
DIOCTANOATO DEL DIOXIDO DE TIODIGLICOL
DINONANOATO DEL DIOXIDO DE TIODIGLICOL
DIDECANOATO DEL DIOXIDO DE TIODIGLICOL

Se mandaron muestras de todos estos compuestos al departamento de Farmacología de la Facultad de Medicina de la Universidad Nacional Autónoma de México para realizar los estudios farmacológicos convenientes ya que se les adjudica una posible acción anti-inflamatoria.

+++++

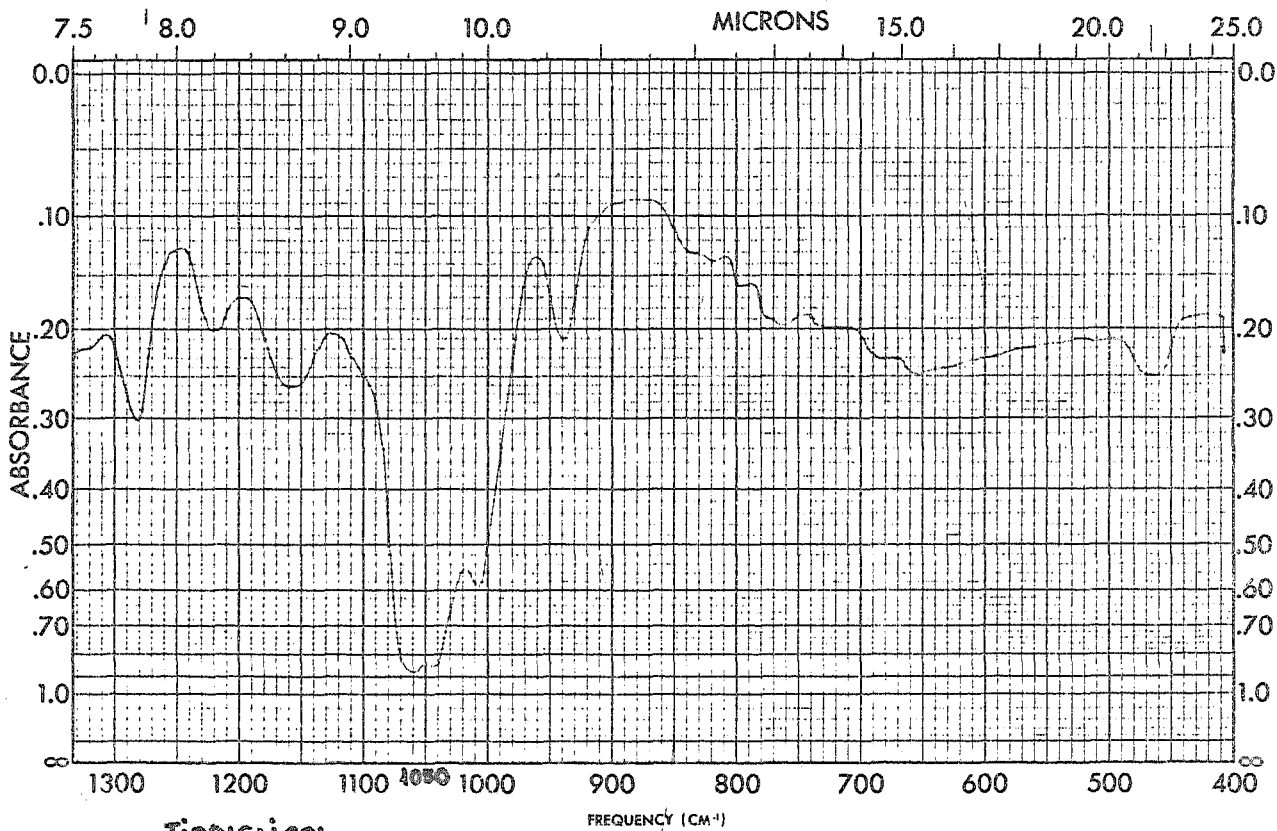


THIOGLICOL

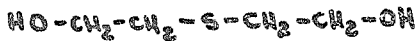


NO. <u>5-27</u>	SCAN SPEED <u>1000</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
PATH <u>---</u>	SLIT <u>---</u>	DATE <u>12/11/62</u>
ENCE <u>---</u>	REMARKS <u>[Signature]</u>	

PERKIN-ELMER®



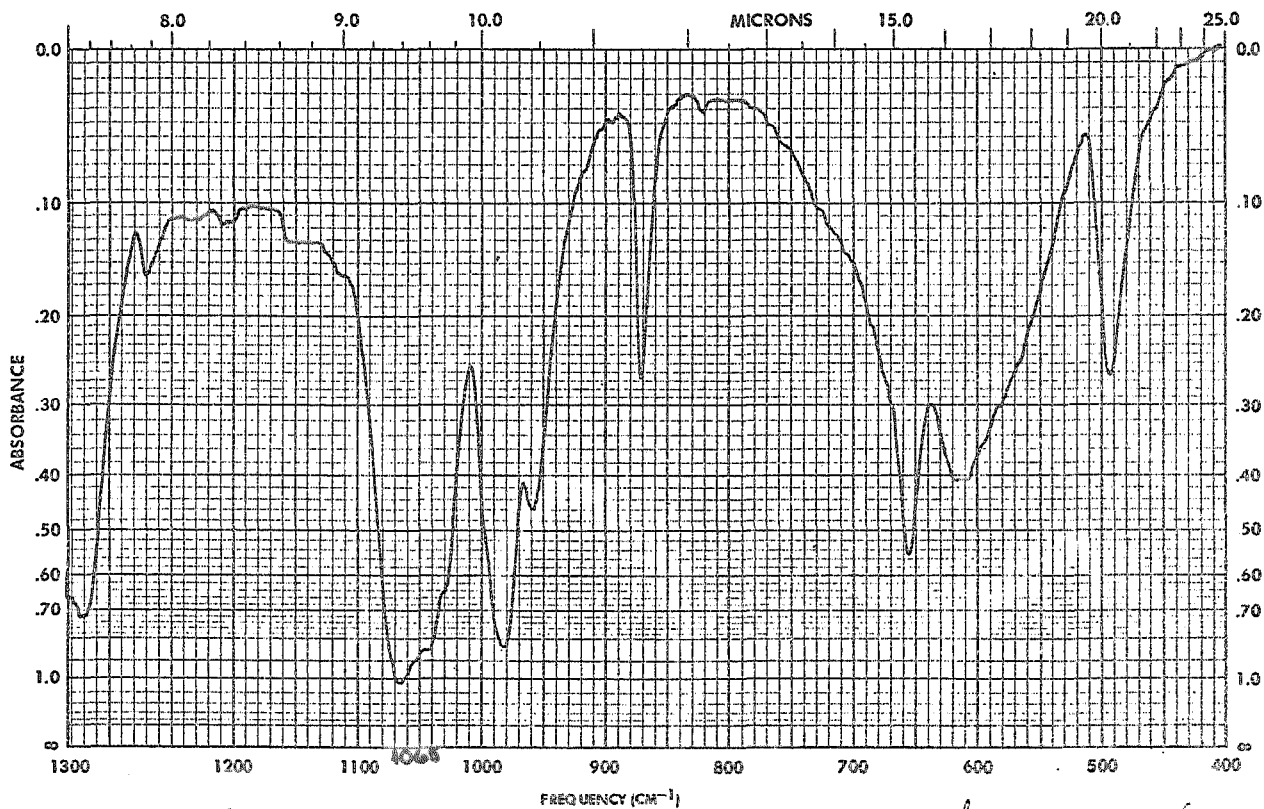
THIOGLICOL



- CONT. -

VE NO. <u>2627</u>	SCAN SPEED <u>100</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
IC. <u>---</u>	SLIT <u>---</u>	DATE <u>---</u>
PATH <u>---</u>	REMARKS <u>---</u>	
RENCE <u>---</u>		

PERKIN-ELMER®



OXIDO DE TIODIGLICOL

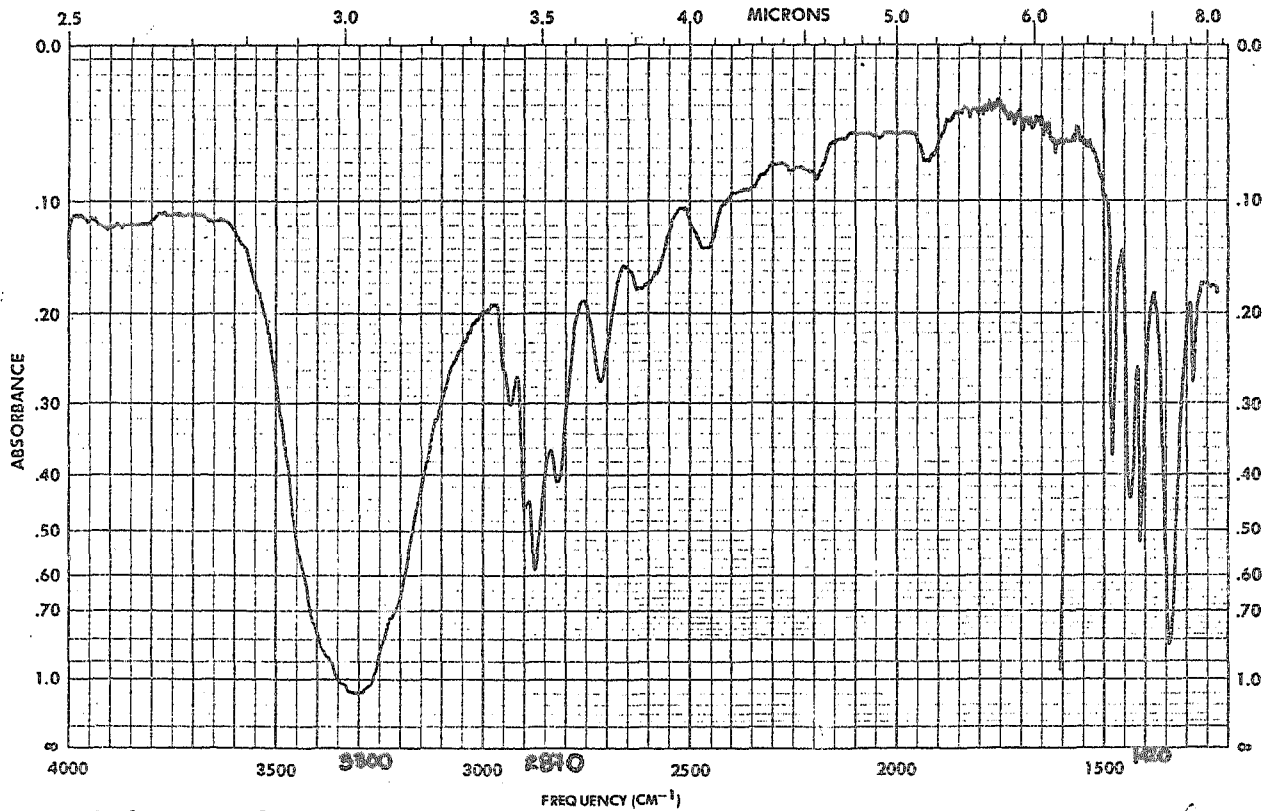


- CONT. -

IE No. <u>6381</u>	SCAN SPEED <u>fast</u>	OPERATOR <u>et</u>
C. <u>—</u>	SPLIT <u>11</u>	DATE <u>10/14/70</u>
PATH <u>—</u>	REMARKS <u>partille</u>	
RENCE <u>2125</u>		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



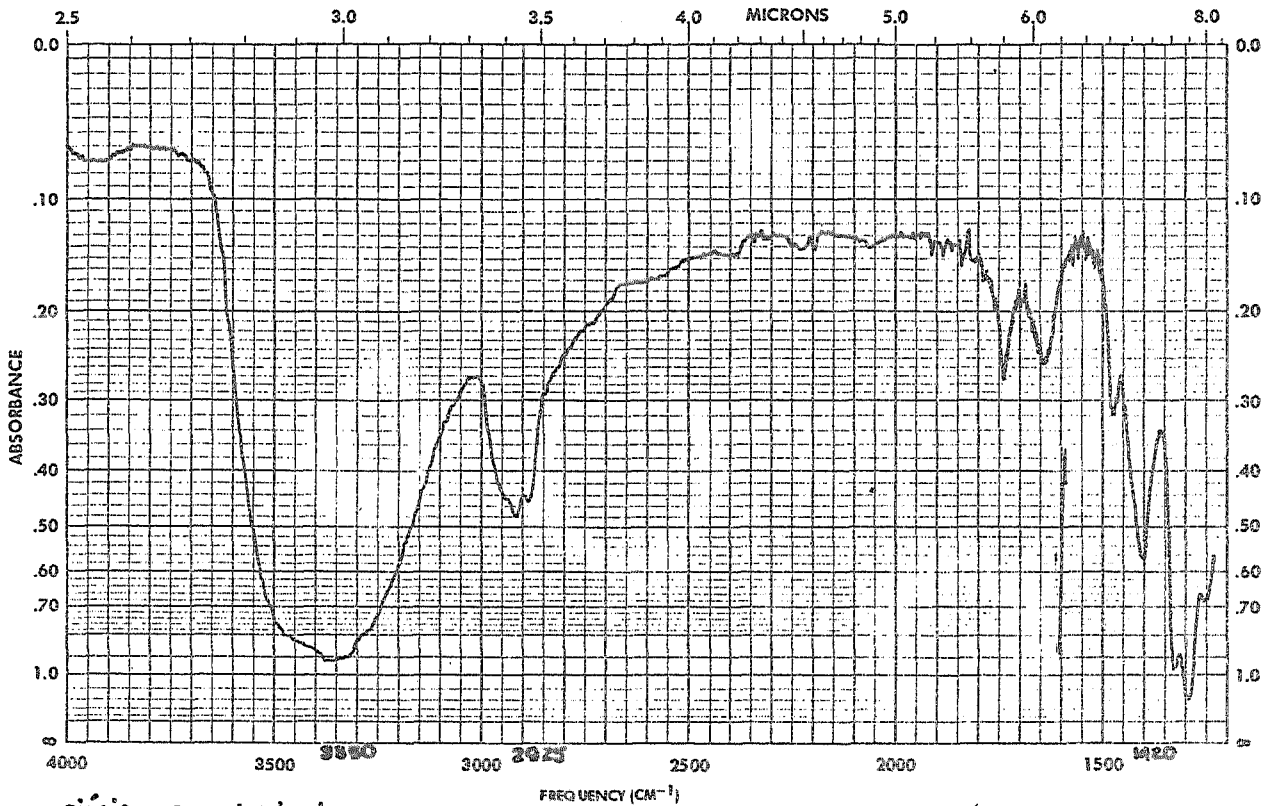
OXIDO DE TIÓDIGLICOL



E No. <u>1001</u> PATH _____ ENCE _____	SCAN SPEED <u>fast</u> OPERATOR <u>St</u> SLIT <u>11</u> DATE <u>12/15/50</u> REMARKS <u>1st run</u>
---	--

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



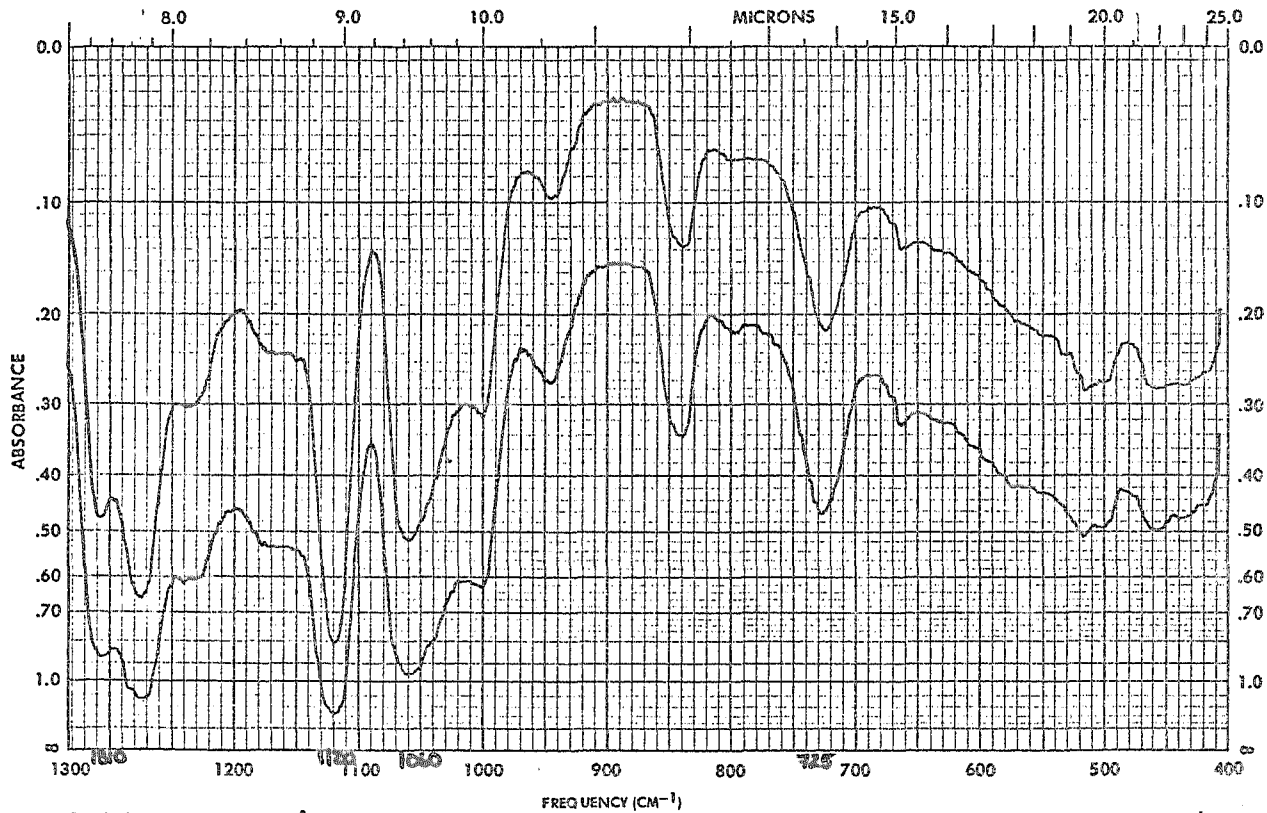
Dióxido de etilidol



I.E. No. <u>6380</u> C. <u>---</u> PATH <u>---</u> REFERENCE <u>---</u>	SCAN SPEED <u>fast</u> OPERATOR <u>---</u> slit <u>1</u> DATE <u>11/18/52</u> REMARKS <u>---</u>
--	--

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



DIOXIDO DE TIOGLICOL

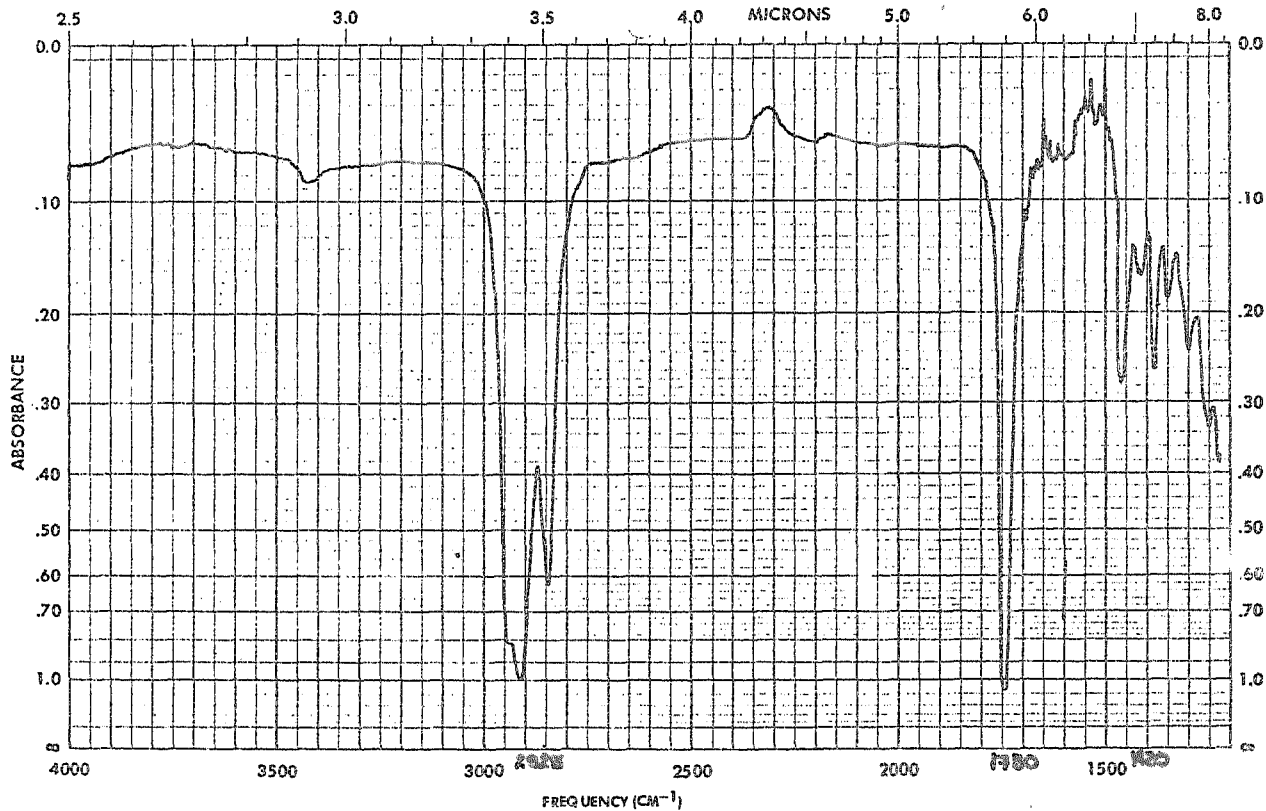


- CONT. -

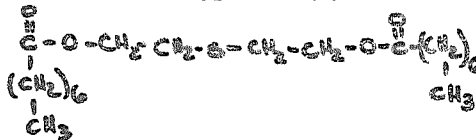
E No. <u>12586</u>	SCAN SPEED <u>fast</u>	OPERATOR <u>ef</u>
C. <u>---</u>	SLIT <u>h</u>	DATE <u>4/11/50</u>
PATH <u>---</u>	REMARKS <u>filmed</u>	
RENCE <u>---</u>		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



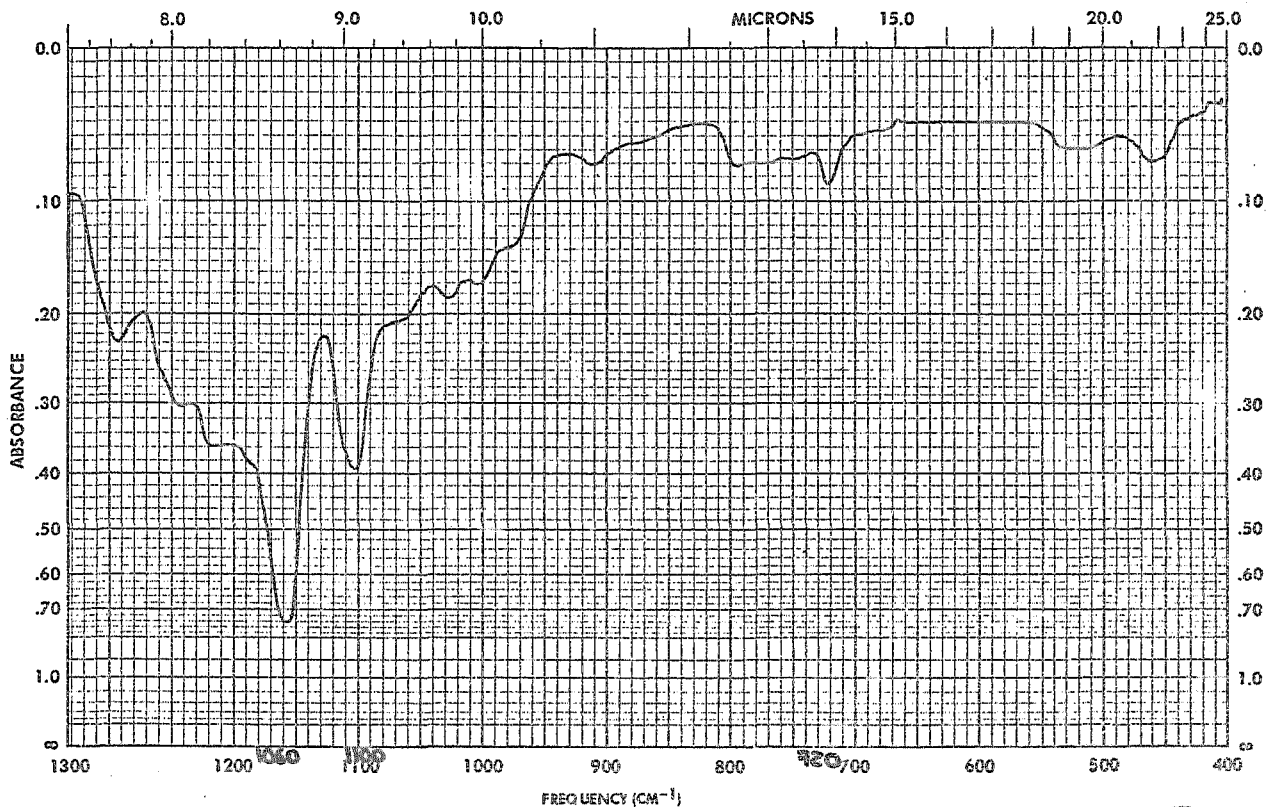
OCTANOATO DE TONALICILOL



IE No. <i>653</i>	SCAN SPEED <i>100</i>	OPERATOR <i>[Signature]</i>
C. _____	SLIT <i>1/2</i>	DATE <i>1/1/60</i>
PATH _____	REMARKS <i>[Signature]</i>	
RENCE _____		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



OCTANOATO DE TIOGLICOL

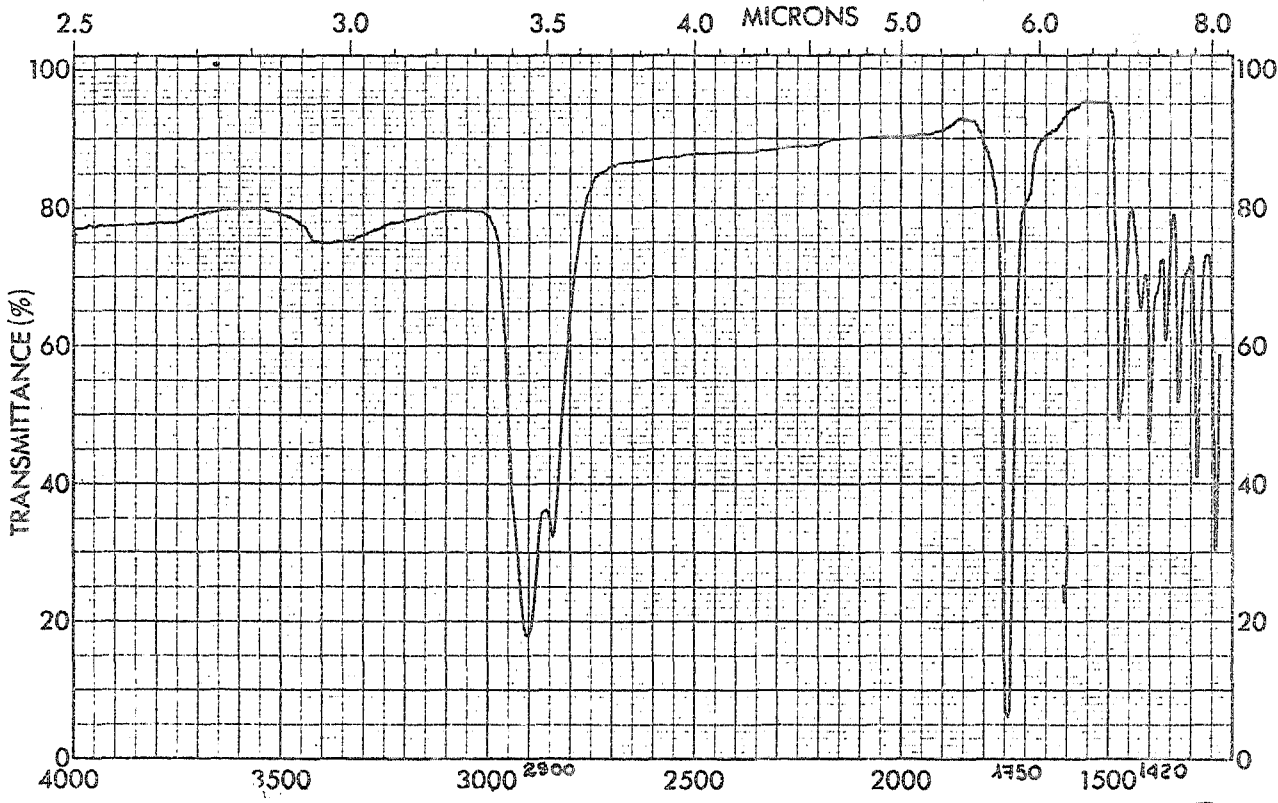


- CONT. -

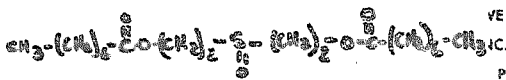
VE No. <u>7-12</u>	SCAN SPEED <u>100</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
DATE <u>11/11/50</u>	S/N <u>11</u>	DATE <u>11/11/50</u>
PATH <u>---</u>	REMARKS <u>[Signature]</u>	
REFERENCE <u>[Signature]</u>		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®

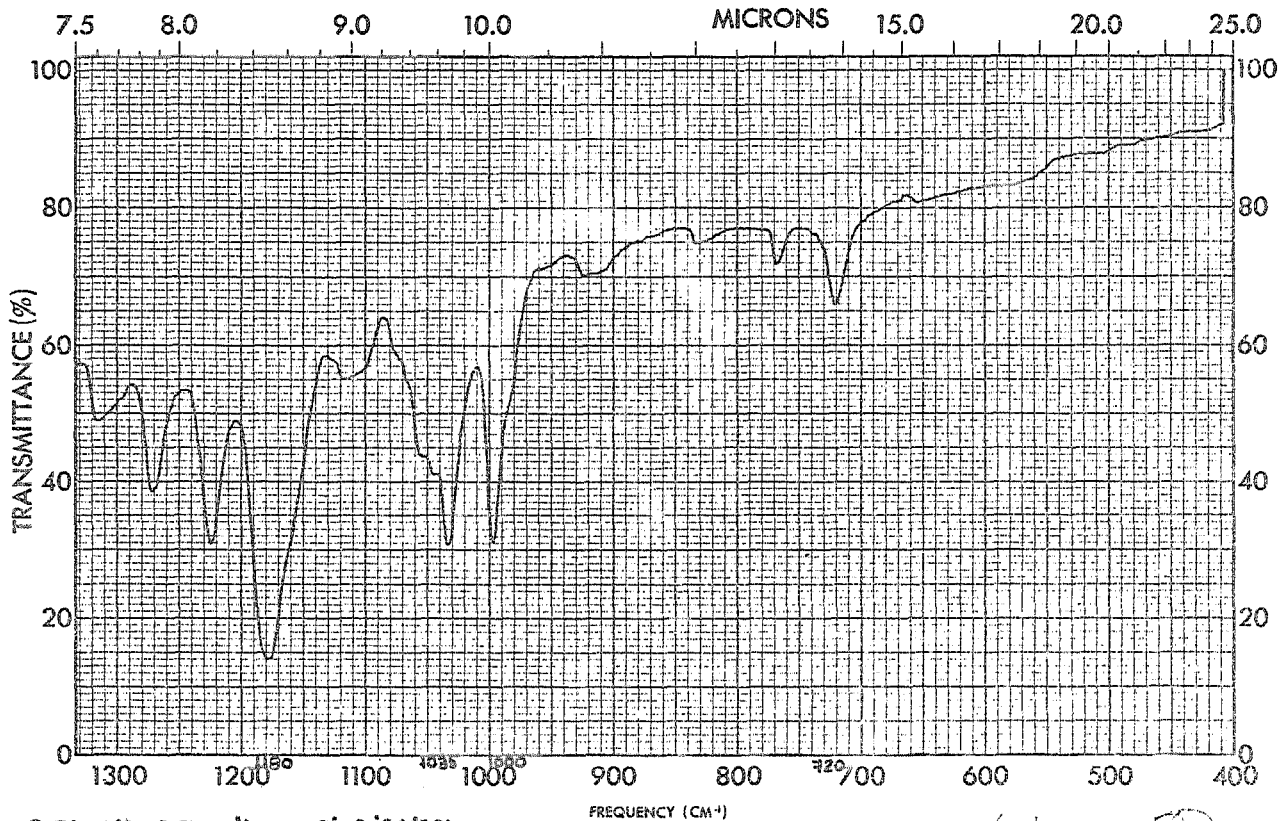


OCTANOATO DEL OXIDO DE TIOBIALICEI



VE NO. <u>0554</u>	SCAN SPEED <u>Fast</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
PATH _____	SLIT <u>1/2</u>	DATE <u>6/11/74</u>
RENCE _____	REMARKS <u>[Signature]</u>	

PERKIN-ELMER®



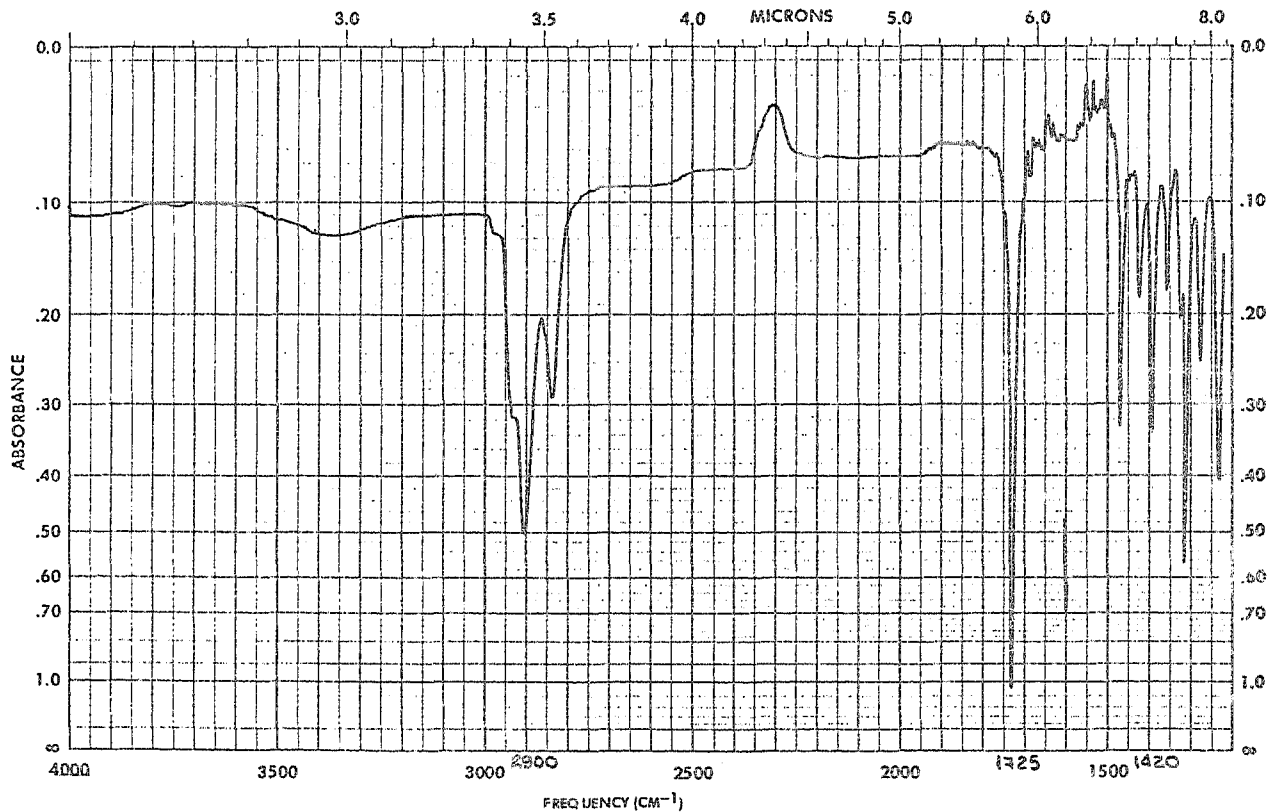
OCTANOATO DEL OXIDO DE TIOBISLICOL



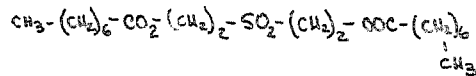
- CONT. -

INSTRUMENT NO. <u>6-3-54</u>	SCAN SPEED <u>fast</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
C. <u>---</u>	SPLIT <u>---</u>	DATE <u>10/15/54</u>
PATH <u>---</u>	REMARKS <u>---</u>	
REFERENCE <u>---</u>		

PERKIN-ELMER®



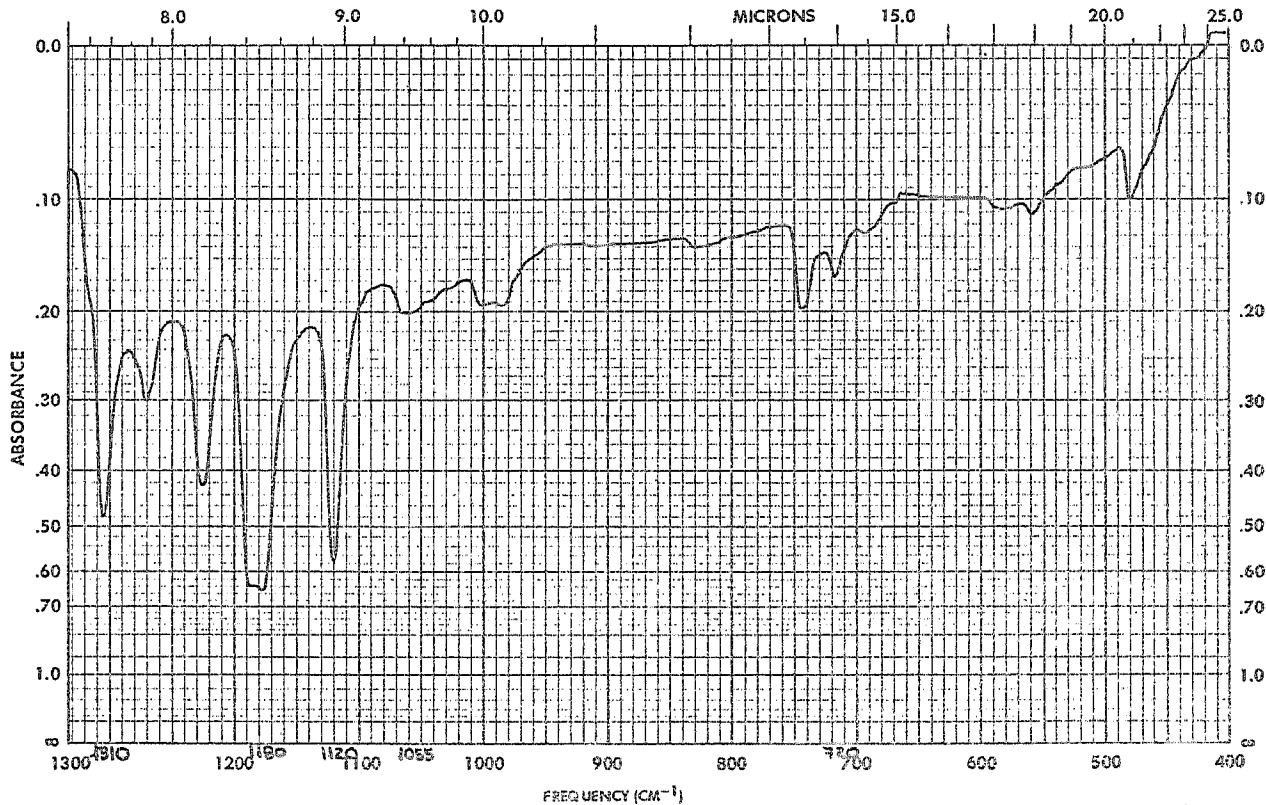
OCTANOATO DEL DICHLORO DE TIODIGLICOL



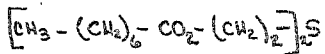
VE No. <i>0522</i>	SCAN SPEED <i>1</i>	OPERATOR <i>[Signature]</i>
IC. _____	SLIT <i>[Signature]</i>	DATE <i>11/11/50</i>
PATH _____	REMARKS <i>[Signature]</i>	
REFERENCE _____		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



OCTANOATO DEL DÍOXIDO DE TRIDIGLICOL

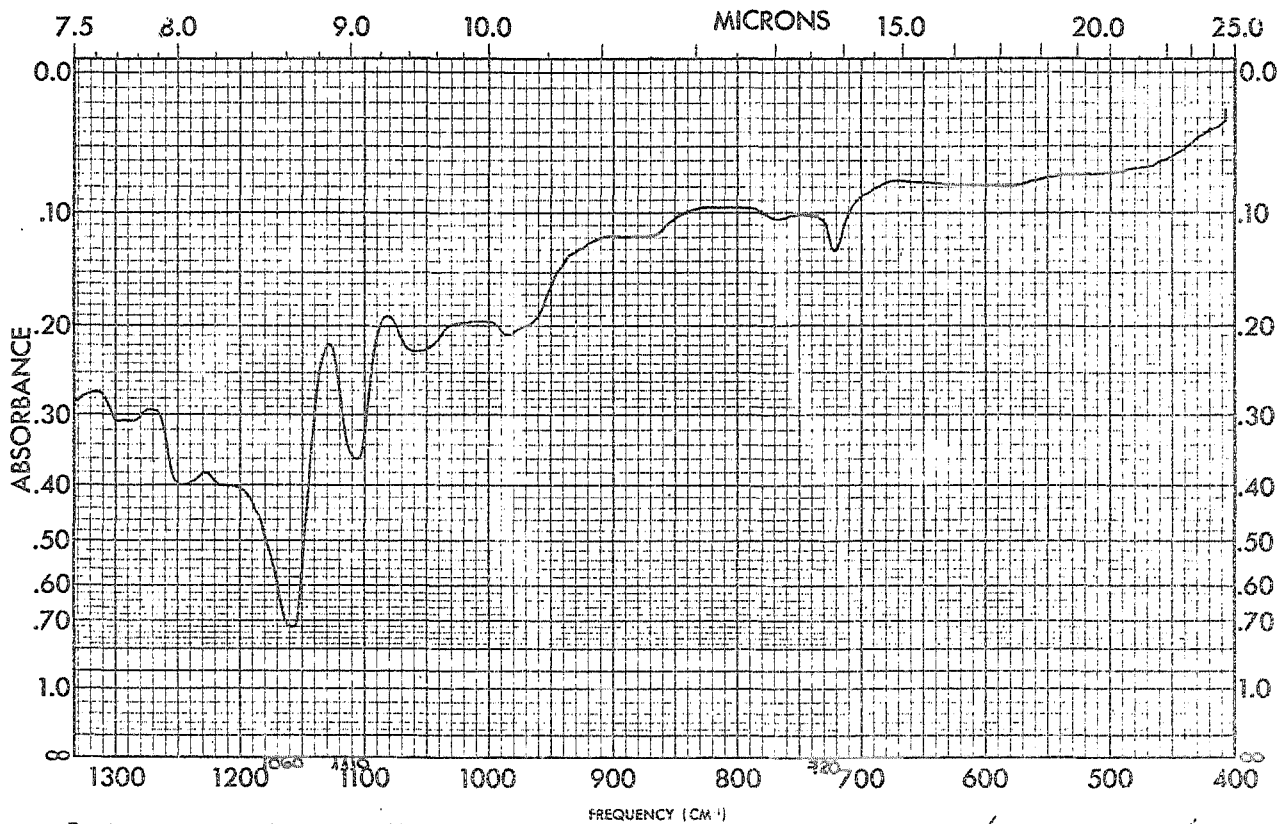


-CONT.-

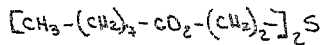
SVE No. <u>61250</u> VC. _____ I. PATH _____ REFERENCE _____	SCAN SPEED <u>Fast</u> OPERATOR <u>Stb</u> SUT. _____ DATE <u>10/1/51</u> REMARKS <u>15.66</u>
---	--

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER[®]



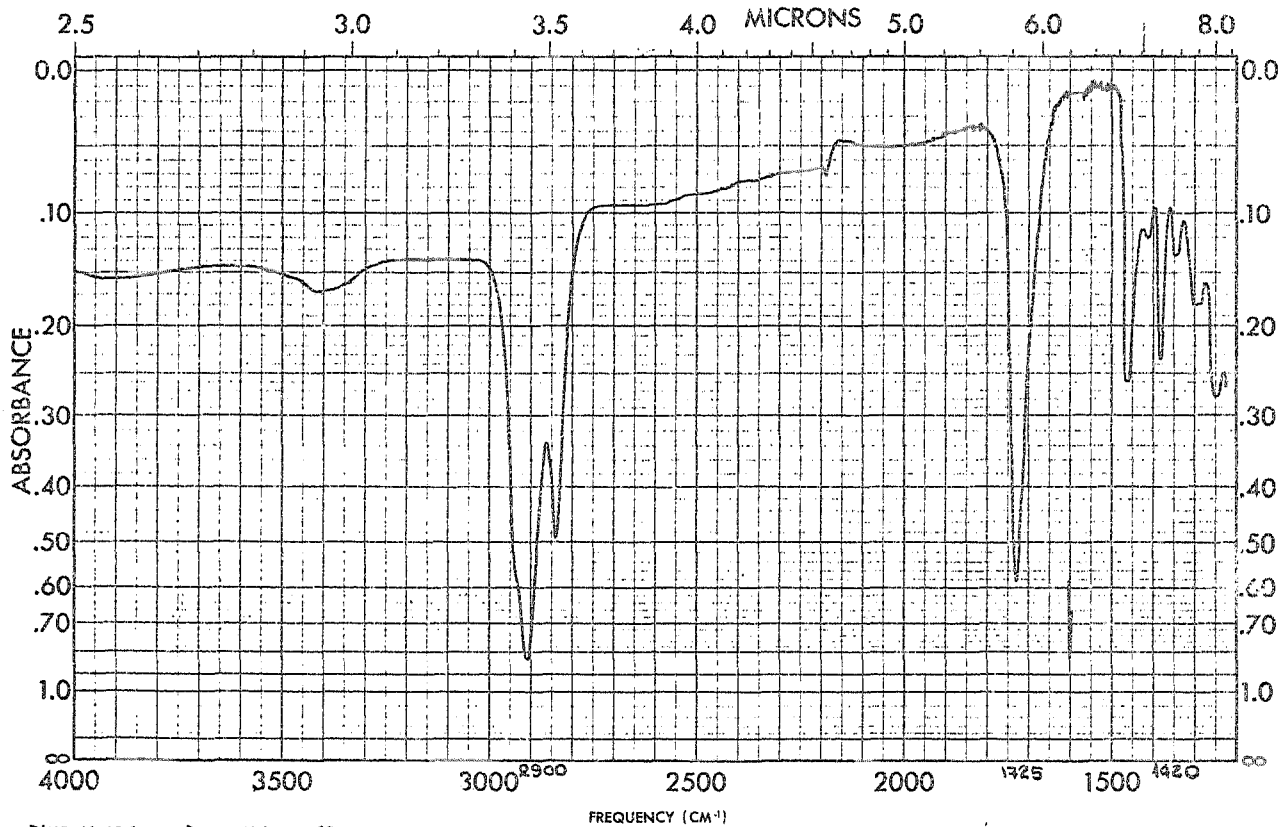
DINONA NOATO DE TIODIGLICOL



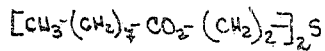
-CONT-

PLATE NO. <u>5400</u>	SCAN SPEED <u>fast</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
IC. <u>---</u>	SLIT <u>1</u>	DATE <u>12/10/69</u>
PATH <u>---</u>	REMARKS <u>[Signature]</u>	
REFERENCE <u>---</u>		

PERKIN-ELMER®

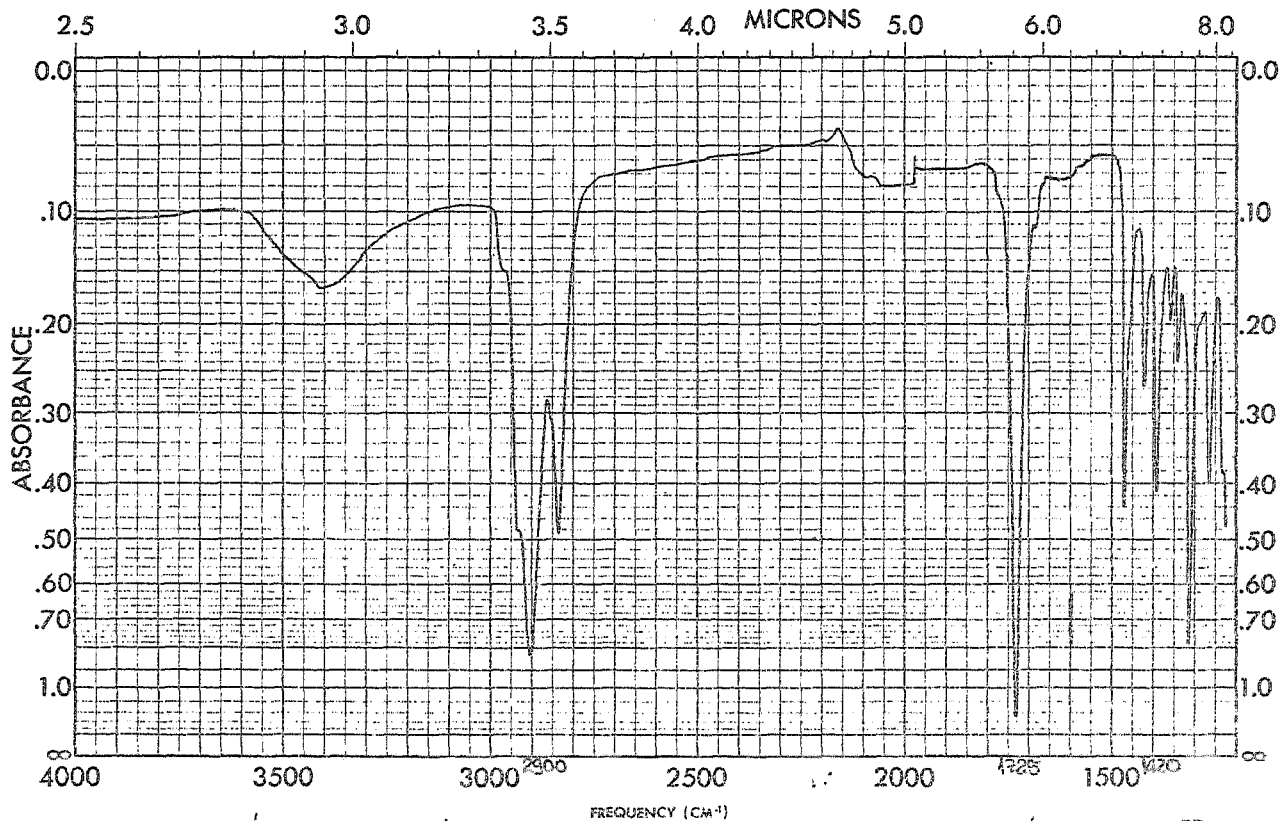


DINONANOATO DE TIODIGLICOL

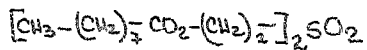


VE NO. <u>5460</u>	SCAN SPEED <u>fast</u>	OPERATOR <u>C. L. S.</u>
VC. <u>---</u>	SLIT <u>L</u>	DATE <u>10/1/69</u>
L PATH <u>---</u>	REMARKS <u>pin 7/11</u>	
ERENCE <u>6200</u>		

PERKIN-ELMER®

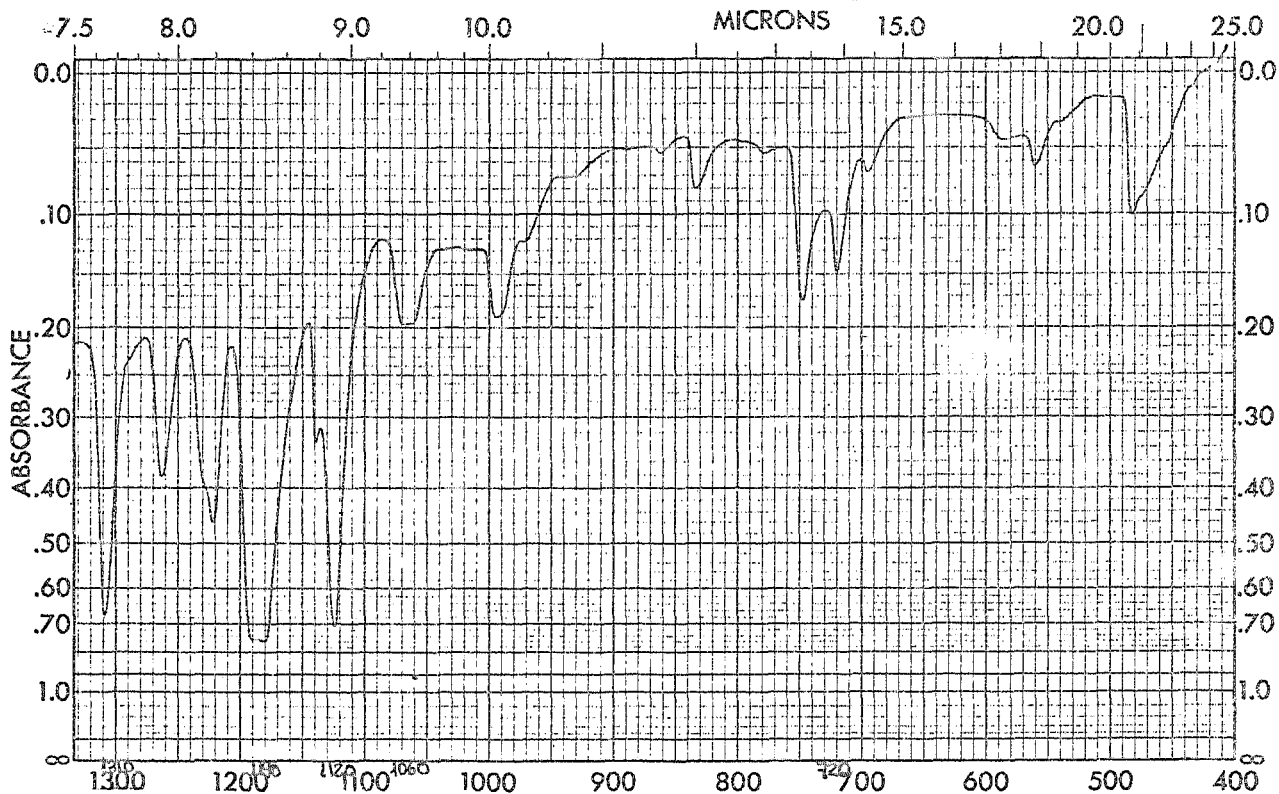


DINONA NOATO DEL DIOXIDO DE TIOGLICOL

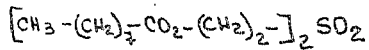


E NO. <u>5254</u> C. <u>---</u> PATH <u>---</u> SENCE <u>---</u>	SCAN SPEED <u>fast</u> SLIT <u>1.1</u> REMARKS <u>partial</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u> DATE <u>1/1/61</u>
---	---	---

PERKIN-ELMER®



DINOMANATO DE DIOXÍDO DE TIOGLICOL



- CONT. -

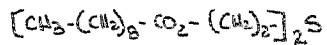
FREQUENCY (CM⁻¹)

RVE NO. <u>5705</u>	SCAN SPEED <u>Fast</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
INC. <u>—</u>	SLIT <u>2</u>	DATE <u>5-7-70</u>
CELL PATH <u>—</u>	REMARKS <u>Sample</u>	
REFERENCE <u>—</u>		

PERKIN-ELMER®



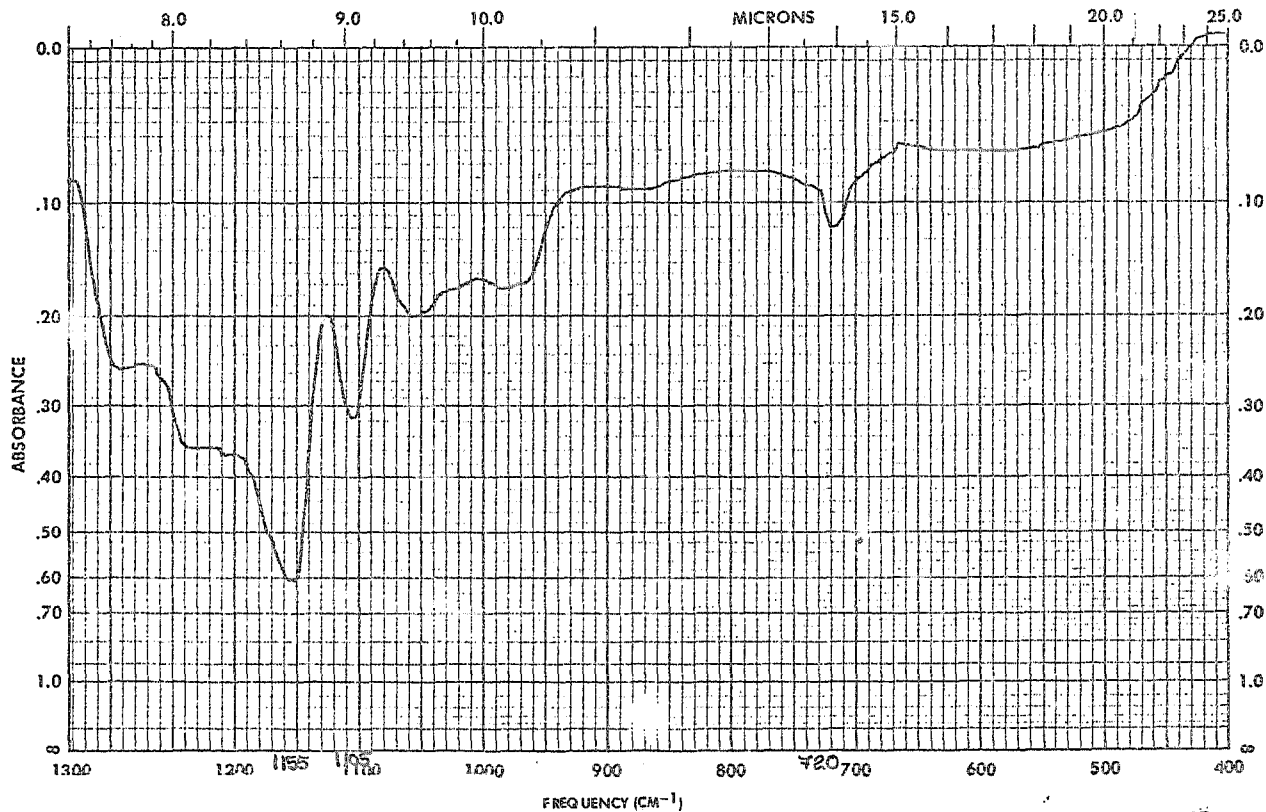
DIDECANOATO DE TIOBISULFO



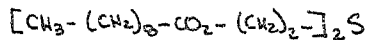
E No. <i>6011</i>	SCAN SPEED <i>1000</i>	OPERATOR <i>J. M. ...</i>
PATH	SLIT	DATE <i>10/1/50</i>
LENCE	REMARKS <i>See ...</i>	

MADE IN MEXICO

PERKIN-ELMER®



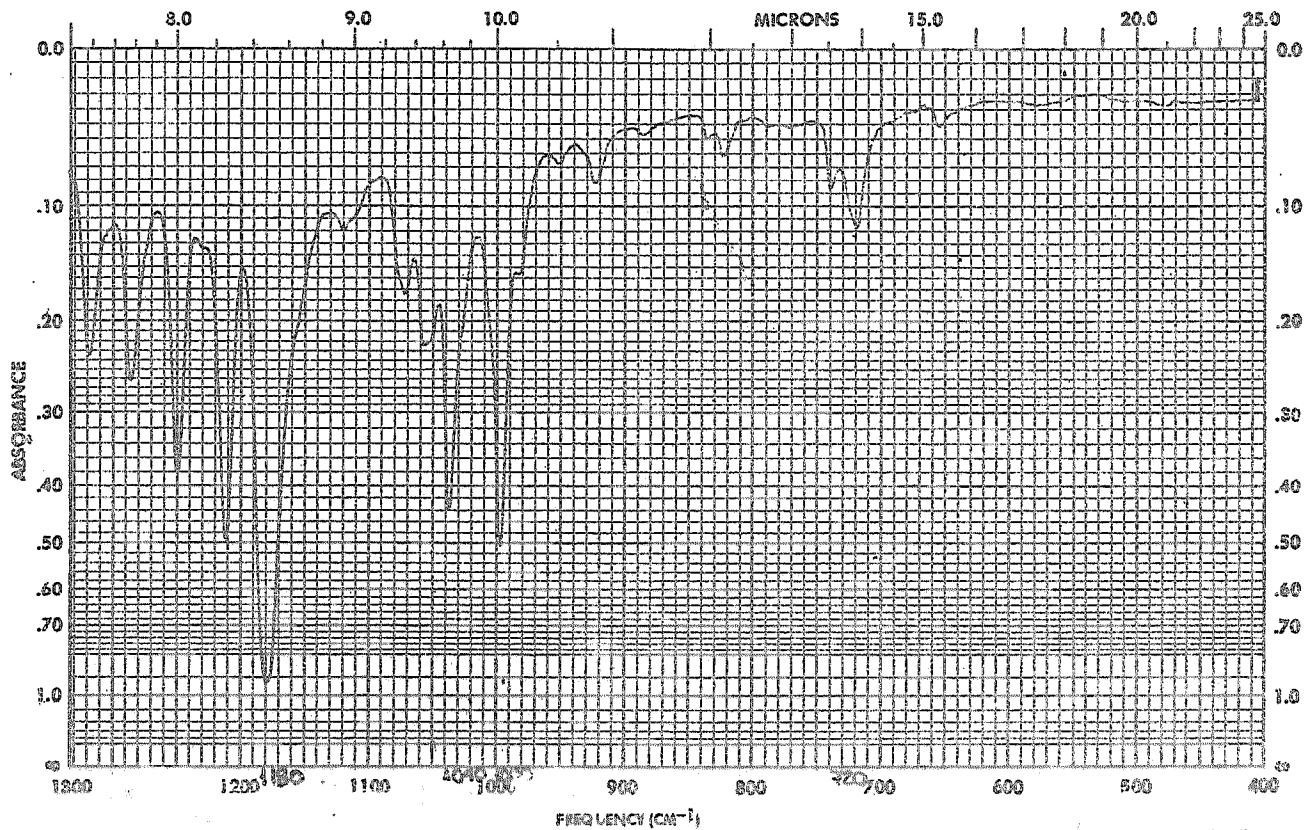
DIDECANOATO DE TRODIGLICOL



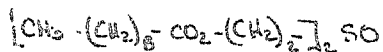
IE No. _____	SCAN SPEED _____	OPERATOR _____
IC _____	SPLIT _____	DATE _____
PATH _____	REMARKS _____	
RENCE _____		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



DIDECANOATO DEL OXIDO DE TRIDIGLICOL

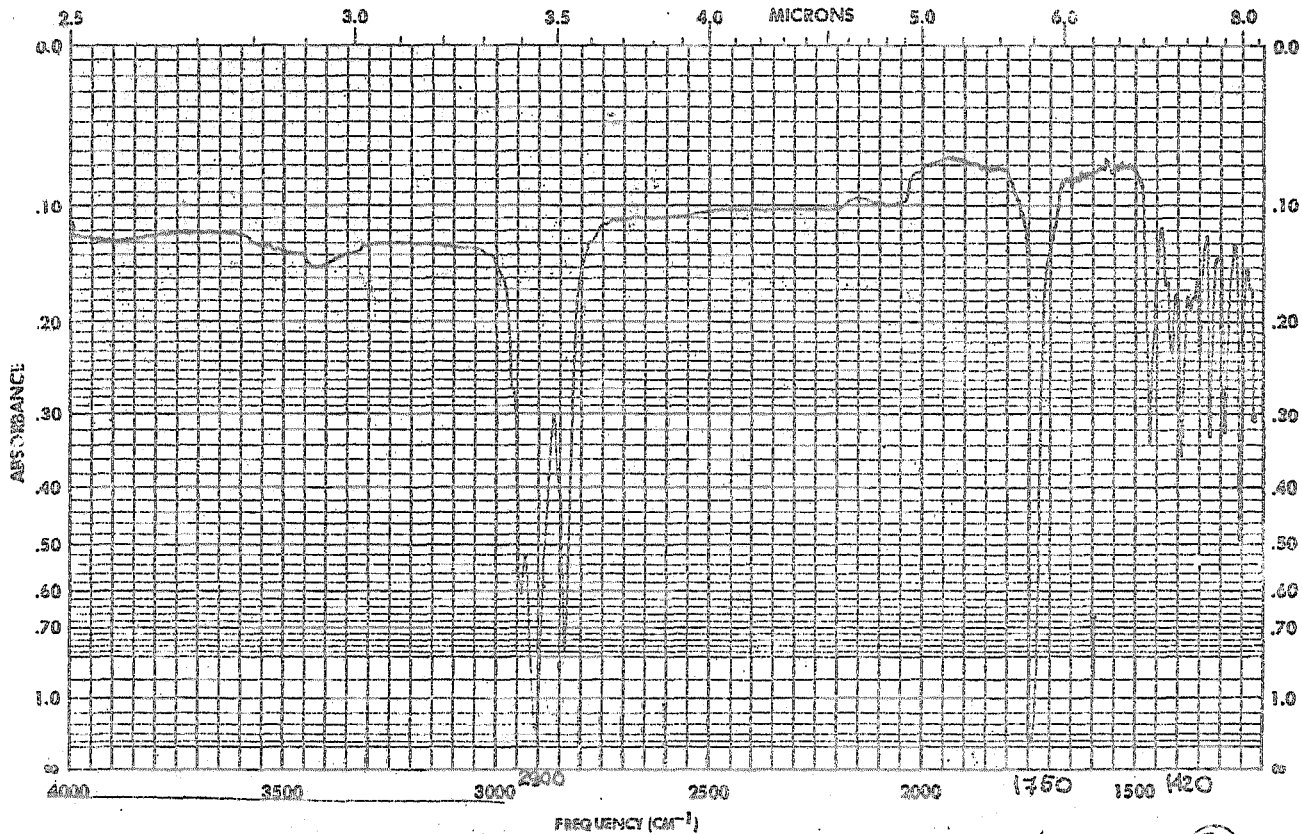


-CONT.-

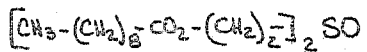
IRVE No. <u>6719</u>	SCAN SPEED <u>fast</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
NC. <u>---</u>	SAT. <u>---</u>	DATE <u>12/20/60</u>
1 PATH <u>---</u>	REMARKS <u>[Signature]</u>	
REFERENCE <u>[Signature]</u>		

PERKIN-ELMER

PERKIN-ELMER



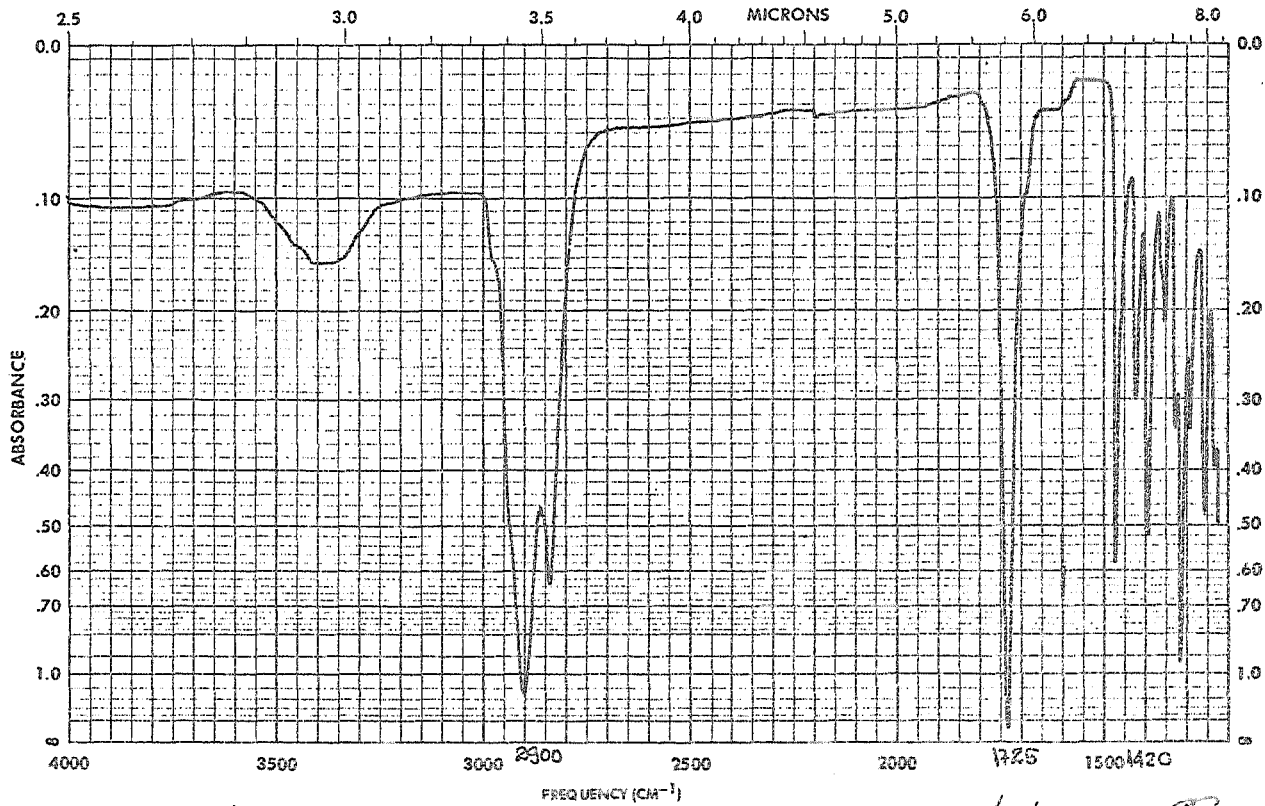
DIDECANOATO DEL OXIDO DE TRIDIGLICOL



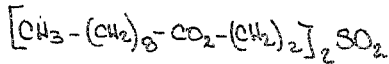
VE No. <u>6719</u>	SCAN SPEED <u>fast</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
IC. <u>---</u>	SLIT <u>10</u>	DATE <u>12/21/50</u>
L PATH <u>---</u>	REMARKS <u>---</u>	
REFERENCE <u>---</u>		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



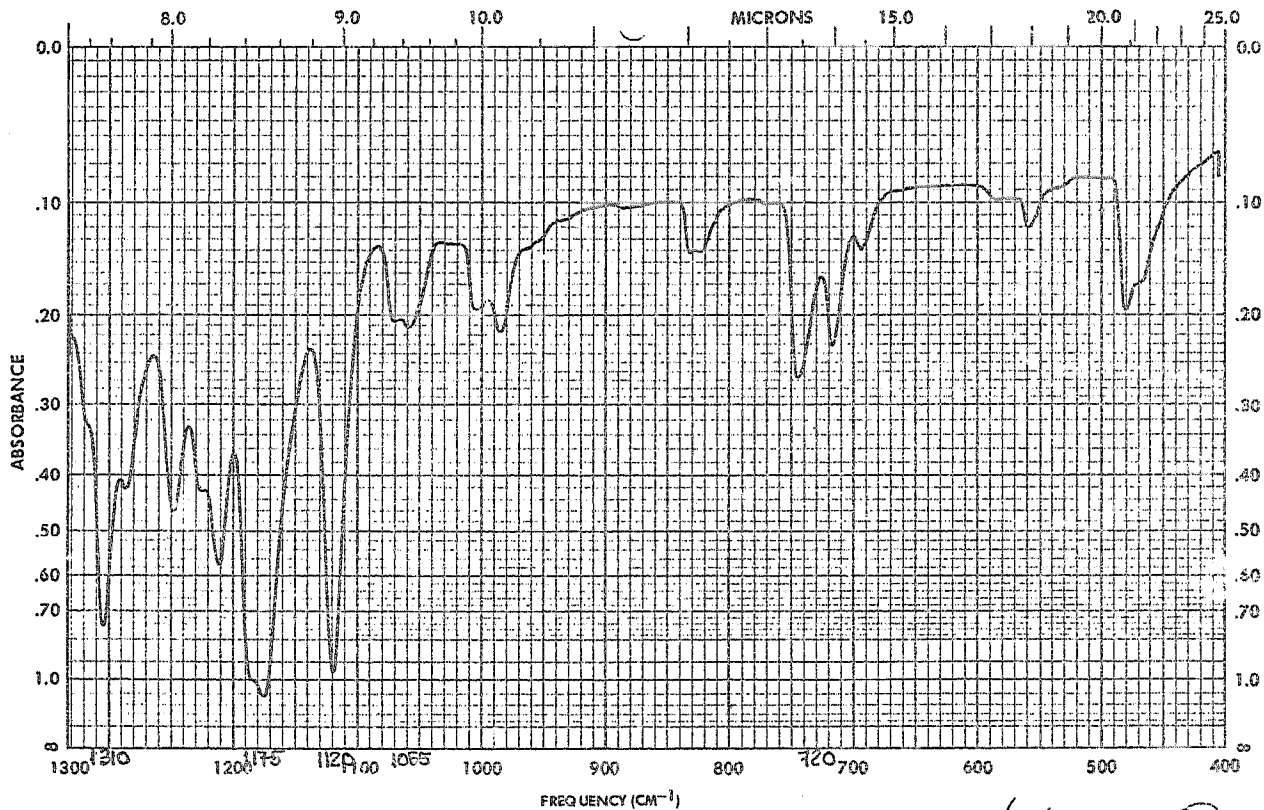
DIDECANOATO DEL DIOXIDO DE TRIDIGLICOL



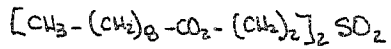
IRVE No. <u>6021</u>	SCAN SPEED <u>1/2</u>	OPERATOR <u>[Signature]</u>
INC <u>-</u>	SLY <u>1/2</u>	DATE <u>3/11/70</u>
ILL PATH <u>-</u>	REMARKS <u>fractura</u>	
REFERENCE <u>[Signature]</u>		

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®



DIDECANOATO DEL DÍOXIDO DE HIDROLICOL



- CONT. -

FREQ UENCY (CM ⁻¹)	
VE No. <u>61031</u>	SCAN SPEED <u>fast</u> OPERATOR <u>J. S. S.</u>
JC. <u>-</u>	SLIT <u>-</u> DATE <u>11/10/70</u>
PATH <u>-</u>	REMARKS <u>part 11/10/70</u>
REFERENCE <u>11-70</u>	

IMPRESO EN MEXICO

PERKIN-ELMER®

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

- (1) Reichstein, T. *Helv. Chim. Acta*, 19, 29 (1936).
- (2) Reichstein, T., y Goldschmidt, *Helv. Chim. Acta*, 19, 401 (1936)
- (3) Ruzicka, L., M.W. Goldberg y H. Meister, *Helv. Chim. Acta* 23, 599 (1940).
- (4) Pfiffner, J.J., y H.B. North, *J. Biol. Chem.*, 136, 781 (1940).
- (5) Williams, K.I.H., S.H. Burstein, y D.S. Layne, *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.*, 122, 865 (1966).
- (6) Williams, K.I.H., S.H. Burstein, y D.S. Layne, *Arch. Biochem* 113, 251 (1966).
- (7) Williams, K.I.H., K.S. Whittemore, T.N. Mellin y D. S. Layne, *Science*, 149, 203 (1965).
- (8) Huckler, H.B., P.M. Ahmad, E. A. Miller, *J. Pharmec. Exp Ther.*, 154: 176 (1966).
- (9) Huckler, H.B., P.M. Ahmad, E.A. Miller, y R. Brobyn, *Nature* 209, 619 (1966).
- (10) Huckler H.B., J.K. Miller, A. Hochberg, R.D. Brobyn, F. H. Riordan y B. Calesnick, *J. Pharmac. Exp. Ther.*, 155 309 (1967).
- (11) Lange N.A., *Handbbok of Chemistry*; Therth edition. Mc. Graw Hill Book Co. Inc., New York (1961).
- (12) H \ddot{o} chster Farw., D.R.P. 339 690, 340 552; C. 1921 II, 128, IV, 960, 1325; Frdl. 13, 614; Geigy A.G., D.R.P. 400 684; C. 1924 II, 2421; Frdl. 14, 1119.
- (13) H \ddot{o} chster Farbw., D.R.P. 375 883; C. 1923 IV, 331; Frdl. 14, 1122.
- (14) Price y O.H. Bullit, *J. Org. Chem.* 12, 242 (1947).
- (15) H \ddot{o} chster Farbw., D.R.P. 360 980, 365 170, 365 171; C. 1923II, 477; Frdl. 14, 161, 162, 164.
- (16) Meyer V., B. 19, 3259 (1886).

- (17) Chichibabin, A.E., French Patent 769, 216 (1934).
- (18) Nenitzescu, C.D., and Scarlatescu, N. Antigaz (Bucharest), 9, No. 9/10, 12-21; No. 11/12, 3-11 (1935).
- (19) Ford Moore, Soc. 2126, 2127, 2436 (1949).
- (20) Lewin, J. Pr. Chem. 2, 127, 84, 85, 77 (1930).
- (21) Bougault, R., C.r. 171, 355
- (22) Wilson, Fuller, Schur, Am. Soc. 44, 2869.
- (23) Steinkopf, Herold, Stöhr, B. 53, 1008, 1011.
- (24) Grignard, Rivat, Scatchard, A. Ch. 9; 15, 9.
- (25) St., H., St.
- (26) Fromm, Ungar, B. 56, 2288.
- (27) Höchster Farb., D.R.P. 400 311; C. 1925 I, 293; Frdl. 14 165.
- (28) Fromm, Kohn, B. 54, 320.
- (29) Major, Bl. 4; 41, 635.
- (30) Sease, Niemann, Swift, Anal. Chem. 19, 197 (1947).
- (31) Polya, Ind. Eng. Chem. Anal. 15, 360 (1943).
- (32) Donald F. Othmer y D.Q. Kern, Ind. Eng. Chem. 32, 2 (1940) 161, 160.
- (33) Dyer J. R., Applications of Absorption Spectroscopy of Organic Compounds. Prentice-Hall, Ind., Englewood -- Cliff, N.J. (1965).
- (34) Vakanishi K. Infrared Absorption Spectroscopy, Nankodo Company Limited. Tokyo (1962).
- (35) Beilstein, Handbuch der Organischer Chemie II 142.