

66
2 efi



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"EVALUACION DE LA SINTESIS DEL
2-METOXIPROPENO A NIVEL LABORATORIO PARA
SU PRODUCCION INDUSTRIAL A PARTIR DEL
2,2-DIMETOXIPROPANO"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A
RAMON GARCIA PINEDA



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



MEXICO, D. F.

EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

1998



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.


JURADO ASIGNADO

Presidente.	Prof.	SALAZAR VELA GUILLERMINA
Vocal.	Prof.	MEDINA OROPEZA JAIME
Secretario.	Prof.	CRUZ GOMEZ MODESTO JAVIER
1er. Suplente.	Prof.	MARAMBIO DENNETT EDUARDO
2o. Suplente.	Prof.	LEON CEDEÑO FERNANDO

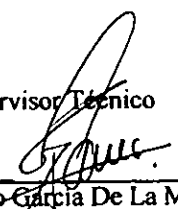
SITIO DONDE SE REALIZO EL TEMA:

Laboratorio E-212
Edificio E, Facultad de Química, UNAM.

Asesor


Dr. M. Javier Cruz Gómez.

Supervisor Técnico


Dr. Gustavo García De La Mora.

Sustentante


Ramón García Pineda.

260052

DEDICATORIAS

A mis padres Pedro García Pérez y Rosario Pineda Sánchez por que con su dedicación y apoyo me han permitido llegar hasta este importante escalón de mi vida.

A la memoria de mis abuelos Manuel[†] Pineda C. y Ramón[†] García M. por los maravillosos recuerdos que me han dejado, mis abuelas Hermelinda Sánchez P. y Ceberina Pérez R. por el cariño y aliento brindado.

A mi tío Vicente Pineda S. Por ser un gran amigo y un excelente guía en una importante etapa de mi vida.

A la Sra. Guadalupe Martínez, Josefina Ramírez, Ma. Del Socorro Osorio, al Ing. Rubén Amaya, a Coqui y Enna, por su amistad, cariño y por toda la ayuda que me han brindado, ya que sin ella todo habría sido más difícil.

A mi esposa Estela Valdovinos Velázquez por su ayuda, amor, **paciencia** y continuo estímulo para seguir adelante.

A mis hermanos Martín, Santiago, Edgar, Juan, Rosario y Yesenia, que siempre me han alentado a seguir adelante.

A mis tíos y primos que siempre me han brindado su amistad y cariño.

AGRADECIMIENTOS

Deseo expresar mi agradecimiento, en primer lugar, al Dr. M. Javier Cruz Gómez, Por la confianza que depositó en mi, su gran apoyo y todo el tiempo que me dedicó para la realización de esta tesis y otros proyectos. Quiero expresar también mi agradecimiento al Dr. Gustavo García de la Mora por su valiosa asesoría en química orgánica para el desarrollo de las reacciones y el análisis de los espectros de IR. Agradezco también al I. Q. Miguel Agustín Domínguez y al M. en C. Néstor Noé López Castillo, por su asesoría técnica para la operación del equipo de cromatografía para el análisis cromatográfico de los productos.

También expreso mi agradecimiento a los profesores Guillermina Salazar Vela, Jaime Medina Oropeza, por sus críticas y acertados comentarios durante la revisión de este trabajo.

A la Facultad de Química por permitirme realizar los experimentos dentro de sus instalaciones, en el laboratorio E-212.

A todos mis compañeros y amigos del laboratorio E-212 con los quienes compartí inolvidables momentos.

Ramón García Pineda
C. U. México D. F.

Í N D I C E

ÍNDICE DE TABLAS

ÍNDICE FIGURAS

ÍNDICE DE GRÁFICAS

INTRODUCCIÓN	1
--------------	---

CAPITULO I

2. ANTECEDENTES	4
2.1. PREPARACIÓN DE ACETALES	4
2.1.1. Preparación de acetales a bajas temperaturas	5
2.2. MECANISMOS DE REACCION	7
2.2.1. Adición nucleofílica de alcoholes para la formación de acetales	8
2.2.2. Mecanismo de la formación de un acetal	9
2.2.3. Reversibilidad de la reacción de formación de un acetal	10
2.2.4. Mecanismo de la hidrólisis de ésteres inducida por una base	11
2.2.5. Mecanismo de reacción para la formación del 2,2-dimetoxipropano	13
2.2.6. Mecanismo de reacción para la formación del 2-metoxipropano a partir del anhídrido acético	14
2.2.7. Mecanismo de reacción de la hidrólisis del acetato de metilo	15
2.2.8. Mecanismo de reacción para la formación del 2-metoxipropano a partir del anhídrido succínico	17

2.3. 2,2-DIMETOXIPROPANO	18
2.3.1. Propiedades físicas y químicas del 2,2-dimetoxipropano	18
2.3.2. Usos del 2,2-dimetoxipropano	20
2.4. 2-METOXIPROPENO	21
2.4.1. Propiedades físicas y químicas del 2-metoxipropeno	21
2.4.2. Usos del 2-metoxipropeno	23
2.5. ANHÍDRIDO ACÉTICO	25
2.5.1. Propiedades físicas y químicas del anhídrido acético	25
2.5.2. Usos anhídrido acético	26
2.5.3. Producción del anhídrido acético	27
2.6. ANHÍDRIDO SUCCÍNICO	28
2.6.1. Propiedades físicas y químicas del anhídrido succínico	28
2.6.2. Usos del anhídrido succínico	30
2.6.3. Hidratación y deshidratación del anhídrido succínico	30
2.6.4. Manufactura y procesamiento del anhídrido succínico	31
2.6.5. Productores del anhídrido succínico	32

CAPITULO II

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	34
3.1. PRODUCCIÓN DEL 2,2-DIMETOXIPROPANO	35
3.1.1. Material y reactivos	36
3.1.2. Técnica para el desarrollo de las reacciones	37

3.1.3. Purificación del 2,2-dimetoxipropano	38
3.1.4. Manejo del complejo de trifluoruro de boro y éter etílico	42
3.2. PREPARACION DEL 2-METOXIPROPENO	44
3.2.1. Preparación del 2-metoxipropeno a partir de anhídrido acético	44
3.2.2. Material y reactivos	45
3.2.3. Técnica para el desarrollo de las reacciones	46
3.2.4. Separación de productos de reacción	48
3.3. Preparación del 2-metoxipropeno a partir de anhídrido succínico	51
3.3.1. Material y reactivos	51
3.3.2. Técnica para el desarrollo de las reacciones	52

CAPITULO III

4. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS	54
4.1. RESULTADOS DE LA REACCIÓN DEL 2,2-DMP	55
4.1.1. Efecto del sistema de enfriamiento	55
4.1.2. Efecto de la temperatura en la reacción	56
4.1.3. Resultado de las reacciones	56
4.1.4. Resultados de la destilación del 2,2-DMP	60
4.2. RESULTADOS DE LAS REACCIONES DE PRODUCCION DEL 2-MP A PARTIR DEL ANHIDRIDO ACETICO	62
4.2.1. Efecto de la temperatura del agua de enfriamiento del condensador de la columna de rectificación	62
4.2.2. Resultados de las reacciones	63
4.2.3. Resultado de la hidrólisis del acetato de metilo	66

4.2.4. Resultados de la extracción del 2-MP	67
4.3. RESULTADOS DE LAS REACCIONES DE PRODUCCION DEL 2-MP APARTIR DEL ANHIDRIDO SUCCINICO	69
4.3.1. Efecto de la temperatura del agua de enfriamiento	69
4.3.2. Resultado de las reacciones	70
4.4. EVALUACIÓN DE LAS RUTAS DE SINTESIS DEL 2-MP	72

CAPITULO IV

CONCLUSIONES	74
BIBLIOGRAFIA	76
APÉNDICE A . Cromatogramas de los productos de reacción	81

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1. Conversión de cetonas a acetales a 24 y -28 °C	7
Tabla 2.2. Propiedades físicas del 2,2-DMP	19
Tabla 2.3. Densidad y tensión superficial del 2,2-DMP	20
Tabla 2.4. Propiedades físicas y químicas del 2-metoxipropeno	22
Tabla 2.5. Densidad y tensión superficial del 2-MP	22
Tabla 2.6. Propiedades termodinámicas del 2-MP	23
Tabla 2.7. Propiedades físicas del anhídrido acético	26
Tabla 2.8. Producción del anhídrido acético en México	27
Tabla 2.9. Propiedades físicas del anhídrido succínico	29
Tabla 2.10. Principales productores de anhídrido succínico	32
Tabla 2.11. Producción y consumo de anhídrido succínico	33
Tabla 4.1. Resultados del análisis cromatográfico	57
Tabla 4.2. Rendimiento obtenido en la preparación del 2,2-DMP	57
Tabla 4.3. Rendimiento de la reacción del 2,2-DMP	58
Tabla 4.4. Datos de la destilación del 2,2-DMP	61
Tabla 4.5. Resultados de la destilación del 2,2-DMP	62
Tabla 4.6. Análisis cromatográfico de la mezcla destilada	64
Tabla 4.7. Cantidad de productos en la mezcla destilada	65
Tabla 4.8. Resultado de la hidrólisis	67
Tabla 4.9. 2-MP destilado de tolueno	68
Tabla 4.10. Resultado del análisis cromatográfico	70
Tabla 4.11. Cantidad de 2-MP obtenido de las reacciones realizadas	71
Tabla 4.12. Evaluación de las rutas de síntesis	73

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1. Sistema de reacción para la obtención del 2,2-dimetoxipropano	39
Figura 3.2. Sistema para la separación de 2,2-DMP del ácido acético	40
Figura 3.3. Sistema de destilación del 2,2-dimetoxipropano	41
Figura 3.4. Embasado del complejo de trifluoruro de boro y éter etílico	43
Figura 3.5. Sistema de toma del complejo de trifluoruro de boro y éter etílico	43
Figura 3.6. Sistema de reacción para el 2-metoxipropeno a partir de anhídrido acético	47
Figura 3.7. Sistema para la hidrólisis del acetato de metilo	49
Figura 3.8. Sistema de destilación del 2-metoxipropeno	50
Figura 3.9. Sistema de reacción del 2-MP a partir de anhídrido succínico	53

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 4.1. Evolución de la reacción del 2,2-DMP	58
Gráfica 4.2. Perfil del rendimiento en la formación del 2,2-DMP a diferentes cantidades de acetato de mercurio	59
Gráfica 4.3. Perfil de temperatura de las reacciones de producción del 2,2-DMP	60
Gráfica 4.4. Perfil de temperatura en la destilación del 2,2-DMP	61
Gráfica 4.5. Perfil de la primera etapa de destilación del 2-MP	66
Gráfica 4.6. Perfil de temperatura de la destilación del 2-MP de tolueno	69
Gráfica 4.7. Perfil de temperatura de las reacciones del 2-MP a partir de anhídrido succínico	71

INTRODUCCIÓN

La ingeniería química es en la actualidad un cuerpo de procedimientos que permite el fortalecimiento económico de los países, por lo que puede decirse que el ingeniero químico es un elemento muy importante desde el punto de vista económico. Esto hace que las decisiones del ingeniero químico deban buscar siempre lo más económico, lo más rentable: la rentabilidad de los procesos industriales es lo que determina su éxito o su fracaso.

En la mayoría de los procesos químicos, se mezclan los reactivos con el objeto de obtener el producto deseado en una única reacción; sin embargo, los reactivos suelen combinarse en más de una forma, y el producto una vez formado puede a su vez reaccionar para formar algo menos deseable. El resultado de estas reacciones laterales es una pérdida económica: se obtiene menos del producto deseado para una cantidad dada de materias primas, o sea que se tiene que alimentar una mayor proporción de materias primas a fin de obtener una cantidad de producto especificada.

Tanto el 2,2-dimetoxipropano (2,2-DMP) y el 2-metoxipropeno (2-MP) no se producen en México y se sabe de uno o dos productores a nivel mundial, actualmente industrias productoras de fármacos importan el 2-MP a un alto costo, por lo que se pretende producir en México.

El 2,2-DMP es materia prima importante para la preparación del 2-MP. El 2-MP es altamente empleado en la industria farmacéutica como protector de grupos hidroxilo en síntesis orgánica, en la producción de antibióticos y vitaminas.

Empresas farmacéuticas están especialmente interesada en la producción del 2-MP, ya que lo emplean en la preparación de claritromicina, un antibiótico con alta demanda en el mercado mexicano, centroamericano y en el mercado de América del sur.

En la presente tesis experimental se pretende evaluar el método de síntesis del 2,2-DMP a partir de acetato de isopropenilo y metanol. Se pretende evaluar también el método de síntesis del 2-MP a partir de anhídrido acético y anhídrido succínico. El metanol y el anhídrido acético se producen en México y se consiguen a un precio razonable. En cambio el acetato de isopropenilo y el anhídrido succínico no se producen en México y se importan de los Estados Unidos.

En el presente trabajo se determinarán las condiciones de reacción óptimas (temperatura y cantidad de catalizador) en las cuales el acetato de isopropenilo y el 2,2-DMP se transforman en productos, con buenos rendimientos y en las que la formación de subproductos sean mínimos. La parte experimental consta de tres etapas de reacción y son los siguientes:

1. La producción del 2,2-DMP a partir de acetato de isopropenilo y metanol.
2. La producción del 2-MP a partir del 2,2-DMP y anhídrido acético.
3. La producción del 2-MP a partir del 2,2-DMP y anhídrido succínico.

Se discutirán los resultados obtenidos de cada una de las reacciones, para considerar la posibilidad de hacer un escalamiento.

El trabajo de la presente tesis se expone en los siguientes capítulos:

Capítulo I. Antecedentes. En este capítulo se reporta la información recabada de la revisión bibliográfica que sirvió de base para esta investigación.

Capítulo II. Desarrollo Experimental. En este capítulo se describen los materiales y reactivos empleados, se explica la metodología que se llevó a cabo para realizar las reacciones de preparación del 2,2-DMP, del 2-MP y la técnica de purificación de cada producto; se muestran también los sistemas empleados para el desarrollo de las reacciones.

Capítulo III. Resultados y análisis de resultados. En este capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos de cada una de las etapas de la experimentación y el tratamiento de los mismos para la elaboración de gráficas, que facilitan la visualización de los puntos máximos alcanzados.

Capítulo IV. Conclusiones. En este capítulo se describen las condiciones óptimas de reacción para cada una de las reacciones desarrolladas, las ventajas de un método sobre otro, esto en caso del 2-MP y las conclusiones a las que se llegaron una vez concluida la investigación.

CAPITULO I

2. ANTECEDENTES

En el presente capítulo se describen las bases teóricas para la realización de este trabajo experimental, los mecanismos de reacción y los estudios previos en la preparación del 2,2-dimetoxipropano y el 2-metoxipropeno, así también como una descripción de las materias primas principales para la producción del 2-metoxipropeno.

2.1 PREPARACIÓN DE ACETALES

Las cetonas y aldehídos reaccionan con alcoholes para formar acetales $R_2C(OR)_2$. Los acetales formados de cetonas son comúnmente llamados cetales, este término fue recientemente omitido por la nomenclatura de la unión internacional de química pura y aplicada, de sus siglas en inglés IUPAC, y son solamente llamados acetales no importando si fueron formados de una cetona o de un aldehído.

En los años 1896 a 1907, los acetales de cetonas fueron preparados por uno de dos métodos generales. Uno de estos métodos fue la reacción de un orto éster con una cetona para dar el acetal considerado. El segundo método general fue la reacción de un acetileno sustituido con dos moles de alcohol para dar un acetal.^{1,2} Se ha preparado también un acetal haciendo reaccionar acetato de isopropenilo y un alcohol.³ Ambos métodos son satisfactorios con buenos rendimientos de acetales.

Un gran número de acetal aldehídos han sido preparados por reacción de un alcohol con un aldehído, las reacciones de alcoholes y cetonas para formar acetales fueron caracterizadas por Carswell y Adkins y ocurren de manera análoga a las reacciones de aldehídos con alcoholes⁴.

2.1.1. Preparación de acetales a bajas temperaturas⁵

Las cetonas lineales reaccionan directamente con alcoholes simples (metanol, etanol y propanol) para dar acetales, tales como dimetil acetal acetona (2,2-dimetoxipropano), dietil acetal acetona, dimetil acetal butanona y el dipropil acetal acetona, los acetales formados pueden ser fácilmente recuperados del medio de reacción, la formación del acetal se da a bajas temperaturas; ácidos fuertes, incluyendo las resinas de intercambio catiónico del ácido sulfónico resultaron ser buenos catalizadores para estas reacciones.

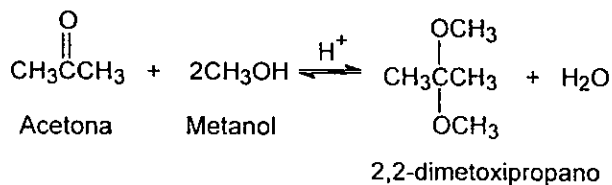
La separación de los acetales de los alcoholes se hace con un lavado de hidróxido de sodio, como lo describen Bond y Klar, y de esta manera se evita el azeótropo formado por el acetal y el alcohol.

El uso de la resina Dowex 50 (resinas de intercambio catiónico del ácido sulfónico) en conjunto con la resina Dowex 2 (resina aniónica de la sal cuaternaria de amonio) hacen posible que el sistema de reacción de buenos resultados con un adecuado control de temperatura. El uso de resinas de intercambio de iones ácidos provee los medios suficientes para alcanzar una alta concentración de ácido que actuará como catalizador, el cual es necesario para aumentar la velocidad de reacción empleando bajas temperaturas. En experimentos donde el catalizador era un ácido soluble, la reacción fue extremadamente lenta. Los catalizadores (resinas) tienen una

larga vida, después de tres meses de uso continuo no se detectó una disminución en su actividad.

Soluciones de alcohol y cetonas fueron lentamente pasadas sucesivamente a través de una cama de resina catiónica en su forma ácida y una cama de resina aniónica en su forma básica, en ambos casos manteniendo la temperatura deseada. El flujo fue lo suficientemente lento para alcanzar el equilibrio a bajas temperaturas en la cama de resina ácida. Cuando el flujo pasa sobre la cama de resina básica entonces es removido el ácido disuelto que lleve consigo y de esta manera se prevé eficientemente una buena reacción reversible debido a un cambio subsecuente de la temperatura en la posición del equilibrio. La solución de reacción libre de ácido, es retirada del reactor y puede ser almacenada a temperatura ambiente para ser destilada sin tratamiento posterior, sin embargo, una pequeña cantidad de hidróxido de sodio o metilato de sodio fue usualmente agregado antes de la destilación para asegurar que se mantiene la alcalinidad. La presencia de un ácido no solamente puede cambiar la composición de los productos si no que también puede causar un craking térmico del acetal acetona para dar un éter insaturado durante la destilación. La conversión fue mayor con acetona y metanol, y menor con etanol, propanol y butanol.

La composición al equilibrio del sistema de reacción alcohol-acetona fue determinado a 24 °C y -28 °C y en cada caso la formación del acetal fue favorecido a bajas temperaturas, especialmente el sistema metanol-acetona para dar el 2,2-dimetoxipropano (2,2-DMP), la reacción se ilustra de la siguiente manera:



En la tabla 2.1 se muestra la composición al equilibrio del sistema de reacción alcohol-acetona.

Tabla 2.1. Conversión de cetonas a acetales a 24 y -28°C.

Cetona	Alcohol	Conversional	Conversional
		24°C	28°C
Acetona	Metanol	11	32
Acetona	Etanol	2	17
Acetona	Propanol	2	19
Acetona	Butanol	<1	17
2-Butanona	Metanol	7	24
3-Pentanona	Metanol	3	13

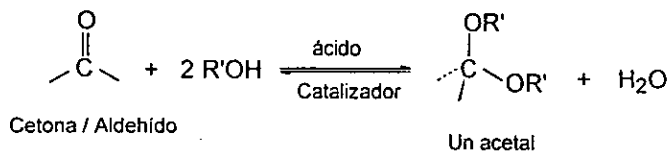
2.2. MECANISMOS DE REACCION ⁶

El estudio de los mecanismos de reacción no presenta solamente un interés teórico, sino que presenta grandes apoyos, para la solución de problemas en los numerosos campos de la práctica de la química orgánica.

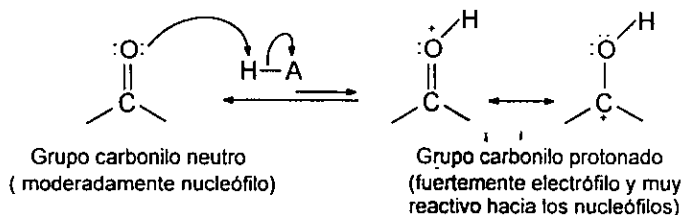
A continuación se describen los mecanismos de las reacciones desarrolladas en el presente trabajo experimental, mediante los cuales se llevan a cabo las reacciones en cuestión.

2.2.1. Adición nucleofílica de alcoholes para la formación de acetales

Cetonas y aldehídos reaccionan en forma reversible con alcoholes en presencia de un catalizador ácido anhidro para producir acetales, $R_2C(OR)_2$.



Los alcoholes son nucleófilos relativamente débiles que se unen lentamente a cetonas y aldehídos en condiciones neutras. Sin embargo, en condiciones ácidas el oxígeno del carbonilo (nucleófilo) se protona, y el compuesto protonado que resulta es mucho más reactivo que su antecesor neutro. De este modo, la adición del alcohol ocurre con rapidez.

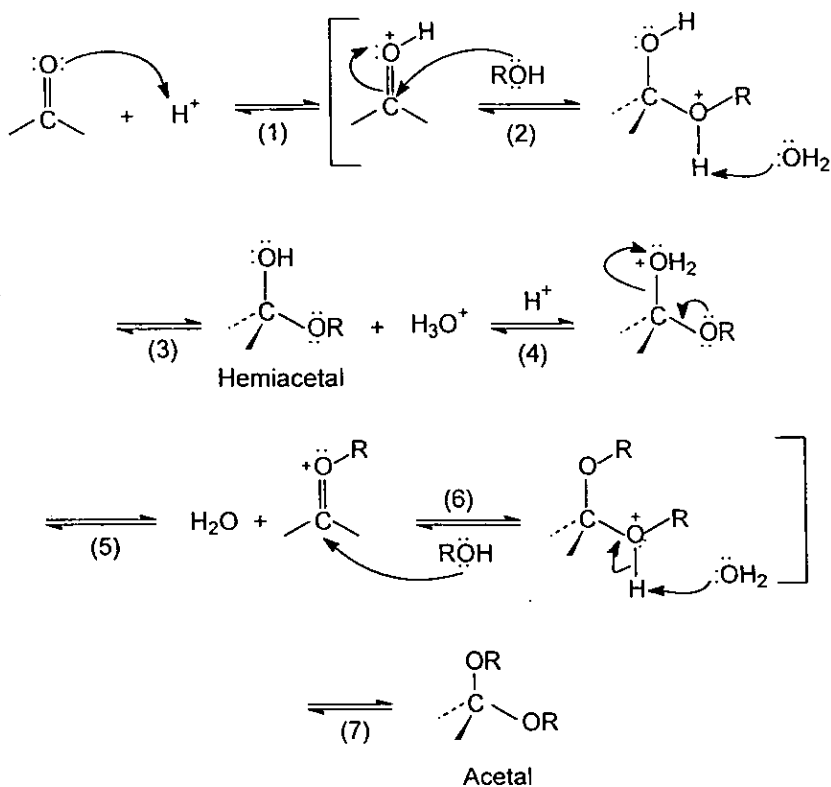


La adición nucleofílica inicial del alcohol al grupo carbonilo produce un hidroxietér llamado hemiacetal. Los hemiacetales se forman de manera reversible, normalmente con el equilibrio en favor del compuesto carbonílico. Sin embargo en presencia de ácido puede ocurrir una reacción posterior. La protonación del grupo hidróxilo, seguida de la pérdida de agua a través de un mecanismo tipo E1, forma un

cati3n (un ion oxonio, R_3O^+) que une entonces un segundo equivalente de alcohol para producir el acetal.

2.2.2. Mecanismo de la formaci3n de un acetal ⁶

El mecanismo de la formaci3n de un acetal catalizada por un 3cido mediante la reacci3n de una cetona o aldehido con un alcohol se explica en los siguientes siete pasos:



1. La protonación del oxígeno carbonílico polariza fuertemente al grupo carbonilo.
2. Se activa el grupo carbonilo para el ataque nucleofílico por el par no compartido del oxígeno del alcohol.
3. La pérdida de un protón produce un hemiacetal neutro como intermediario tetraédrico.
4. La protonación del hidroxilo del hemiacetal lo convierte en un buen grupo saliente.
5. La deshidratación produce un ion oxonio como intermediario.
6. La adición de un segundo equivalente de alcohol origina un acetal protonado.
7. La pérdida de un protón forma el acetal neutro como producto.

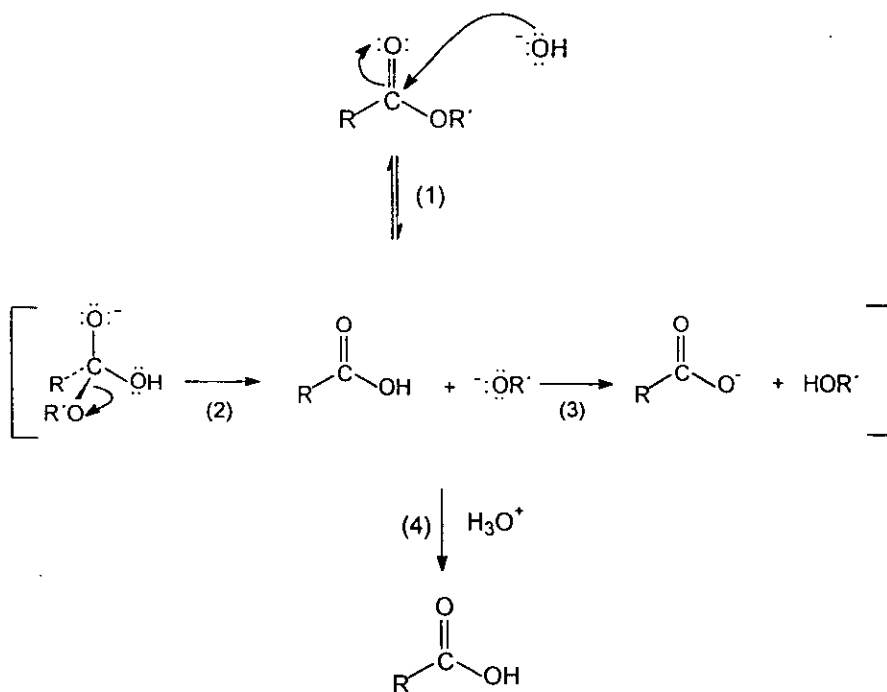
2.2.3. Reversibilidad de la reacción de formación de un acetal ⁶

Puesto que todos los pasos en la formación de un acetal son reversibles, la reacción puede ser desplazada hacia la derecha (del compuesto carbonílico al acetal) o hacia la izquierda (del acetal al compuesto carbonílico), dependiendo de las condiciones elegidas. La reacción hacia la derecha se favorece eligiendo condiciones que eliminen agua del medio y por tanto desplazan el equilibrio hacia la derecha. En la práctica, con frecuencia esto se hace eliminando el agua por destilación tan pronto como se forma. La reacción inversa se logra tratando el acetal con un ácido inorgánico en presencia de un exceso de agua para llevar el equilibrio hacia la izquierda.

2.2.4. Mecanismo de la hidrólisis de ésteres inducida por una base ⁶

La hidrólisis es una reacción característica de los ésteres para la obtención de alcoholes, fenoles y ácidos.

La hidrólisis de los ésteres ocurre por la vía de sustitución nucleofílica. La hidrólisis de ésteres en soluciones básicas se llama saponificación (del latín *sapo*, saponism *jabón*), y se puede explicar en los siguientes cuatro pasos.



1. La adición nucleofílica del ion hidróxido al grupo carbonilo del éster produce el intermediario alcoxi tetraédrico.
2. La eliminación del ion alcoxi genera el ácido carboxílico.
3. El ion alcóxido sustrae el protón ácido del ácido carboxílico y produce un ion carboxilato.
4. La protonación del ion carboxilato por adición de ácido mineral acuoso produce el ácido carboxílico libre.

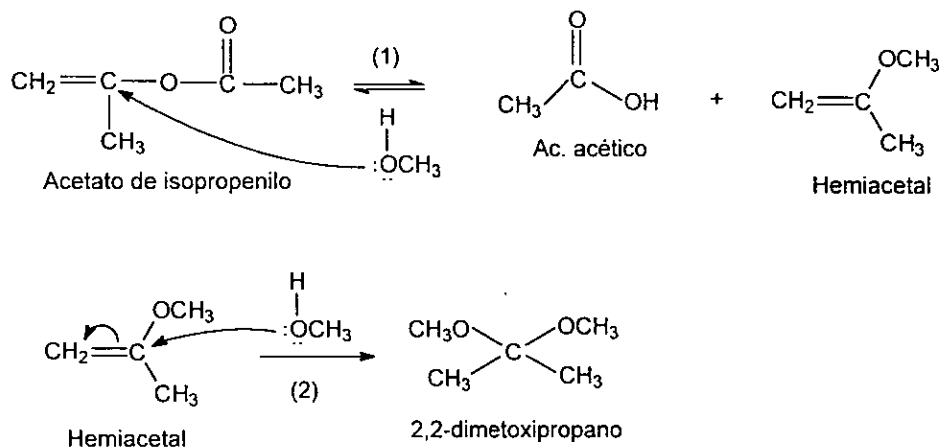
Una base promueve la hidrólisis de ésteres porque proporciona el reactivo fuertemente nucleófilo OH^- . La reacción implica la ruptura del enlace entre el oxígeno y el grupo acilo, $\text{RCO} - \text{OR}'$. Esta reacción es irreversible esencialmente, puesto que un anión carboxilato estabilizado por resonancia demuestra poca tendencia a reaccionar con un alcohol.

Las reacciones de hidrólisis que involucran intermediarios tetraédricos están sujetos a efectos estéricos y electrónicos. Los sustituyentes receptores de electrones facilitan la hidrólisis básica, mientras que las especies donadoras de electrones y voluminosas la retardan.

2.2.5. Mecanismo de reacción para la formación del 2,2-Dimetoxipropeno ⁶

La reacción de formación del 2,2-DMP es catalizada con acetato de mercurio y el complejo de trifluoruro de boro y éter etílico (BF₃/éter), el BF₃ se une al oxígeno del grupo carbonilo para activar al ataque del metanol al carbono de la doble ligadura y el acetato de mercurio se une al doble enlace del hemiacetal formado para activar el ataque de la segunda molécula de metanol al carbono saturado del hemiacetal y formar el 2,2-DMP.

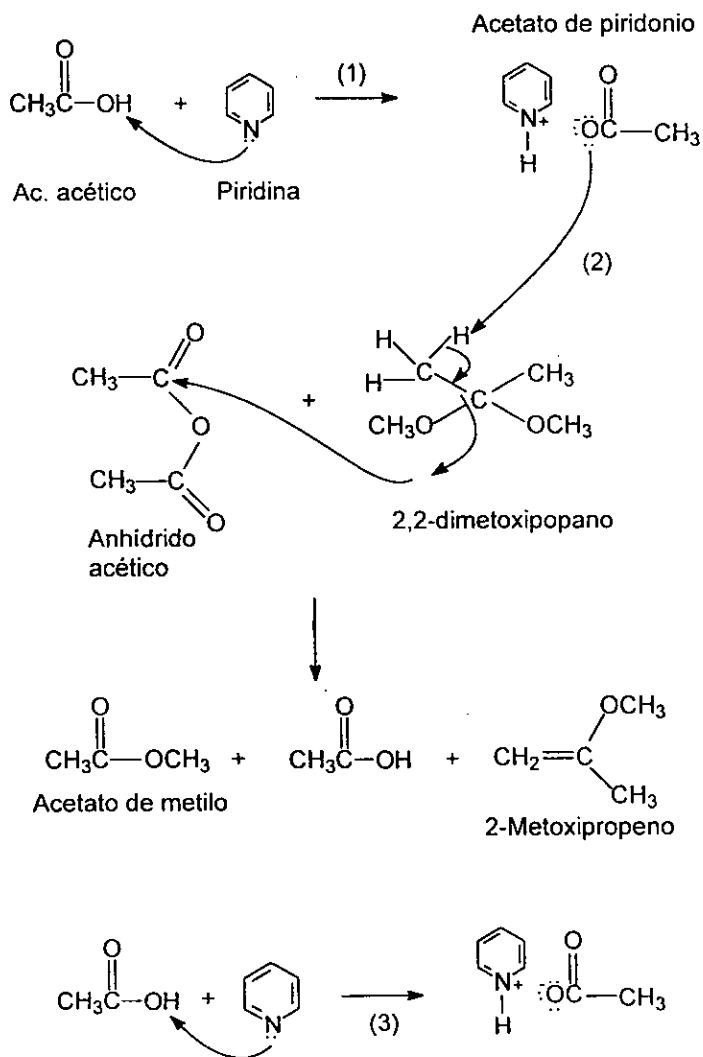
El mecanismo de reacción propuesto de la preparación del 2,2-DMP a partir de acetato de isopropenilo y metanol se describe en los dos pasos siguientes:



1. Ataque nucleofílico por el oxígeno del metanol para dar ácido acético y el hemiacetal.
2. El hemiacetal en medio ácido, es muy inestable para poderlo aislar. Al hemiacetal se adiciona otro equivalente de metanol y se forma el 2,2-DMP.

2.2.6. Mecanismo de reacción para la formación del 2-metoxipropeno a partir del anhídrido acético ⁶

El mecanismo de reacción para la formación del 2-MP a partir del anhídrido acético se describe en los tres pasos siguientes:

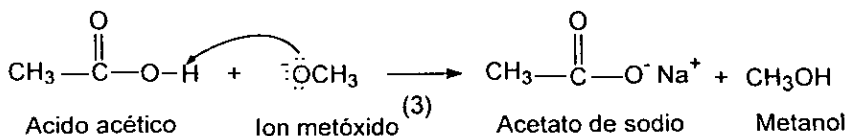
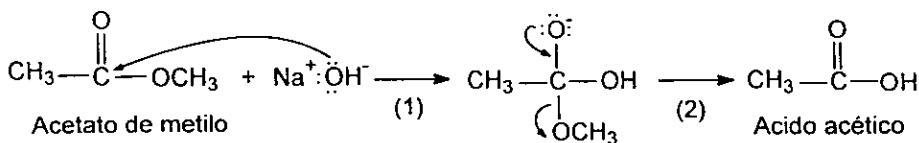


1. El par no compartido del nitrógeno, de la piridina sustrae el protón del hidroxilo del ácido acético para formar el acetato de piridonio.
2. El ion acetato sustrae un protón de un metilo del 2,2-DMP, la pérdida del protón provoca la salida de un metoxilo y el metoxilo se une al carbono carbonílico del anhídrido acético formándose acetato de metilo, ácido acético y 2-metoxipropeno
3. El ácido acético formado en la reacción del paso dos, forma más acetato de piridonio.

2.2.7. Mecanismo de reacción de la hidrólisis del acetato de metilo ⁶

Cuando se emplea el anhídrido acético como materia prima para la preparación del 2-MP, se obtiene como subproducto el acetato de metilo. El acetato de metilo codestila con el 2-MP, y es hidrolizado *in situ* para obtener finalmente el 2-MP puro.

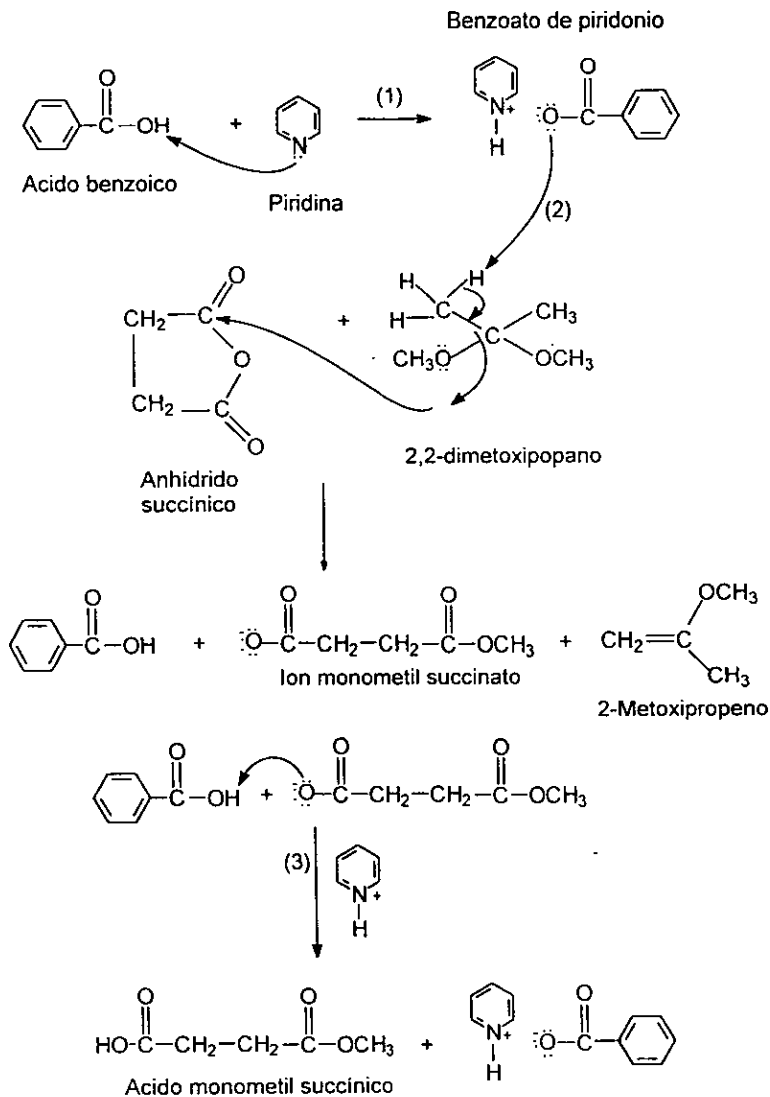
La hidrólisis básica del acetato de metilo se puede explicar en los tres pasos siguientes:



1. El ion hidróxido ataca al carbono carbonílico del acetato de metilo.
2. Formación intermedia de un compuesto tetraédrico, donde es desplazado el ion metóxido para formar ácido acético.
3. El ácido acético formado, es desprotonado por el ion metóxido desplazado de compuesto tetraédrico, y finalmente se forma acetato de sodio y metanol.

2.2.8. Mecanismo de reacción para la formación del 2-metoxipropeno a partir del anhídrido succínico ⁶

El mecanismo de reacción propuesto para la preparación del 2-MP a partir del anhídrido succínico se describe en los tres pasos siguientes:



1. El par no compartido del nitrógeno de la piridina sustrae el protón del hidroxilo del ácido benzoico para formar el benzoato de piridonio.
2. El ion benzoato sustrae un protón de un metilo del 2,2-DMP, la pérdida del protón provoca la salida de un metoxilo y el metoxilo se une al carbono carbonílico del anhídrido succínico, formándose ácido benzoico, el ion monometil succinato y 2-metoxipropeno
3. El ion monometil succinato sustrae el protón del ácido benzoico para formar ácido monometil succínico, y el ion benzoato forma benzoato de piridonio con el radical piridonio presente en el medio.

2.3. 2,2-DIMETOXIPROPANO

El 2,2-DMP es un acetal, también es denominado como dimetil acetal acetona, este acetal fue preparado por primera vez por Brow y Lorette para la formación directa de ésteres metílicos.

2.3.1. Propiedades físicas y químicas del 2,2-dimetoxipropano ⁷

El 2,2-DMP es un líquido incoloro y tiene olor característico similar al mentol, es estable en medio alcalino y extremadamente inestable en presencia de ácidos fuertes y es hidrolizado con facilidad para formar metanol y acetona.⁵ Es irritante, sus vapores son narcóticos, pueden irritar los ojos y el sistema respiratorio.

El 2,2-DMP, forma mezclas explosivas con el aire. Así pues es necesario tomar las precauciones adecuadas cuando se caliente 2,2-DMP que haya estado expuesto al aire durante un lapso prolongado.^{7a} Es altamente explosivo cuando es mezclado con percloratos metálicos y bajo calentamiento, especialmente percloratos de manganeso y níquel.^{7b}

Las propiedades físicas del 2,2-DMP se describen en la tabla 2.2. y en la tabla.2.3. se dan datos de densidad y tensión superficial a diferentes temperaturas.

Tabla 2.2. Propiedades físicas del 2,2-DMP.

Propiedades Físicas	Valores
Número de registro CAS	77-76-9
Fórmula molecular	$(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{OCH}_3)_2$
Peso molecular	104.15
Punto de ebullición, °C	83
Punto de flama, °C	-11
Densidad, g/cm^3 a 20 °C	0.847
Capacidad Calorífica a 25 °C, J/mol K	217.7
Índice de refracción n_{D}^{20}	1.3781
Presión de vapor, P (MPa) y T (K).	$\ln(P) = 16.077 - \frac{4023.4}{T}$
Límite Mín. de explosividad %	6.0
Límite Máx. de explosividad %	31.0
Temperatura Crítica, °C	257.48
Entalpía de Formación a 298.15 K; kcal/mol.	-101.90
Conductividad Térmica a 21 °C, (W/m K)	0.133

Tabla.2.3. Densidad y tensión superficial del 2,2-DMP.

Temperatura T, °C	Densidad ρ , g/cm ³	Tensión Superficial 10 ⁻³ γ , N/m
20	0.8495	21.44
30	0.8387	20.26
40	0.8281	19.18
50	0.8171	18.08
60	0.8058	17.14
70	0.7946	16.21

2.3.2 Usos del 2,2-dimetoxipropano ⁸

Reactivo usado en la preparación de acetales, acetonidos, isopropilideno derivados de azúcares y nucleosidos, ésteres metílicos de amino ácidos, enol éteres, ésteres de hipofosfito y ésteres de dimetil boranatos.

Además de los usos antes mencionados El 2,2-DMP es empleado principalmente en la industria farmacéutica, y los usos más importantes en este ramo son los siguientes:

- En la preparación de agentes antitumorales⁹ y antivirales^{9a}.
- En la preparación de antihipertensivos¹⁰.
- En la preparación de estimulantes cardiacos¹¹.
- En el preparación de inhibidores de proteasa en el virus de inmunodeficiencia humana (VIH) ¹².

- En la preparación de compuestos análogos a la vitamina D¹³.
- En síntesis de azúcares¹⁴.
- En la preparación y de intermediarios de HMG-CoA un inhibidor de reductasa¹⁵.
- Otros: Insecticidas y es usado como aditivo para gasolinas por la compañía Dow Chemical Company¹⁶.

2.4. 2-METOXIPROPENO¹⁷

El 2-MP (también denominado éter isopropenil metílico) es un alqueno rico en electrones usado en la monoprotección de alcoholes alifáticos, alílicos, y propargílicos; en la protección de peróxidos, cianohidrinas, α -hidroxicetonas y fenoles, 1,2 y 1,3-dioles, empleado en reacciones pericíclicas, en la formación de 2-metoxialil haluros y furanos sustituidos. Se puede producir también por pirólisis del 2,2-DMP.

2.4.1. Propiedades físicas y químicas del 2-metoxipropeno⁷

El 2-MP, es incoloro, su olor es desagradable, sus vapores son irritantes. Es extremadamente flamable y puede arder a temperatura ambiente, es sensitivo a la luz, y las propiedades tóxicas de esta sustancia no han sido investigadas, debe de almacenarse en refrigeración.

Las propiedades físicas y químicas más importantes del 2-MP están reunidas en la tabla 2.4. La tabla 2.5. proporciona datos de densidad y tensión superficial a diferentes temperatura. La tabla 2.6. reúne propiedades termodinámicas.

Tabla 2.4. Propiedades físicas y químicas del 2-metoxipropeno

Propiedad	Valor
Número de registro CAS	116-11-0
Fórmula molecular	$\text{CH}_3\text{C}(\text{OCH}_3)=\text{CH}_2$
Peso molecular	72.11
Punto de ebullición, °C	34-36
Punto de flama, °C	-29
Temperatura de autoignición, °C	190
Densidad, g/cm^3 a 20 °C	0.753
Capacidad Calorífica a 25 °C, J/mol K	162.20
Índice de refracción n_{D}^{20}	1.3830
Presión de vapor, P (kPa) y T (K).	$\ln(P) = 15.653 - \frac{3407.40}{T}$
Temperatura Crítica, °C	206.53
Conductividad Térmica a 28 °C, (W/m K)	0.150

Tabla 2.5. Densidad y tensión superficial del 2-MP.

Temperaturas T, °C	Densidad ρ , g/cm^3	Tensión Superficial 10^{-3} , N/m
15	0.7704	19.8
20	0.7639	19.14
25	0.7561	18.48

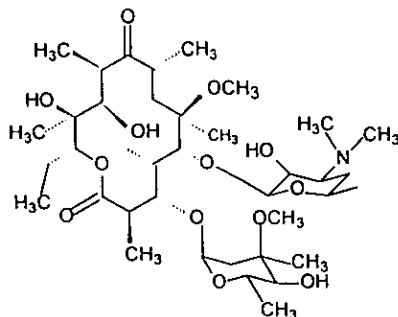
Tabla 2.6. Propiedades termodinámicas del 2-MP.

Temperatura T °C	Presión P kPa	Dens. Líq ρ_L g/cm ³	Dens. Gas ρ_G g/cm ³	Tension Sup 10 ⁻⁷ N/m	Entalpía ΔH_{vap} kJ/mol	Entropía ΔS_{vap} kJ/mol K
26.85	73.5	0.7562	0.00219	18.28	27.52	0.0917
76.85	355.0	0.69369	0.00966	12.23	24.10	0.0689
126.85	1121	0.6180	0.0302	6.70	19.75	0.0494
176.85	2726	0.5076	0.0850	1.95	13.34	0.0296
206.53	4195	0.282	0.282	0.00	0.00	0.00

2.4.2. Usos del 2-metoxipropeno

La finalidad de producir el 2-MP, es para utilizarlo como agente protector de grupos hidroxilo en la producción de un antibiótico de nombre claritromicina (C₃₈H₆₉NO₁₃) a partir de eritromicina, la claritromicina se encuentra en el mercado bajo los siguientes nombres: Biaxin, Clathromycin, Klacid, Klaricid, Macladin, Naxy, Veclan y Zeclar.^{18,19}

La fórmula molecular de la claritromicina es la siguiente:



Claritromicina

El uso potencial del 2-MP se encuentra en la industria farmacéutica y a continuación se mencionan algunos muy importantes:

- Como grupo protector de eritromicina en la producción de la oxima A²⁰.
- En la preparación de antidepresivos como la espiroquinolizina²¹.
- En la preparación de precursores de vitamina A²².
- En la preparación de intermediarios de vitamina A y carotenoides²³.
- En la preparación de anti-inflamatorios y anti-proliferativos disubstituidos y derivados deoxidisubstituidos de α -D-lixofuranósido²⁴.
- Materia prima para la preparación de inhibidores de proteasa en el virus de inmunodeficiencia humana (VIH)²⁵.
- Materia prima para la preparación de piperazinilpentanamida como inhibidores de proteasa en el virus de inmunodeficiencia humana (VIH)²⁶.
- En la preparación de inhibidores de hexosaminidasa²⁷.
- En la preparación de drogas²⁸.
- En la preparación de la oxima fenil piridil cetona, empleada como antihipertensivo y antianginal²⁹.
- Empleado en la preparación de polihidroxipirrolidina un inhibidor de α -galactosidasa en el grano del café³⁰.

Otros: Se emplea en la preparación de agroquímicos.³¹ También es usado como agente protector de grupos hidroxilo en la producción de uretanos y epoxipolímeros³².

2.5. ANHIDRIDO ACETICO ³³

Fue preparado por primera vez por C. F. Gerhardt a partir de cloruro de benzoilo, actualmente se produce a partir de ceteno y ácido acético, es el anhídrido más comercializado por la facilidad de su producción y bajo costo.

2.5.1. Propiedades físicas y químicas del anhídrido acético

El anhídrido acético es un líquido incoloro, más lacrimógeno que al ácido acético, en la industria se usa principalmente para reacciones de acetilación, en síntesis orgánica y como solvente en análisis químico. Se descompone rápidamente bajo calentamiento, en presencia de un ácido mineral. Cuando se mezcla con compuestos de boro (BF_3 , ácido bórico) y peróxido de hidrógeno, resulta una mezcla altamente explosiva.

En la tabla 2.7 se reúnen las propiedades físicas más importantes de anhídrido acético.

Tabla 2.7. Propiedades físicas del anhídrido acético.

Propiedad	Valor
Punto de congelamiento, °C.	-73.13
Punto de ebullición, °C.	139.5
Densidad a 20 °C, g/cm ³	1.0820
Índice de refracción, n _D ²⁰	1.39038
Presión de vapor, P (kPa) y T (K)	$\ln(P) = \frac{14.6497 - 3467.76}{T - 67.0}$
Calor de vaporización, ΔH _v J/g	406.60
Capacidad calorífica, J/kg a 20 °C.	1817
Tensión superficial, dinas/cm	
25 °C	32.16
40 °C	30.20
Viscosidad, cP.	
15 °C	0.971
30 °C	0.783
Conductividad Térmica a 21 °C (mW/m K)	136
Conductividad eléctrica, S/cm.	2.3*10 ⁻⁸

2.5.2. Usos anhídrido acético

El anhídrido acético es usado con frecuencia para producir acetatos y alcoholes complejos para elaborar acetamidas sustituidas a partir de aminas. Por ejemplo, el acetaminofén, un fármaco usado contra el dolor de cabeza, que puede formarse por

reacción de p-hidroxianilina con anhídrido acético. La aspirina se produce de modo parecido por acetilación de ácido o-hidroxibenzoico con anhídrido acético.

2.5.3. Producción del anhídrido acético

Los productores de anhídrido acético en México son Celanese Mexicana, S. A. e Industrias Monfel, S. A. de C. V. y las cifras del mercado se presentan en la tabla 2.8. Se produce de eteno y ácido acético, por oxidación de acetaldehído y carbonilación del acetato de metilo.

La producción en México (tabla 2.8.) ha disminuido de 86908 ton en 1990 a 64915 ton en 1995, esto debido a que parte de la producción era para exportación y actualmente solo se produce para el consumo nacional, sin embargo un incremento en la producción de 61979 en 1994 a 64915 en 1995, lo que indica un incremento en la producción de artículos derivados del anhídrido acético.

Tabla 2.8. Producción del anhídrido acético en México ³⁴

AÑO	1990	1991	1992	1993	1994	1995
PRODUCCION	86908	82505	77370	76559	61979	64915
IMPORTACION	5	1	17	12	0	0
EXPORTACION	4896	23791	32156	28833	14289	10849
C. APARENTE	82017	58715	45231	47738	47690	54066
INCTO. C.A. %	-2.3	-28.4	-23	5.5	-0.1	13.4
CAP. INSTALADA	95000	95000	95000	95000	95000	95000

NOTA: Las cifras están reportadas en toneladas.

2.6. ANHÍDRIDO SUCCÍNICO³⁵

El anhídrido succínico fue obtenido por primera vez por deshidratación del ácido succínico. En los 90's el anhídrido succínico es producido por hidrogenación de anhídrido maleico, desde el punto de vista químico el ácido succínico y el anhídrido son caracterizados por la reactividad de sus dos grupos carboxílicos y por sus dos grupos metilenos.

2.6.1. Propiedades físicas y químicas del anhídrido succínico

El anhídrido succínico es un cristal blanco con formas rómbicas piramidal y bipiramidal, relativamente insoluble en éter, pero soluble en cloroformo y acetato de etilo cuando es calentado cerca del punto de ebullición de estos solventes. Reacciona con agua y alcoholes, dando ácido succínico y monoésteres respectivamente. Si se calienta fuertemente se descarboxila y forma la dilactona del ácido γ -cetopimélico, esta reacción se lleva a cabo a bajas temperaturas en presencia de un álcali y a altas temperaturas en presencia de un álcali provoca una reacción explosiva que hace que no se detenga en la etapa bimolecular. Cuando se maneja anhídrido succínico que contenga trazas de álcali se debe de tener mucho cuidado.

El anhídrido succínico es estabilizado contra los efectos deteriorativos del calor por adición de pequeñas cantidades de ácido bórico (0.5 % en peso), la presencia del ácido bórico disminuye la formación de la dilactona del ácido γ -cetopimélico. En la tabla 2.9 se dan las propiedades físicas más importantes del anhídrido succínico.

Tabla 2.9. Propiedades físicas del anhídrido succínico

Propiedad	Valor
Peso molecular	100.08
Fórmula molecular	C ₄ H ₄ O ₃
Número de registro CAS.	108-30-5
Punto de fusión, °C.	119.6
Punto de ebullición a 1 atm, °C.	261
Punto de sublimación mm Hg	°C
1.00	92
5.004	115
10.0	128
50.015	169
100.015	189
Densidad, 20 °C, g/cm ³	1.2
solubilidad, g/100 g de solvente.	
Cloruro de metileno a ebullición	6.6
Cloroformo a ebullición	3.7
Agua de 0 a 100 °C.	insoluble
Entalpía de formación a 298.15 K, kJ/mol.	-607.8
Entalpía de Combustión, kJ/mol.	-1537.9
Entalpía de fusión, kJ/mol.	20.41
Entalpía de sublimación, kJ/mol.	80.7
Punto de flamabilidad, °C.	147

2.6.2. Usos del anhídrido succínico

El anhídrido succínico es ampliamente usado en la elaboración de productos comerciales, desde farmacéuticos hasta alimenticios y los más importantes son los siguientes:

- **Farmacéuticos:** Tabletas efervescentes, tabletas antisépticas, desinfectantes y antibacteriales, suturas bioabsorbibles, reactivo en la detección de drogas.
- **Alimentos:** Condimentos, succinato de sodio usado como sazonador, preservativos
- **Polímeros y resinas:** Polímeros biodegradables, empaques biodegradables de espumas, epoxi elastómeros, polímeros solubles en agua y en la preparación de cristal líquido.
- **Tratamiento de agua y gas:** Tratamiento de agua para albercas, tratamiento de agua para salones de belleza, como inhibidor de corrosión en el tratamiento de agua para caldera, desulfuración de gas combustible, desinfección y purificación de aire
- **Misceláneos:** Lubricantes sintéticos, fotografía, tratamiento de madera, aditivos para cementos, reguladores en el crecimiento de plantas, insecticidas, pesticidas, pigmentos y tintas.

2.6.3. Hidratación y deshidratación del anhídrido succínico.

El anhídrido succínico reacciona lentamente con agua fría y rápidamente con agua caliente para dar el ácido succínico, por esta razón se debe de tener mucho cuidado de almacenarlo en condiciones totalmente anhidras.

El ácido succínico puede ser deshidratado por calentamiento a 200 °C, para dar anhídrido succínico, opcionalmente en presencia de un solvente. La deshidratación puede ocurrir también cuando se usan arcillas como catalizadores en presencia de acetato de isopropenilo, bajo irradiación de microondas o con carbonato de bistriclorometilo, a temperatura ambiente.

2.6.4. Manufactura y procesamiento del anhídrido succínico

El anhídrido succínico es manufacturado por hidrogenación catalítica de anhídrido maleico, el proceso comercial ampliamente usado para esta reacción es realizado en fase líquida, a temperaturas de 120-180 °C y a presiones moderadas, en el rango de 72-580 psi. Los catalizadores mencionados en la literatura para este proceso son níquel, níquel Raney y paladio. La hidrogenación del doble enlace es exotérmica, $\Delta H = -133.89$ kJ/mol.

El reactor es diseñado para proveer una eficiente remoción de calor y un buen contacto del gas (hidrógeno) con un catalizador sólido y la mezcla líquida de reacción. Dependiendo de la capacidad de la planta, la hidrogenación puede ser batch o continua, la hidrogenación continua es realizada en tres fases en un reactor de cama fija o en cascada de dos a tres reactores continuos de tanque agitados inertizados con nitrógeno.

Después de la separación del catalizador por filtración, el anhídrido succínico crudo es purificado por destilación bajo presión reducida y finalmente se obtiene como hojuelas.

Otro proceso para la producción del anhídrido succínico es la deshidratación de ácido succínico, empleando un solvente con alto punto de ebullición, en presencia de arcillas como catalizador a temperatura ambiente con fosgeno.

El anhídrido succínico se vende en bolsas de polietileno de 25 kg, en tambos de 50 kg y en tambos de 125 kg debe de ser almacenado en un lugar fresco, seco y bien ventilado.

2.6.5. Productores del anhídrido succínico

Los principales productores de anhídrido succínico se enumeran en la tabla 2.10.

Tabla 2.10. Principales productores de anhídrido succínico.

Compañía	País
Búfalo color	Estados Unidos
Lonza SpA	Italia
Chemie Linz	Austria
Kawasaki Kasei	Japón
Nippon Shokubai	Japón
Takeda Chemical	Japón
Kyowa Hakko	Japón
New Japan Chemical	Japón
Con una capacidad instalada total de 18,000 a 20,000 ton/año.	

Tabla 2.11. Producción y consumo de anhídrido succínico.

Producción, Ton/año	Consumo, Ton/año	País
5,000	1500	Estados Unidos
2,500	2,500	Europa
11,000	7,500	Japón
	1,500	Otros

Como se puede apreciar en la tabla 2.10 en México no se produce el anhídrido succínico, sin embargo en estados unidos no se consume todo lo que se produce, como lo muestra la tabla 2.11, por lo que se exporta a México y a América del Sur.

CAPITULO II

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

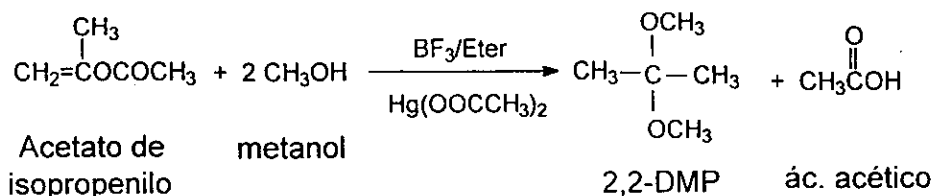
En este capítulo se describirán las técnicas experimentales empleadas para la obtención del 2,2-dimetoxipropano (2,2-DMP) y el 2-metoxipropeno (2-MP). Se describirán también los sistemas de reacción empleados y materiales, las condiciones para el manejo del acetato de mercurio y el complejo de trifluoruro de boro y éter etílico ($\text{BF}_3/\text{éter}$).

En el presente trabajo experimental se realizaron tres etapas de reacción que son los siguientes:

1. La producción del 2,2-dimetoxipropano a partir de acetato de isopropenilo y metanol. El 2,2-dimetoxipropano obtenido se emplea en las dos reacciones siguientes:
2. La producción del 2-metoxipropeno a partir del 2,2-dimetoxipropano y anhídrido acético.
3. La producción del 2-metoxipropeno a partir del 2,2-dimetoxipropano y anhídrido succínico.

3.1. PRODUCCIÓN DEL 2,2-DIMETOXIPROPANO

El 2,2-DMP se obtiene a partir de acetato de isopropenilo y metanol³⁶, en una relación molar de 1 a 2, de acuerdo a la siguiente reacción :



La reacción de producción del 2,2-DMP es altamente exotérmica, y como consecuencia la temperatura del sistema de reacción se incrementa rápidamente hasta 70 °C, el incremento de la temperatura se controla con un baño de agua con hielo en agitación ya que la temperatura no debe rebasar los 50 °C, esto para evitar la evaporación del metanol y por esta razón al sistema de reacción se le adapta un condensador de rosario, en posición de reflujo para regresar los vapores al matraz de reacción.

En la preparación del 2,2-DMP se forma ácido acético como subproducto, para separar el ácido acético del 2,2-DMP se hace una reacción ácido base mediante la adición de hidróxido de sodio, haciendo uso del mismo sistema de reacción. La reacción del ácido acético y el hidróxido de sodio es exotérmica y para evitar que la temperatura supere los 40 °C se mantiene en un baño de agua con hielo.

3.1.1. Material y reactivos

El equipo empleado para la producción del 2,2-DMP se enumera a continuación:

- ◆ Matraz de fondo redondo con tres bocas 24/40, de 500 ml.
- ◆ Refrigerante de rosario de 50 cm de longitud.
- ◆ Embudo de adición de 250 ml.
- ◆ Termómetro para seno de reacción.
- ◆ Recipiente de 2.5 litros para baño de agua con hielo.
- ◆ Recirculador de agua de enfriamiento con flujo de 5 L/min.
- ◆ Placa de agitación magnética con agitador magnético.

Los reactivos que se utilizaron, fueron adquiridos de Aldrich S. A. de C.V. (excepto el metanol) y son los siguientes:

- ◆ Acetato de Isopropenilo, 99%.
- ◆ Complejo de trifluoruro de boro y éter etílico, 99.5%.
- ◆ Acetato de mercurio(II), 98%.
- ◆ Metanol, 98%.

El metanol fue proporcionado por la empresa Resinas y Materiales S.A de C. V. como reactivo grado industrial y fue redistilado en el laboratorio y a través de cromatografía de gases se determinó una pureza del 98%.

3.1.2. Técnica para el desarrollo de las reacciones

El sistema empleado para llevar a cabo la reacción de obtención del 2,2-DMP se muestra en la figura 3.1. y las actividades que se realizaron son las siguientes:

1. En el matraz de tres bocas, de 500 ml, se adicionaron 0.50 g de acetato de mercurio a 90 ml de metanol anhidro. El acetato de mercurio debe de ser pesado rápidamente ya que este compuesto se descompone cuando es expuesto a la luz, si el acetato de mercurio pasa del color blanco a un color amarillo claro; éste se ha descompuesto ya, entonces es necesario realizar nuevamente la pesada. Una vez pesado el acetato de mercurio agregarlo al matraz y con agitación disolverlo rápidamente en el metanol.
2. La mezcla anterior se coloca en un baño de agua con hielo hasta lograr una temperatura cercana a 0° C. Una vez alcanzada la temperatura, se agrega 0.5 ml de BF₃/éter.
3. A lo anterior se le agregaron 100 g de acetato de isopropenilo, gota a gota y con agitación durante un período de 11-15 minutos, entre 0 y 50° C.
4. Después de gotear el acetato de isopropenilo, el sistema se deja en agitación durante una hora a temperatura ambiente.
5. Posteriormente se agregan al sistema 150 ml de hidróxido de sodio al 30 % en peso y a una temperatura de 20 a 40 °, para formar dos fases. El sistema empleado se muestra en la figura 3.2.

6. Luego se separa el material de la fase superior (fase orgánica) en un embudo de separación.

3.1.3. Purificación del 2,2-dimetoxipropano

La fase superior obtenida del paso seis del procedimiento anterior contiene 2,2-DMP y para su purificación se realizan los siguientes pasos:

1. Para eliminar la acetona formada se agrega un volumen de éter igual a la mitad del volumen de la fase orgánica.
2. Se lava cinco veces, con 20 ml de agua destilada cada vez.
3. La solución lavada se seca con 25 g de carbonato de potasio anhidro. El carbonato de potasio es un neutralizante moderado por lo que puede neutralizar pequeñas cantidades de ácido acético que no reaccionó con el hidróxido de sodio y al mismo tiempo absorbe la humedad.
4. Finalmente se destila, para obtener 2,2-DMP puro, el sistema empleado para la destilación del 2,2-DMP se muestra la figura 3.3.

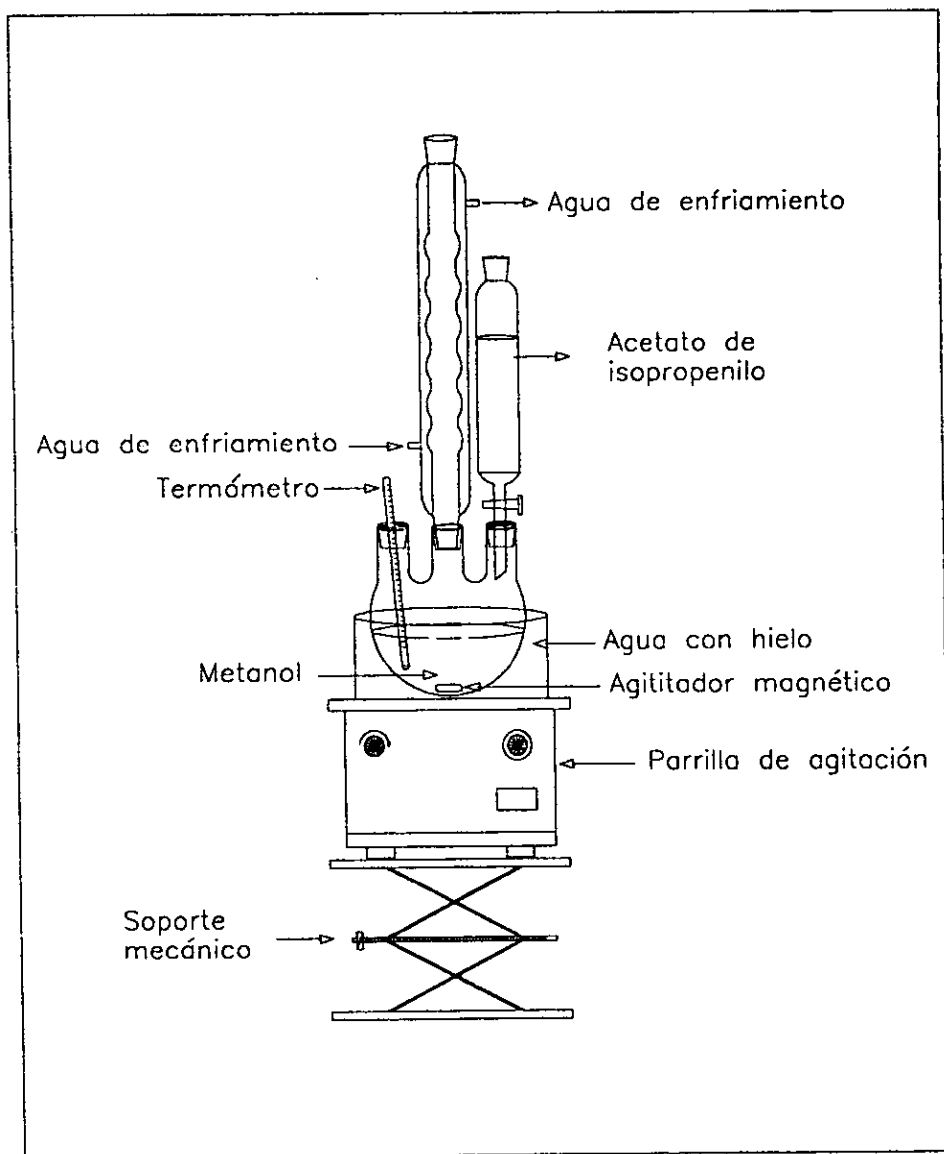
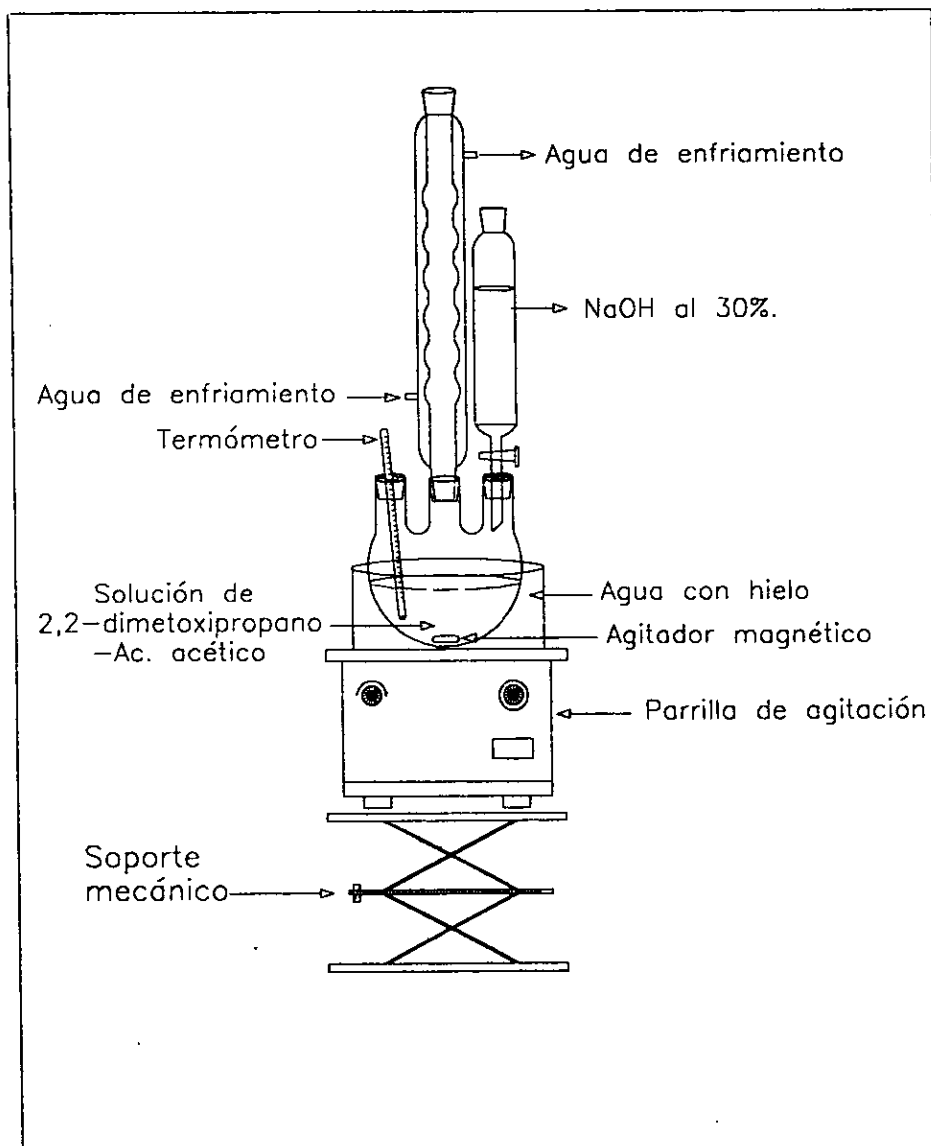


Figura 3.1. Sistema de reacción para la obtención del 2,2-dimetoxipropeno



3.2. Sistema para la separación del 2,2-DMP del ácido acético

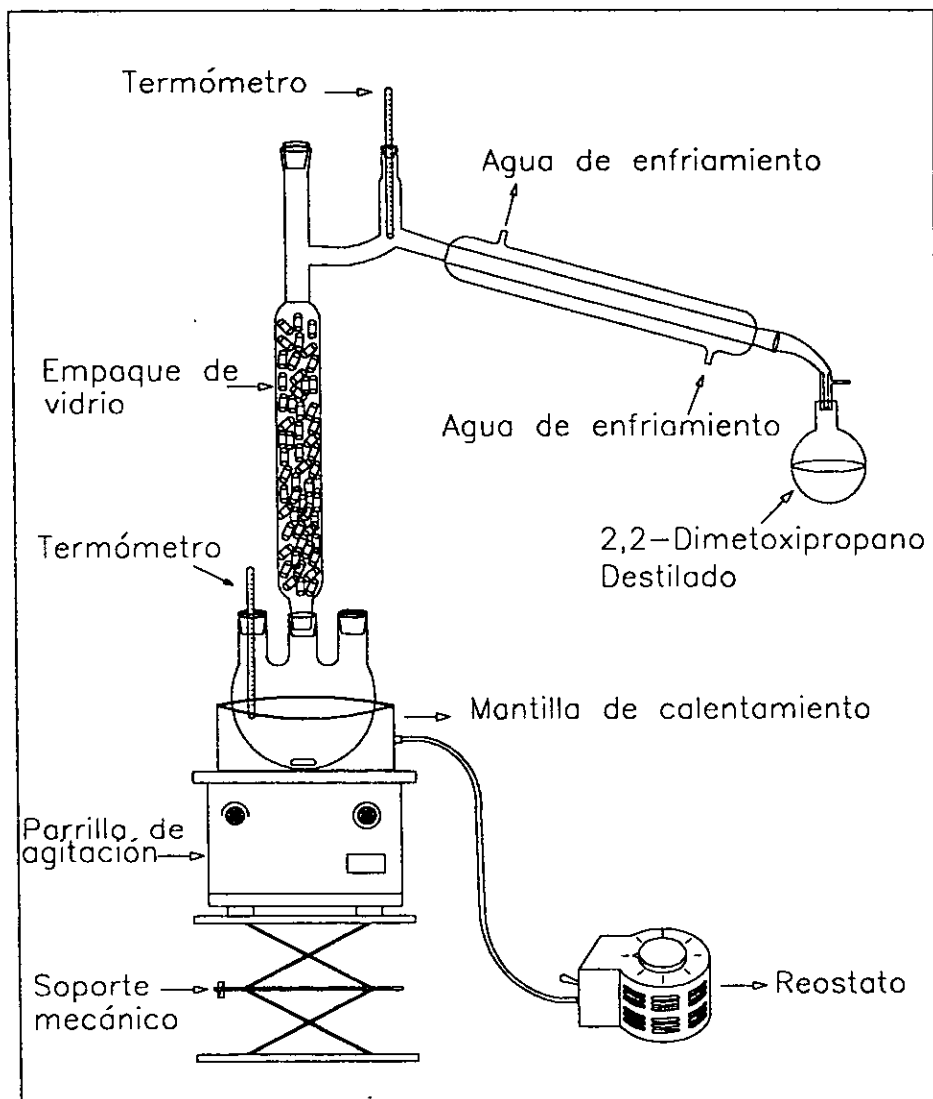


Figura 3.3. Sistema de destilación del 2,2-dimetoxipropano

3.1.4. Manejo del complejo de trifluoruro de boro y éter etílico

Debido a que el $\text{BF}_3/\text{éter}$ es un compuesto sensitivo al aire viene empacado especialmente, como se muestra en la figura 3.4. Por lo tanto debe ser manejado en un ambiente inerte, para evitar que el aire se introduzca al frasco debe ser manejado como lo muestra la figura 3.5.

Para tomar el $\text{BF}_3/\text{éter}$ del frasco contenedor se debe de hacer con una jeringa cuya aguja sea de acero inoxidable de 10 cm de longitud y otra con aguja de 5 cm de longitud para inyectar nitrógeno al frasco.

Primero se introduce al frasco la jeringa con nitrógeno y posteriormente la jeringa para tomar el $\text{BF}_3/\text{éter}$, conforme se va succionando, se va inyectando nitrógeno al frasco, antes de tomar el $\text{BF}_3/\text{éter}$ se debe enfriar a 0°C .

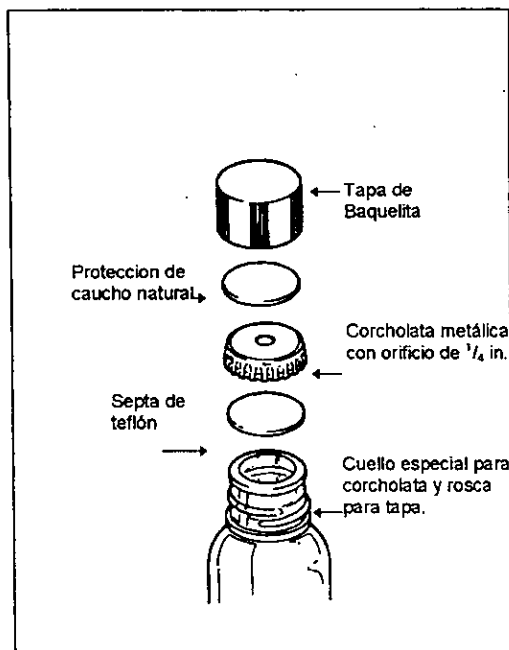


Figura 3.4. Embalado del complejo de trifluoruro de boro y éter etílico

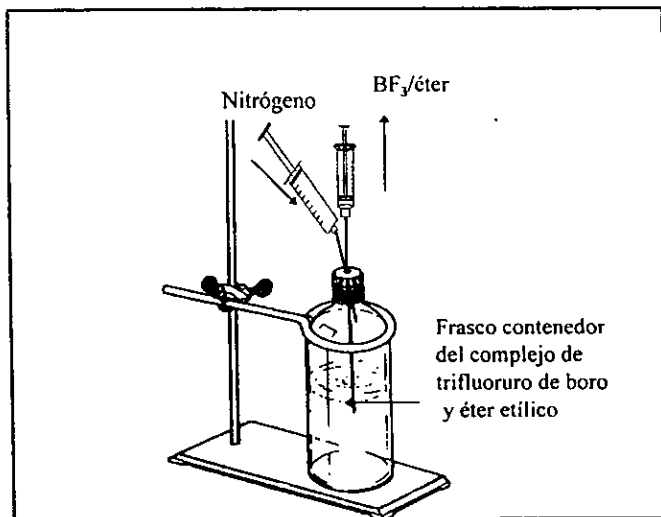


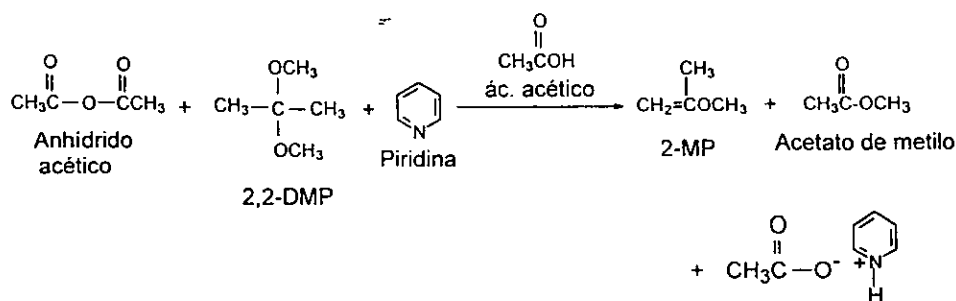
Fig. 3.5. Sistema de toma del complejo de trifluoruro de boro y éter etílico

3.2. PREPARACION DEL 2-METOXIPROPENO

El 2-metoxipropeno se prepara mediante dos técnicas, una a partir de anhídrido acético y otra a partir de anhídrido succínico. A continuación se describen cada una de estas técnicas, los materiales y los reactivos empleados.

3.2.1. Preparación del 2-metoxipropeno a partir de anhídrido acético

Esta técnica consiste en la adición del 2,2-DMP a una solución de anhídrido acético, piridina y ácido acético a temperatura de 110-120°C. La reacción se muestra en el esquema siguiente:



3.2.2 Material y reactivos

El equipo empleado para la producción del 2-metoxipropano se enumera a continuación:

- ◆ Matraz de fondo redondo de 3 bocas 24/40, con capacidad de 2 litros.
- ◆ Columna de rectificación de 50 cm de largo y 2 cm de diámetro interno, empacada con tubo de vidrio de 1 cm de largo y 0.5 cm de diámetro.
- ◆ Refrigerante recto de 35 cm de longitud y 1.5 cm de diámetro.
- ◆ Refrigerante recto de 50 cm de longitud y 1 cm de diámetro.
- ◆ Matraz receptor de fondo redondo de 500 ml, con baño a 0° C.
- ◆ Termómetro para cabeza de destilación.
- ◆ Termómetro para seno de reacción.
- ◆ Embudo de adición de 250 ml, con tubo que se sumerja en la solución.
- ◆ Placa de agitación magnética con agitador magnético.
- ◆ Mantilla de calentamiento para matraz de 2 litros.
- ◆ Reostato de 120 volts.
- ◆ Recirculador de agua de enfriamiento con flujo de 5 L/min.
- ◆ Conector Y para boca 24/40 con tapa roscada para termómetro.

Los reactivos que se utilizaron, fueron adquiridos de Aldrich S. A. de C.V. y son los siguientes:

- ◆ Anhídrido acético 99 %.
- ◆ Piridina.
- ◆ Ácido acético
- ◆ 2,2-dimetoxipropano 95 %.

El 2,2-dimetoxipropano con pureza del 95% fue preparado por el que esto suscribe tal como se describe en el procedimiento anterior.

3.2.3. Técnica para el desarrollo de las reacciones

El equipo utilizado para llevar a cabo la reacción de preparación del 2-MP se muestra en la fig. 3.6. Una vez montado el equipo realizar las siguientes actividades:

1. Adicionar al matraz de 2 litros, 208 ml de anhídrido acético a temperatura ambiente.
2. Adicionar 208 ml de piridina a temperatura ambiente.
3. Adicionar también 21 ml de ácido acético y accionar el agitador magnético.
4. Después de realizar los tres pasos anteriores, mantener la mezcla en agitación y comenzar a calentar hasta una temperatura de 118-120°C.
5. Cuando se ha alcanzado la temperatura de 118-120°C. Comenzar la adición al seno de la solución 208 g de 2,2-dimetoxipropano a una velocidad de 1-1.5 ml/min. (la velocidad de adición está regida por la capacidad de la columna de rectificación ya que para esta reacción, si se aumenta el flujo de adición alcanza a destilar el 2,2-dimetoxipropano, hecho que se refleja en el aumento de la temperatura del destilado.)
6. Continuar el calentamiento por 20 minutos más, que es el tiempo en que deja de destilar el producto. Temperatura interna de la solución, 128°C y la temperatura del destilado es de 27°C.

El destilado obtenido es una mezcla de 2-metoxipropeno con acetato de metilo, el acetato de metilo se debe separar por saponificación.

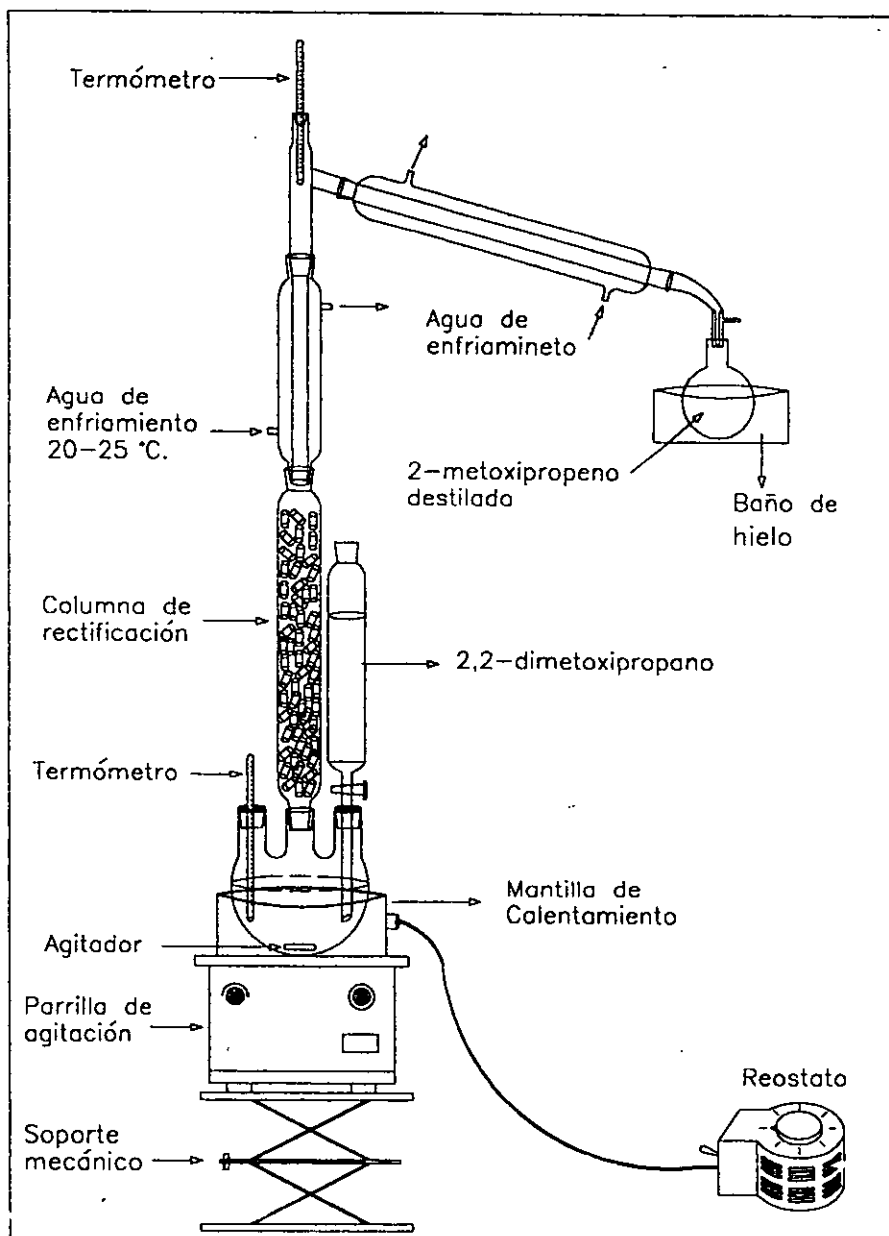


Figura 3.6. Sistema de reacción para el 2-metoxipropeno a partir del ácido acético.

3.2.4. Separación de productos de reacción.

Cuando se emplea el anhídrido acético para la preparación del 2-MP, se forma como subproducto el acetato de metilo y este codestila con el 2-MP; el acetato de metilo se puede separar por hidrólisis básica ya que debido a la alta volatilidad de ambos compuestos no se separan adecuadamente por destilación. La hidrólisis del acetato de metilo se hace en el sistema mostrado en la figura 3.7 de acuerdo a los siguientes pasos:

1. En un vaso de precipitado de 500 ml, se disuelven 140 g de hidróxido de potasio en 120 ml de metanol y 40 ml de agua destilada.
2. A la mezcla de 2-MP y acetato de metilo obtenida, se le agrega lentamente la solución preparada en el paso anterior con agitación a la temperatura de 20 a 30 °C.
2. Se separan las fases en un embudo de separación.
3. La fase superior (2-MP) se le agregan 240 ml de tolueno y se lava tres veces con 40 ml de agua cada vez.
4. Finalmente se destila como lo muestra la figura 3.8.

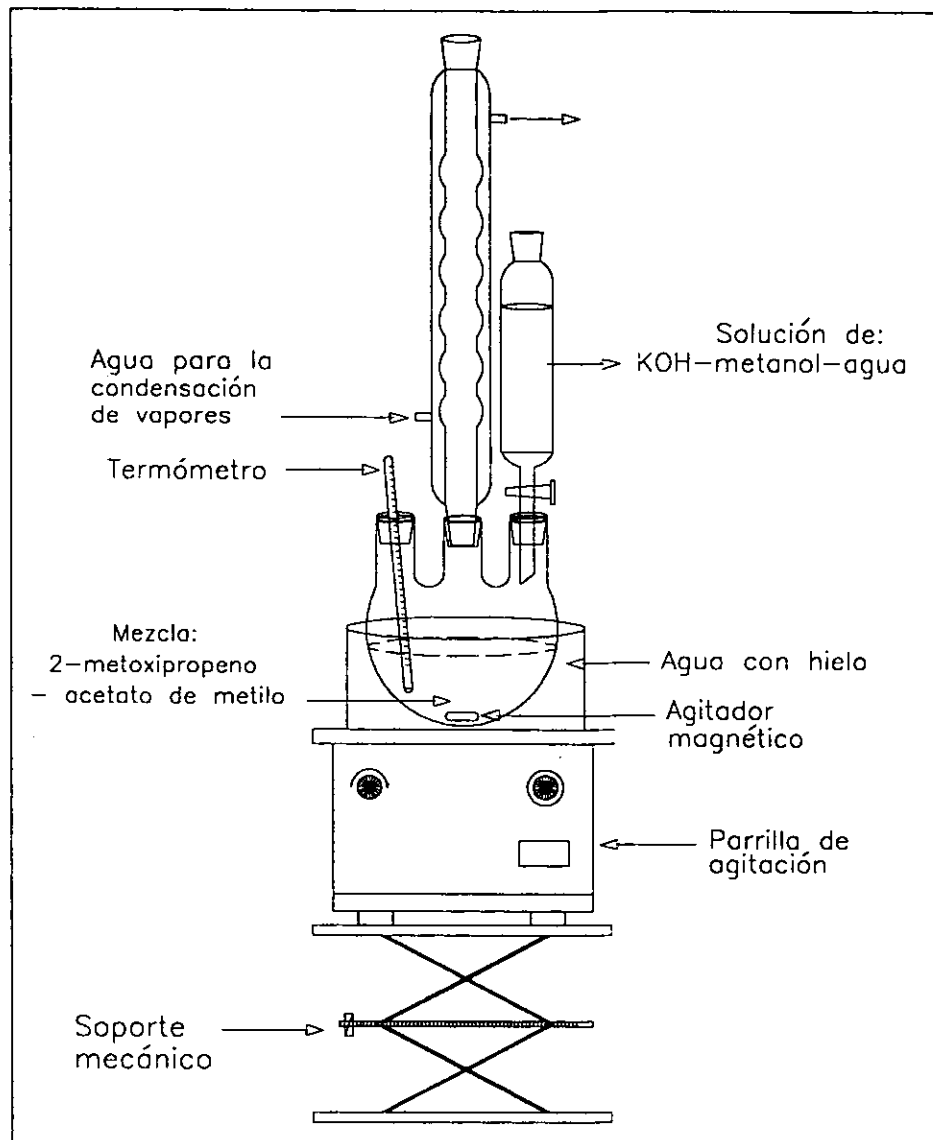


Figura 3.7. Sistema para la hidrólisis del acetato de metilo.

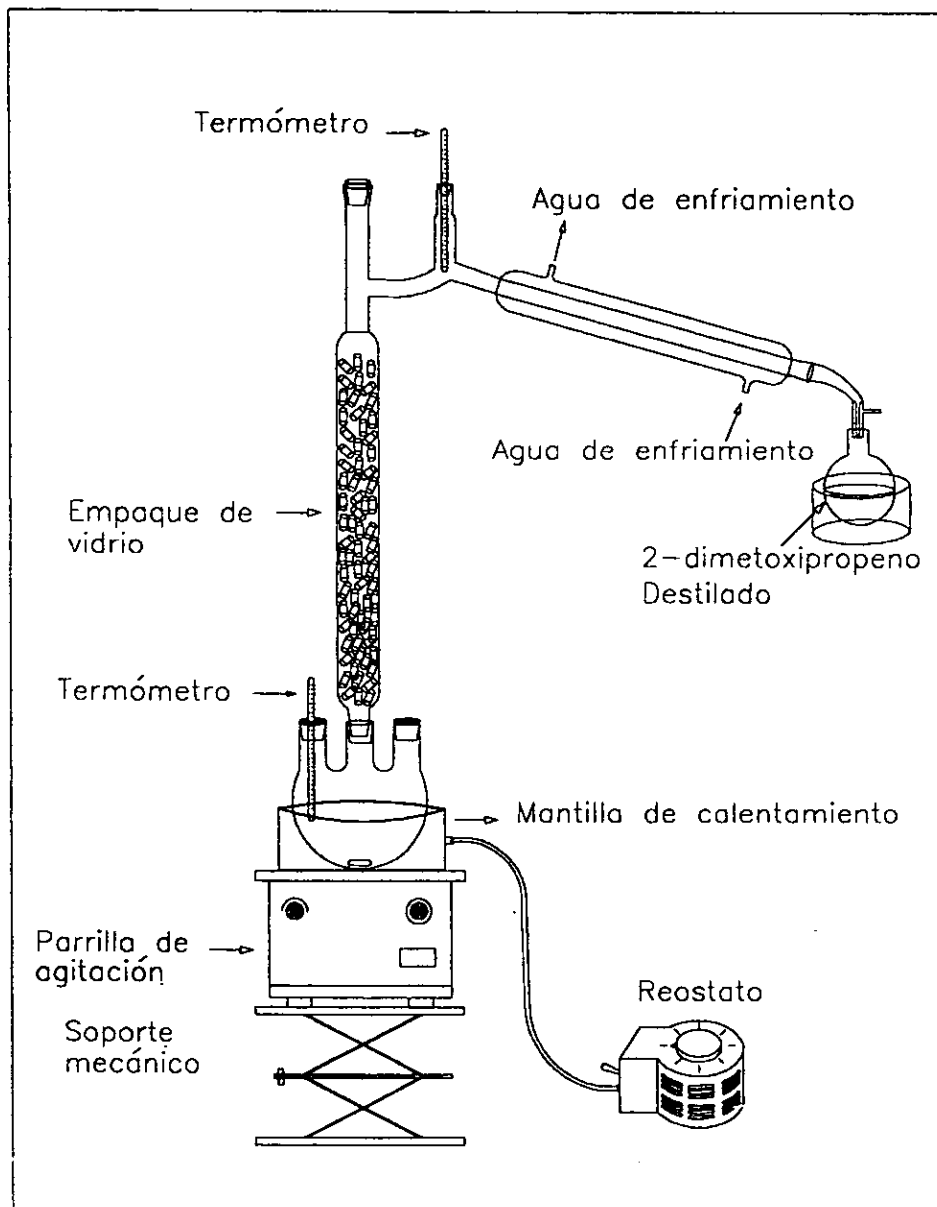
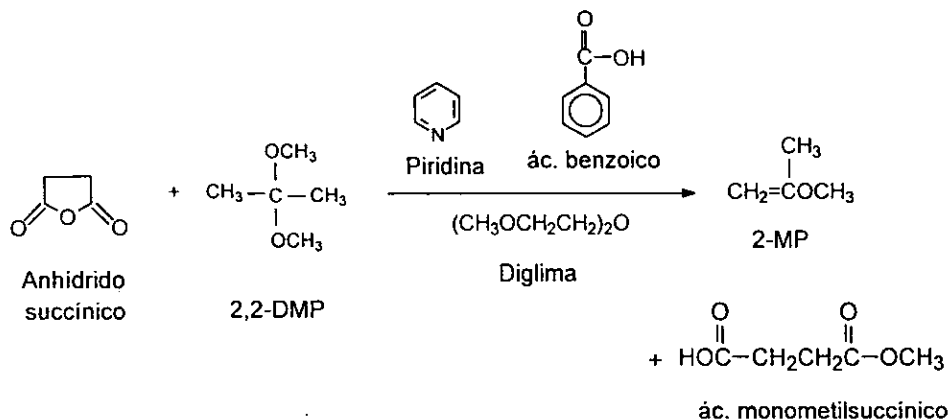


Figura 3.8. Sistema de destilación del 2-metoxipropeno

3.3. Preparación del 2-metoxipropeno a partir de anhídrido succínico

Este método consiste en la adición de 2,2-DMP a una solución de anhídrido succínico, ácido benzoico en piridina y éter 2-metoxietílico (diglima) a temperatura de 110-120° C, el 2-MP formado destila con un buen rendimiento.

La reacción se muestra en el esquema siguiente:



3.3.1. Material y reactivos

El equipo empleado para la producción del 2-MP es el mismo que se empleó con el método anterior. Los reactivos que se utilizaron, son los siguientes:

- ◆ Anhídrido succínico 99 %.
- ◆ éter 2-metoxietílico (diglima).

- ◆ Piridina.
- ◆ Ácido benzoico 97 %.
- ◆ 2,2-dimetoxipropano 95 %.

Estos reactivos fueron adquiridos de Aldrich S. A. de C.V. a excepción del ácido benzoico y el 2,2-DMP. El ácido benzoico fue preparado en el laboratorio E-212, por oxidación de tolueno a 9.5 Kg/cm^2 , en presencia de octoato de cobalto como catalizador. El 2,2-DMP es obtenido por el que esto suscribe.

3.3.2. Técnica para el desarrollo de las reacciones

Montar el sistema de reacción de acuerdo a la figura 3.9 y posteriormente realizar las siguientes actividades:

1. Agregar al matraz de 2 litros 220 g de anhídrido succínico.
2. Agregar 12 g de ácido benzoico.
3. Agregar 250 ml de diglima.
4. Agregar también 16 g de piridina.
5. Accionar los recirculadores de agua de los refrigerantes.
6. Comenzar el calentamiento con agitación de la solución hasta 120°C .
7. Una vez que la solución ha alcanzado un temperatura de 120°C , se inicia la adición del 2,2-DMP gota a gota, verificando siempre que la temperatura no sea menor a 110°C .
8. Mantener siempre en agua con hielo el matraz colector de 2-MP. Con esta técnica se obtiene el 2-MP puro

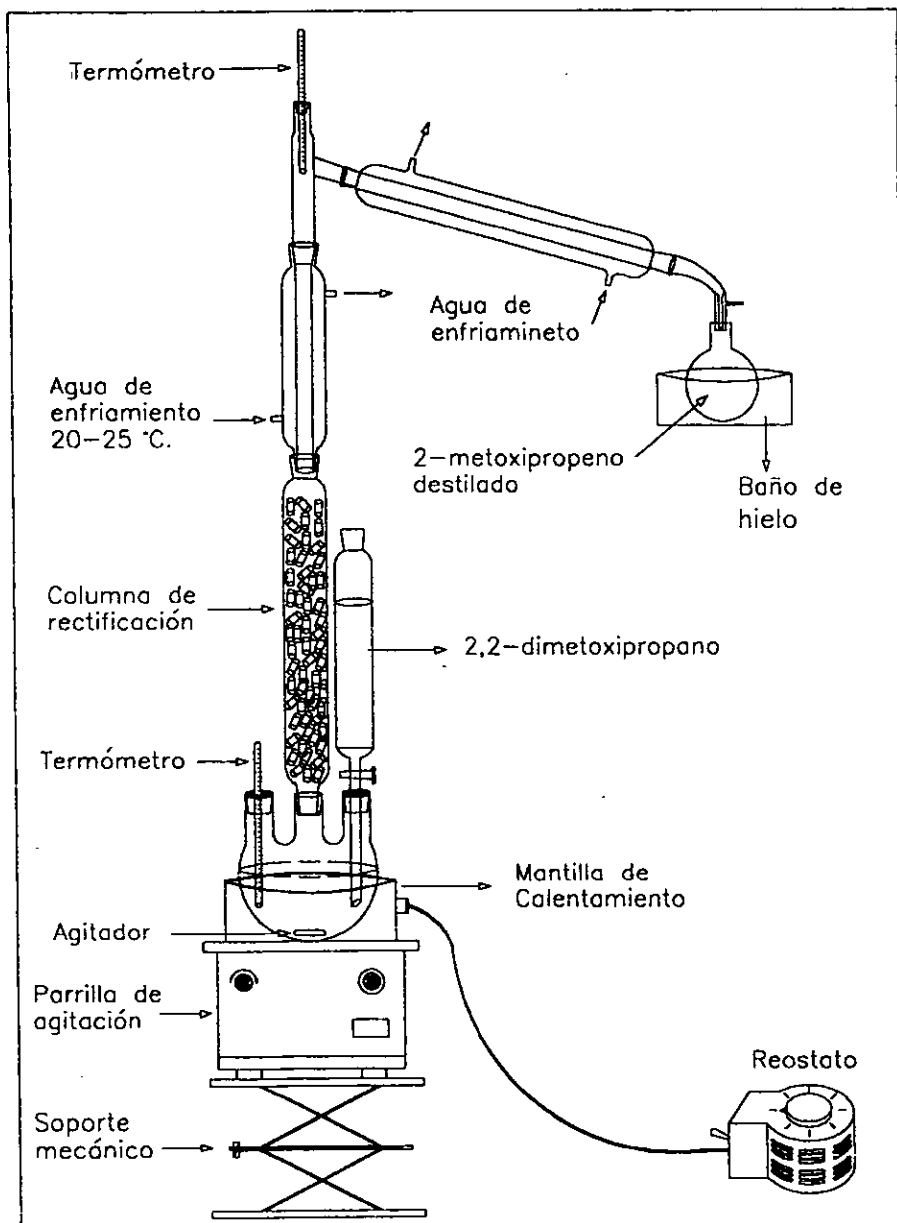


Figura 3.9. Sistema de reacción para el 2-metoxipropeno a partir del anhídrido succínico.

CAPITULO III

4. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

El análisis de las muestras del producto de cada reacción se analizó por cromatografía de gases, en un cromatógrafo Hewlett Packard, modelo 5890, serie II, adaptado a un detector de IR modelo HP 5965B, como sistema de separación se empleó una columna capilar de 30 m de longitud, HP-5[®] (La fase estacionaria de la columna capilar es un polímero de la siguiente composición: 5% difenil y 95% dimetil polisiloxano) y diámetro interno de 0.32 mm, con 0.52 μ de espesor de fase estacionaria y se empleo helio como gas de arrastre. Los cromatogramas de los productos y subproductos se presentan en el apéndice A.

Una vez concluida la reacción, se tomaron muestras para su análisis y así determinar la proporción de productos y subproductos que se obtienen en cada reacción, después del proceso de separación como son: La destilación del 2,2-DMP, la hidrólisis del acetato de metilo para obtener solo el 2-MP y su destilación, también se tomaron muestras de los productos purificados para su análisis y determinación de la pureza.

La interpretación de los cromatogramas e identificación de los compuestos obtenidos y en la proporción que estos se formaban, sirvió de base para incrementar o disminuir la cantidad de catalizador en las reacciones.

4.1. RESULTADOS DE LA REACCIÓN DEL 2,2-DMP

4.1.1. Efecto del sistema de enfriamiento

Ya que la reacción de obtención del 2,2-DMP es muy exotérmica es necesario un sistema de enfriamiento que permita controlar la temperatura de la reacción, ya que esta no debe de superar los 50 °C, durante la adición del acetato de isopropenilo.

Las primeras reacciones se realizaron a temperatura ambiente pero debido a la exotermia de la reacción, la adición del acetato de isopropenilo fue muy lenta (50 minutos de adición y un tiempo total de reacción de 110 minutos), esto para evitar, que durante la adición, la temperatura se salga de control pero los resultados fueron insatisfactorios; la temperatura no se pudo controlar ya que sube rápidamente hasta 80 °C, además cuando la temperatura superó los 56 °C la solución comenzó a ebulir.

Posteriormente se realizaron las reacciones en un baño de hielo a 1 °C (el baño debe mantenerse en agitación para retirar la mayor cantidad de energía posible), se deja reposar el metanol durante 5 minutos en el baño de hielo. Una vez que el metanol alcanza una temperatura de 2 °C se inicia la adición del acetato de isopropenilo lentamente, en 11 minutos a razón de 10 ml/min., de esta manera se controla la temperatura, una vez terminada la adición, se retira el sistema de enfriamiento y la mezcla reactiva se deja en agitación a temperatura ambiente durante 60 minutos, la reacción sucede en menos tiempo, 72-76 minutos, y con resultados satisfactorios.

4.1.2. Efecto de la temperatura en la reacción

Con el sistema de enfriamiento establecido se tiene control de la temperatura, en el artículo de G. Saucy se recomienda que durante la adición la temperatura no supere los 50 °C, para evitar la descomposición del acetato de isopropenilo y disminuir también la formación de subproductos.

Una vez que se logró controlar la temperatura, se probaron para diferentes cantidades de catalizador, para determinar las cantidades necesarias para las cuales la reacción se lleva a cabo con un buen rendimiento del producto deseado. Los catalizadores empleados fueron: Acetato de mercurio y $\text{BF}_3/\text{éter}$.

Las cantidades de catalizador utilizadas fueron de 0.3 a 0.6 g de acetato de mercurio(II) y de 0.3 a 0.6 ml de $\text{BF}_3/\text{éter}$. El volumen de acetato de isopropenilo empleado fue de 110 ml y el metanol de 90 ml, en todas las reacciones.

4.1.3. Resultado de las reacciones

Durante la preparación del 2,2-DMP, se tiene como intermediario el hemiacetal, parte de este no se transforma a 2,2-DMP, los resultados se presentan en la tabla 4.1. se presenta también el porcentaje de los subproductos formados, la columna de otros se refiere a compuestos que no fue posible su identificación: al ir variando la cantidad de catalizador se encontró que 0.50 g de acetato de mercurio y 0.50 ml de $\text{BF}_3/\text{éter}$ son las cantidades adecuadas para obtener un mayor rendimiento y minimizar la formación de subproductos, en el experimento 10 se obtiene el mayor porcentaje de 2,2-DMP, para esta reacción se utilizó 0.502 g de acetato de mercurio y

0.50 ml de BF_3 /éter, en la tabla 4.2 se presentan resultados obtenidos a diferentes cantidades de catalizador.

Tabla 4.1. Resultados del análisis cromatográfico

Nº REACCION	% DE 2,2-DMP	% DE ACETICO	% DE HEMIACETAL	% DE ACETONA	% DE OTROS
5	30.51	33.04	20.78	12.88	2.79
8	35.24	36.01	19.09	7.50	2.16
10	51.24	36.13	9.66	1.99	0.97
15	40.89	32.80	17.11	7.54	1.66

Tabla 4.2. Rendimiento obtenido en la preparación del 2,2-DMP.

Nº REACCION	$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Hg}$ (g)	BF_3 /ETER (ml)	% RENDIMIENTO DEL 2,2-DMP PRODUCIDO	TIEMPO min.
5	0.302	0.30	48.11	72
8	0.405	0.40	56.07	76
10	0.502	0.50	80.78	75
15	0.609	0.60	73.60	72

Con los resultados obtenidos de los experimentos 5, 8, 10 y 15, de la tabla 4.1 se construye la gráfica 4.1, en la que se puede observar que la concentración óptima de catalizador es 0.50 g, ya que a estas cantidades se obtiene 51.24 % de 2,2-DMP. Cabe mencionar que el cromatógrafo identifica al 2,2-DMP como 2-butanone, cyclic ethylene acetal (los cromatogramas se presentan en el apéndice A), esto se debe a que hace un búsqueda en su base de datos, e identifica al 2,2-DMP con el nombre del espectro más cercano a este, con corridas del 2,2-DMP puro y con su cromatograma

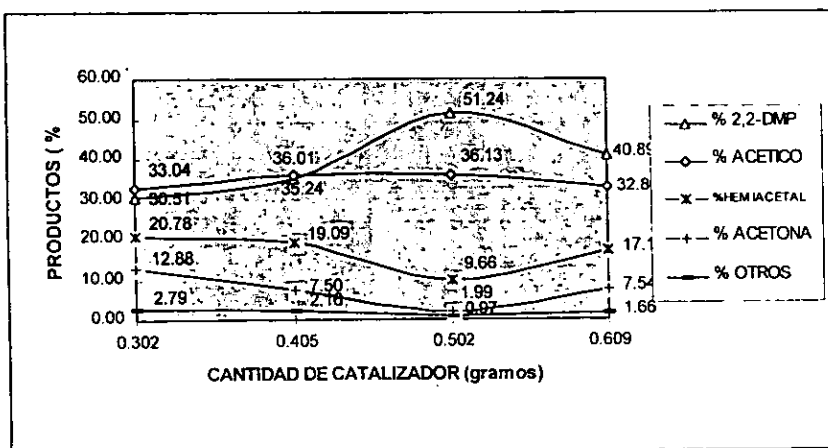
reportado en la bibliografía, se pudo corroborar que, se trataba realmente del 2,2-DMP. El espectro de infrarrojo del 2,2-DMP reportado en la bibliografía de puede observar en cromatograma A del apéndice A.

Para tener una mejor apreciación en la formación del 2,2-DMP, en la gráfica 4.2 se presenta el aumento en el rendimiento de la reacción del 2,2-DMP a cantidades diferentes de acetato de mercurio, es muy claro que para 0.50 g se obtiene un mayor rendimiento, 80.78 %. La gráfica fue construida con datos de la tabla 4.2 y 4.3.

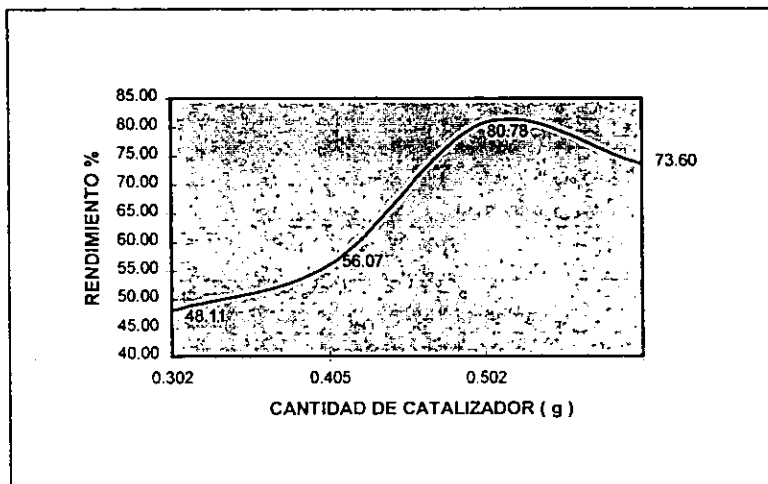
Tabla 4.3. Rendimiento de la reacción del 2,2-DMP.

Nº REACCION	2,2-DMP g- OBTENIDOS EXPERIMENTAL	2,2-DMP g- TEORICO	RENDIMIENTO EXPERIMENTAL (%)
5	50.103	104.15	48.11
8	58.400	104.15	56.07
10	84.135	104.15	80.78
15	76.653	104.15	73.60

Gráfica 4.1. Evolución de la reacción del 2,2-DMP.

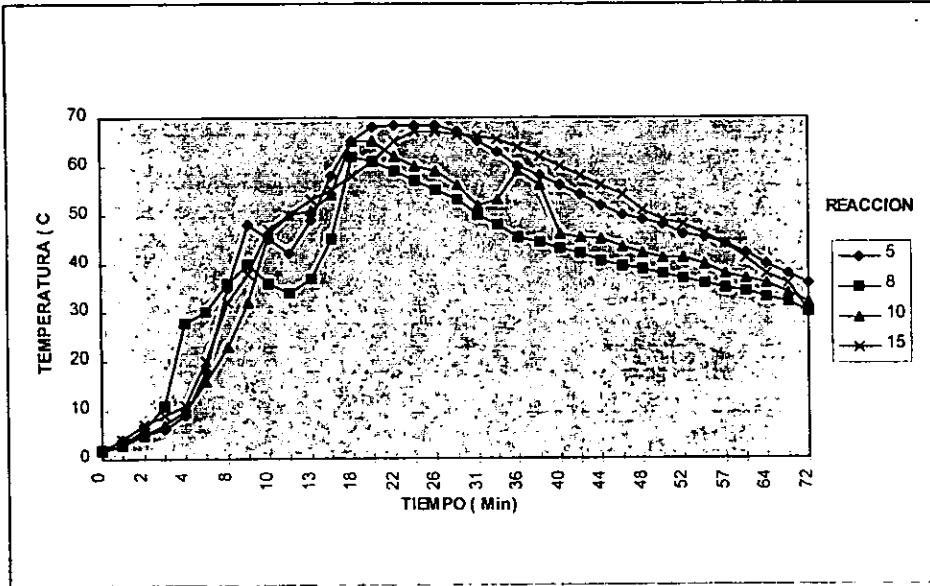


Gráfica 4.2. Perfil del rendimiento en la formación del 2,2-DMP a diferentes cantidades de acetato de mercurio



La adición del acetato de isopropenilo se realiza en aproximadamente 11 minutos, el perfil de temperatura se puede apreciar en la gráfica 4.3, donde se observa que durante la adición la temperatura no supera los 50 °C, por lo que el sistema de enfriamiento es adecuado, la continuación de la gráfica representa la temperatura que alcanza la reacción sin enfriamiento después de la adición.

Gráfica 4.3. Perfil de temperatura de las reacciones de producción del 2,2-DMP.



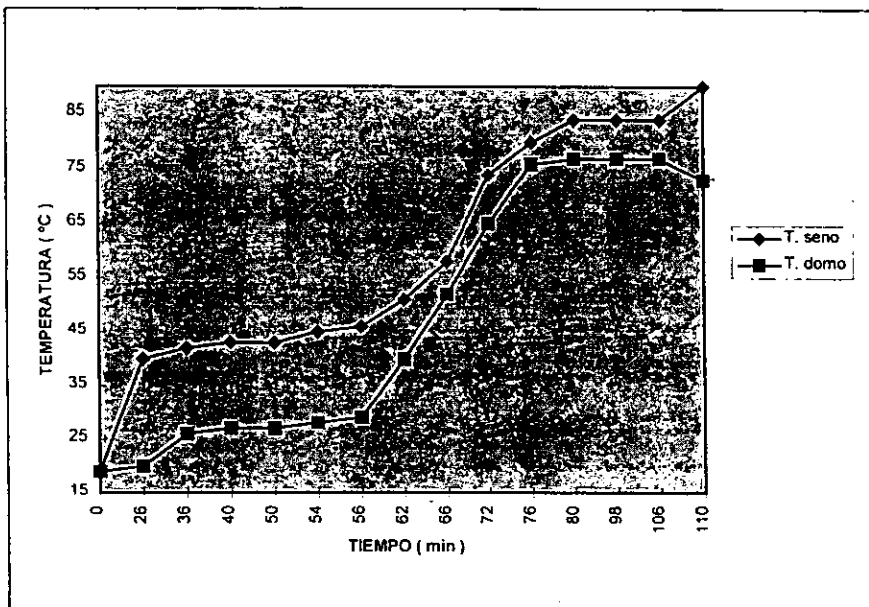
4.1.4. Resultados de la destilación del 2,2-DMP

Para destilar la mezcla de 2,2-DMP y éter, el calentamiento se debe hacer lentamente, para evitar la evaporación súbita del éter y que este arrastre al 2,2-DMP, para esto el reostato se posiciona en 25, entonces el éter comienza a destilar de 26 a 29 ° C. Para mostrar gráficamente el perfil de temperatura del seno y del domo de la destilación con la tabla 4.4, se construye la gráfica 4.4, donde se observa que la temperatura se mantiene casi constante en el domo durante la destilación del éter, esto es de 26 a 29 ° C y la destilación del 2,2-DMP sucede de 76 a 77 ° C.

Tabla 4.4. Datos de la destilación del 2,2-DMP.

TIEMPO (min)	TEMPERATURA DEL SENO (°C)	TEMPERATURA DEL DOMO (°C)	RESTATO
0	19	19	25
26	40	20	25
36	42	26	25
40	43	27	35
50	43	27	35
54	45	28	30
56	46	29	30
62	51	40	30
66	58	52	30
72	74	65	40
76	80	76	40
80	84	77	40
98	84	77	50
106	84	77	50
110	90	73	50

Gráfica 4.4. Perfil de temperatura en la destilación del 2,2-DMP



El análisis cromatográfico de los cortes de destilación del 2,2-DMP se muestran en la tabla 4.5.

Tabla 4.5. Resultados de la destilación del 2,2-DMP

Nº REACCION	PUREZA DEL 2,2-DMP DESTILADO (%)
5	94.3
8	94.7
10	95.0
15	95.0

4.2. RESULTADOS DE LAS REACCIONES DE PRODUCCION DEL 2-MP A PARTIR DEL ANHIDRIDO ACETICO

Los resultados de las reacciones aquí presentadas se realizaron en condiciones iguales, mismas que se describen en el desarrollo experimental, con la finalidad de poder comparar los resultados.

4.21. Efecto de la temperatura del agua de enfriamiento del condensador de la columna de rectificación

Es muy importante que la temperatura del agua de enfriamiento del condensador de la columna de rectificación (ver figura 3.6 del capítulo II) se mantenga en un rango de temperatura de 18 a 22 ° C, debido a que si la temperatura es menor a 18 ° C, todos los vapores del acetato de metilo y 2-MP son condensados y si la temperatura es mayor de 22 ° C, los vapores de piridina y 2,2-DMP que no han

reaccionado destilan con la mezcla de acetato de metilo y 2-MP, provocando esto la contaminación del destilado.

4.2.2. Resultados de las reacciones

En la tabla 4.6, se muestran los porcentajes de 2-MP y acetato de metilo presentes en la mezcla destilada, en el experimento número uno el porcentaje de 2-MP es mucho menor que en los experimentos dos al cinco, esto se debe a que la temperatura del agua de enfriamiento del condensador de la columna de rectificación no se controló adecuadamente y parte del 2-MP se condensa y regresa al seno de reacción, una vez que el 2-MP reacciona debe ser retirado del sistema para evitar que se descomponga al regresar al mismo. El registro del tiempo de reacción se inicia al momento de comenzar la adición del 2,2-DMP al sistema a 120 °C.

Durante la lectura del espectro de infrarrojo del 2-MP, el cromatógrafo lo identifica como Benzanamide N,N-diehtyl-4-hydroxy-3-M. que es el espectro más parecido al 2-MP que contiene su base de datos, con corridas del 2-MP puro y con el cromatograma del 2-MP reportado en la bibliografía mismo que se puede observar en cromatograma C del apéndice A se pudo corroborar que se trataba realmente del 2-MP.

Tabla 4.6. Análisis cromatográfico de la mezcla destilada.

EXP.	2-MP (%)	AC-DEMETILO (%)	OTROS (%)	TIEMPO min.	REOSTATO
1	32.82	63.85	2.01	167	60
2	48	50	2.00	180	60
3	46.9	50.73	2.37	188	60
4	48	50	2.00	181	60
5	47.5	50.5	2.00	180	60

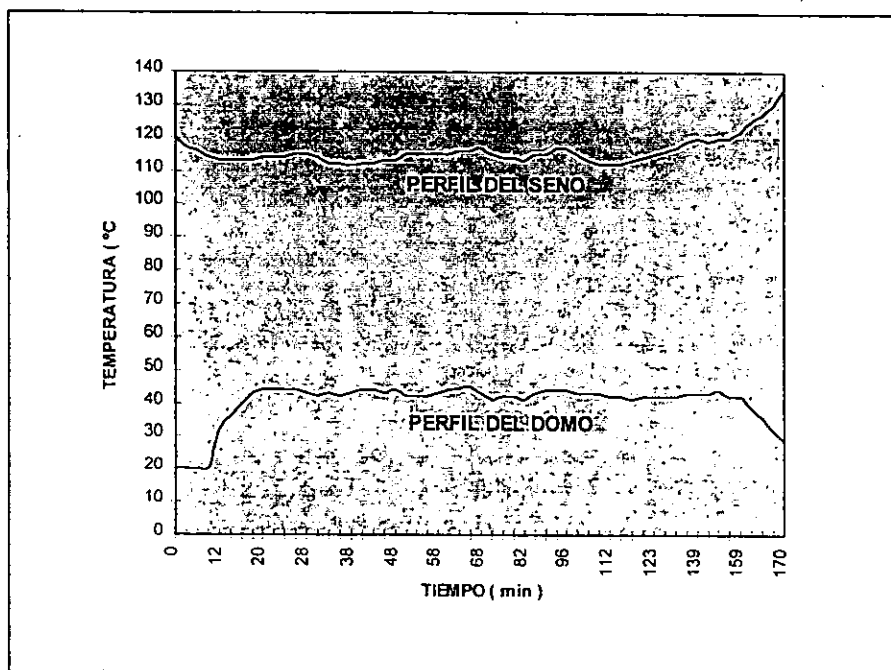
Teóricamente se debe obtener 144 gramos de 2-MP por cada 208 gramos 2,2-DMP, en la tabla 4.7 se puede observar que, aun cuando las condiciones de reacción son las mismas los resultados no lo son, en el experimento uno solo se obtienen 54.744 gramos de 2-MP esto es por las razones mencionadas anteriormente y para los experimentos 2, 4, 5, la cantidad de 2-MP obtenida es mayor y aproximadamente igual, en la experiencia 3 se obtuvo una mayor cantidad de producto esto se debe a que la temperatura del agua de enfriamiento se pudo mantener en 19 a 21°C. esto se logró sumergiendo un termómetro digital, (el cual permitía la lectura rápida y precisa de la temperatura) en la cubeta de agua en la que se hallaba el recirculador, cuando registraba un incremento en la temperatura se agregaba un poco de hielo para mantenerla entre 19 a 21 °C. Esto también se probó para las experiencias 2, 4 y 5 pero evidentemente la experiencia 3 es la mejor, estos resultados se muestran en la tabla 4.7.

Tabla 4.7. Cantidad de productos en la mezcla destilada.

EXP.	CANTIDAD DE MEZCLA DESTILADA (g)	CANTIDAD DE 2-MP EN LA MEZCLA (g)	RENDIMIENTO (%)
1	166.8	54.744	38.02
2	265.0	127.200	88.33
3	277.6	130.194	90.41
4	266.3	127.824	88.77
5	260.0	123.500	85.76

El perfil de temperatura durante la primera etapa de reacción se muestra en la gráfica 4.5, esto es la destilación de la mezcla de acetato de metilo y 2-MP, la temperatura del seno de reacción se mantiene en un rango de 120 a 112 °C. Lo ideal sería que la temperatura se mantuviera cercana a 120 °C, pero debido a la adición del 2,2-DMP a temperatura ambiente la temperatura baja, la temperatura del domo de la destilación se mantiene de 36 a 44 °C, si la temperatura es mayor a los 44 °C, parte del 2,2-DMP que no ha reaccionado comienza a destilar junto con el 2-MP y el acetato de metilo.

4.5. Gráfica perfil de la primera etapa de destilación del 2-MP



4.2.3. Resultado de la hidrólisis del acetato de metilo.

Debido que la hidrólisis básica del acetato de metilo es exotérmica, el matraz de reacción se debe mantener en un baño de agua fría para no rebasar los 30 °C, y de esta manera evitar la evaporación del 2-MP. Los productos formados de la hidrólisis del acetato de metilo son el acetato de sodio y metanol que son separados por decantación del 2-MP, al que se analizó y los resultados se presentan en la tabla 4.8, la pureza del 2-MP se ve afectada por pequeñas trazas de acetato de metilo.

Tabla 4.8. Resultado de la hidrólisis.

EXP.	CANTIDAD DE 2-MP (g)	PUREZA (%)
1	51.1	94.2
2	124.3	94.46
3	127.5	95.28
4	124.6	95.1
5	119.8	94.99

4.2.4. Resultados de la extracción del 2-MP.

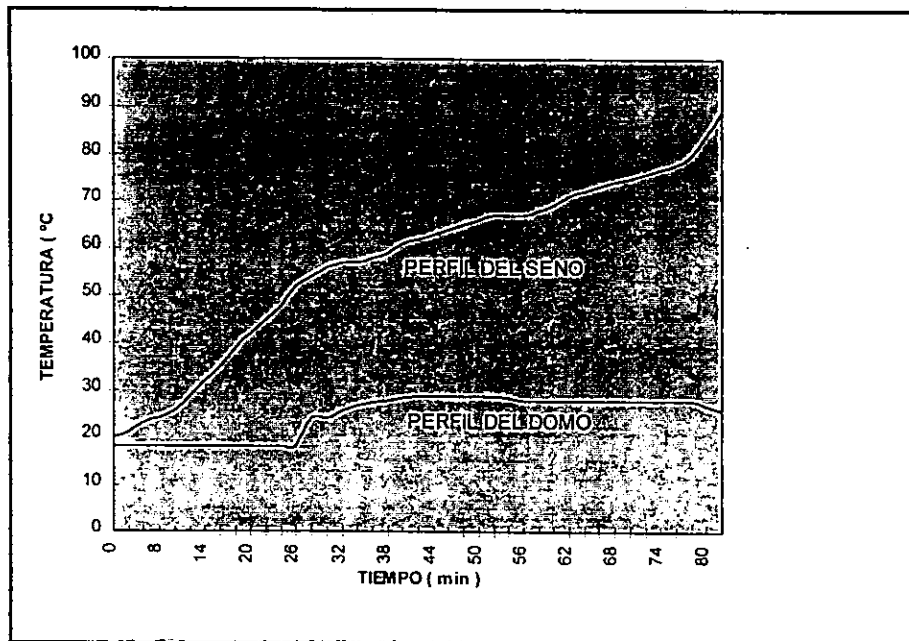
Después de la separación del 2-MP del acetato de metilo se obtiene una pureza promedio del 94.80 % (Tabla 4.8), la pureza aumenta cuando se extrae con tolueno y es destilado, los resultados de los cortes de la destilación se presentan en la tabla 4.9. Se observa que la cantidad de producto mostrada en la tabla 4.9 no corresponde a la cantidad reportada en la tabla 4.7, esto se debe a que parte del 2-MP se pierde por evaporación durante su manejo y durante la destilación se hace un primer corte que se desecha, los gramos obtenidos del segundo corte son los que se muestran en la tabla 4.9.

Tabla 4.9. 2-MP destilado de tolueno

EXP.	CANTIDAD DE 2-MP DESTILADO (g)	PUREZA (%)	TIEMPO (min)	REOSTATO
1	49.70	98.21	89	30-35
2	123.10	98.34	89	30-35
3	125.88	98.60	90	30-35
4	123.40	98.66	88	30-35
5	119.40	98.28	91	30-35

El perfil de temperatura de la destilación se puede observar en la gráfica 4.6, se nota que la temperatura del seno esta en constante aumento durante el periodo que destila el 2-MP, esto se debe a que todo el 2-MP evaporado se retira del sistema cuando el reflujo se mantiene en casi cero.

Gráfica 4.6. Perfil de temperatura de la destilación del 2-MP de tolueno



4.3. RESULTADOS DE LAS REACCIONES DE PRODUCCION DEL 2-METOXIPROPENO A PARTIR DEL ANHIDRIDO SUCCINICO

4.3.1 Efecto de la temperatura del agua de enfriamiento

Al igual que en la técnica de producción del 2-MP a partir de anhídrido acético, con esta técnica es importante también mantener la temperatura del agua de enfriamiento del condensador de la columna de rectificación, en un rango de 20 a 25 °C y de esta manera se evita que los vapores de piridina y de 2,2-DMP que llegan a la columna de rectificación sean destilados con el producto.

4.3.2 Resultado de las reacciones

El análisis del producto de las reacciones se muestran en la tabla 4.10, en el experimento uno se observa que el porcentaje de 2,2-DMP presente en el producto destilado (2-MP) es muy alto, esto se debe principalmente a que, durante la reacción, la adición del 2,2-DMP fue muy rápido de manera que el 2,2-DMP que aun no reaccionaba se vaporizaba rápidamente, subía de igual manera a la columna de rectificación. Aunque la temperatura del agua de enfriamiento se mantenía en el rango establecido no era suficiente para retirar toda la carga térmica que recibía, por lo que los vapores eran condensados. En el experimento dos, este problema fue minimizado, para esto la temperatura del domo de destilación no se permitió que fuera mayor a 31 °C, cuando se registraba un aumento de la temperatura del domo inmediatamente se disminuía la adición del 2,2-DMP, de tal manera que, para las reacciones 3, 4, 5 y 6 la pureza del producto destilado en promedio es del 99 %. La cantidad en gramos de producto destilado y el rendimiento obtenido en cada una de las reacciones se enlistan en la tabla 4.11. El perfil de temperatura observado durante las reacciones se aprecia en la gráfica 4.7.

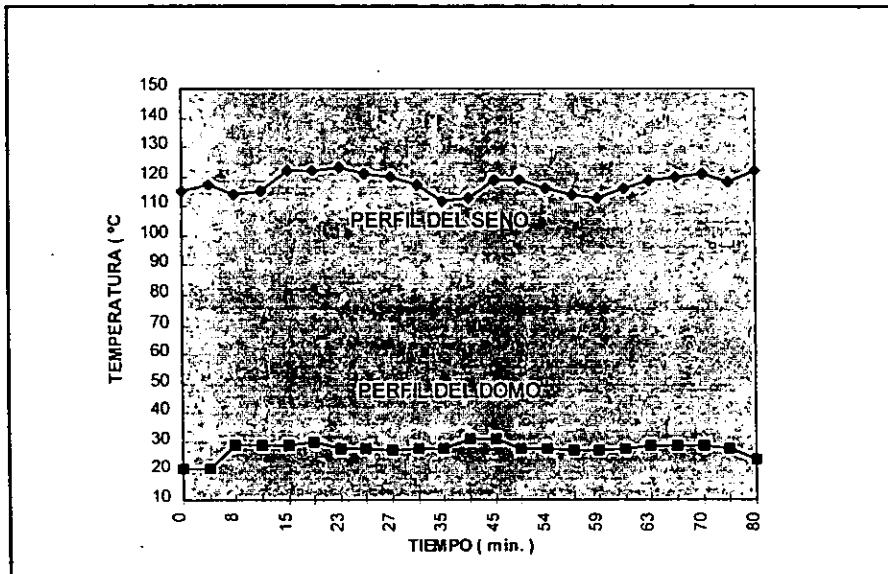
Tabla 4.10. Resultado del análisis cromatográfico

EXP.	2-MP (%)	2,2-DMP (%)	OTROS (%)	PUREZA (%)	TIEMPO (min.)
1	77.79	21.70	0.41	77.79	74
2	95.60	4.10	0.30	95.60	80
3	98.81	0.00	1.19	98.81	80
4	98.77	0.84	0.39	98.77	82
5	99.50	0.12	0.38	99.50	80
6	99.44	0.00	0.56	99.44	80

Tabla 4.11. Cantidad de 2-MP obtenido de las reacciones realizadas

EXP.	CANTIDAD DE DESTILADO (g)	CANTIDAD DE 2-MP (g)	RENDIMIENTO (%)
1	132.2	102.838	71.42
2	133.0	127.148	88.30
3	137.1	135.414	94.04
4	137.3	136.614	94.87
5	137.5	136.730	94.95

Gráfica 4.7. Perfil de temperatura de las reacciones del 2-MP a partir de anhídrido succínico



4.4. EVALUACIÓN DE LAS RUTAS DE SÍNTESIS DEL 2-MP

Después de presentar y analizar los resultados obtenidos de cada ruta de síntesis del 2-MP, es necesario hacer una evaluación de cada una, para determinar cual de ellas es la mas conveniente, desde el punto de vista técnico-económico, la disponibilidad y capacidad de producción de las materias primas.

Para la producción del 2-MP a partir del anhídrido acético, el tiempo de reacción es 2.5 veces mayor que a partir de anhídrido succínico, la pureza y rendimiento son menores, el 2-MP se obtiene mezclado con acetato de metilo y requiere de tratamientos posteriores para su purificación, pero esta ruta presenta las siguientes ventajas: Es más económico el costo de producción por kilogramo de producto aún cuando requiera de tratamientos posteriores para su purificación y todas las materias primas necesarias para su desarrollo se producen en México con disponibilidad, capacidad de producción necesaria y a bajo costo; contrariamente a la ruta de producción del 2-MP a partir del anhídrido succínico, esta se realiza en menor tiempo, la pureza del producto y rendimiento de la reacción son mayores, el producto destilado no necesita tratamientos posteriores para su purificación, pero tiene la desventaja que dos de sus materias primas principales no se producen ni se venden en México (anhídrido succínico y diglima) y es necesario importarlas de los Estados Unidos, esto trae como consecuencia un aumento en los costos de producción del 2-MP, además el anhídrido succínico se clasifica como una sustancia tóxica por lo que la disposición de los residuos es mas costosa.

Producir un kilogramo de 2-MP a partir del anhídrido acético tiene un costo unitario de 255 pesos y producirlo a partir de anhídrido succínico tiene un costo unitario de 303 pesos, el incremento en costo de la ruta del anhídrido succínico es mayor debido a que el precio por kilogramo de anhídrido succínico es de 75 pesos,

contra 7 pesos por kilogramo de anhídrido acético. Los datos comparativos se presentan en la tabla 4.12.

Tabla 4.12. Evaluación de las rutas de síntesis

RUTA	RENDIMIENTO (%)	PUREZA (%)	TIEMPO DE REACCIÓN	COSTO UNITARIO (\$/Kg. DE PRODUCTO)
ANHIDRIDO ACETICO	90.41	98.66	180	255
ANHIDRIDO SUCCINICO	94.95	99.5	80	303

CAPITULO IV

5. CONCLUSIONES

Después de haber presentado la descripción del proceso experimental, los resultados y discusión de los mismos, concluimos que:

1. La secuencia de reacción del 2,2-Dimetoxipropano se llevó a cabo en tres pasos. El primero la adición de acetato de isopropenilo al metanol a 2 °C para la formación del 2,2-DMP y ácido acético en un rango de temperatura de 0 a 50 °C, después la separación del 2,2-DMP del ácido acético por medio de adición de hidróxido de sodio al 30% en peso y transformar el ácido acético a acetato de sodio, esta etapa se hace controlando la temperatura para evitar que supere los 40 °C, y el tercer paso la destilación del 2,2-DMP. El rendimiento máximo obtenido fue del 80.78 %, para esto se empleo 0.502 gramos de acetato de mercurio y 0.5 ml de BF₃/éter.

2. Para la preparación del 2-MP se emplearon dos rutas tecnológicas, una a partir de anhídrido acético y otra a partir de anhídrido succínico, ambas técnicas emplean 2,2-DMP para su desarrollo.

3. La preparación del 2-metoxipropeno a partir del anhídrido acético se realizó en tres pasos. Primero la adición de 2,2-DMP a una mezcla de ácido acético, anhídrido acético y piridina a 120 °C, para obtener una mezcla 2-MP y acetato de metilo, el segundo paso es la hidrólisis básica del acetato de metilo a temperatura ambiente, cuidando que la temperatura no supere los 30 °C y por último la extracción y destilación del 2-MP. La pureza del 2-MP fue de 98.66 % con un rendimiento del 90.41 %.

4. La preparación del 2-MP a partir del anhídrido succínico se realiza en una sola etapa, esto es, a una mezcla de diglima, piridina, ácido benzoico y anhídrido succínico que se calienta a 120 °C, se gotea 2,2-DMP y se obtiene el 2-MP con pureza del 99.50 % y rendimiento del 94.95 %.

5. La ruta del anhídrido acético, presenta la desventaja que el producto obtenido requiere de tratamientos posteriores para la purificación del 2-MP, el rendimiento es menor (90.41%) y requiere de mucho mas tiempo para su realización (180 min.) que cuando se usa anhídrido succínico, pero también ofrece ventajas, las materia primas para su elaboración se producen en México y son de menor costo, comparadas con las que se requieren para la ruta del anhídrido succínico.

6. La ruta del anhídrido succínico se hace en menor tiempo (80 min.), se obtiene el 2-MP con mayor pureza (99.50 %) y mayor rendimiento (94.95 %), por lo que no requiere de tratamientos posteriores, su desventaja es que hay que importar el anhídrido succínico y diglima de los estados unidos porque estos no se producen en México, proceso que eleva los costos de producción.

De acuerdo a lo anterior podemos decir que el 2,2-DMP se puede producir a partir de acetato de isopropenilo y metanol, y que la ruta más viable para la producción del 2-MP en México es la del anhídrido acético, por las razones ya mencionadas.

BIBLIOGRAFIA.

1. D. B. Killian, G. F. *et al.*, "The Preparation of some Ketals of Alkylacetylenes with Metanol" *J. Am. Chem. Soc.*, **56**, 1384, 1934.
2. G. F. Hennion, D. B. Killian, *et al.*, "Condensation of alkyl Acetylenes with Oxy Compounds", *J. Am. Chem. Soc.*, **56**, 1130, 1934.
3. W. J. Croxall, F. J. Glavis, *et al.*, "Preparation of Acetals or Ketals from Vinyl-type Esters", *J. Am. Chem. Soc.*, **70**, 2805, 1948.
4. H. E. Carswell and H. Adkins, "The relation of the Structure of Ketones to their Reactivity and Affinity in Acetal Formation", *J. Am. Chem. Soc.*, **50**, 235, 1928.
5. N. B. Lorette, *et al.*, "Preparation of Ketone Acetals from Linear Ketones and Alcohols", *J. Org. Syn.*, **24**, 1731, 1959.
6. McMurry John, Química Orgánica. Grupo Editorial Iberoamericana, México. 1994. cap. 19; p. 704-706, 779. cap. 21; p. 791-792.
7. Alexander K. Baglay, *et al.*, "Physical Propierties of Compounds Used in Vitamin Synthesis", *J. Chem. Eng. Data*, **33(4)**, 1988.
- 7a. Andrew Streitwiesier, C. H. Heathlook, ORGANIC CHEMISTRY, Macmillan Publishing, New York 1976. p. 372.
- 7b. Dickinson, R. C. *et al.*, "Hazardous Procedure", *Chem. Eng. News*, **48(28)**, 6, 1971.

8. Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis, vol 3, John Wiley and Sons, New York 1995, p. 1979.
9. Hiramitsu Tokyuky, *et. al.*, "Preparation of aphidicolanes as antitumor agents and their intermediates", Nippon Mektron Kk, **Jpn Kokai Tokkyo Koho Pat. JP 06 306 035**, 1994.
- 9a. Martin Josep Armstrong, *et. al.*, "Preparation of amino acid derivatives as antiviral agents", Hoffman La Roche, **Eur. Pat. EP 512 343**, 1992.
10. Farina Carlo, *et. al.*, "Preparation of alkoxy (alkylidenehydrazino pyridazines as antihypertensives", **Eur. Pat. EP 274 409**, 1987.
11. Jarreau Francois Xavier, Koenig Jean Jaques, "Preparation of 3-hydroxyandrostane-17-carboxylic acid ester glycosides as cardiac stimulants in humans and animals and pharmaceutical compositions containing them", Laboratoire Nativelle S. A., **Eur. Pat. EP 310 519**, 1989.
12. Vacca Joseph P. *et. al.*, "Preparation of N,N'-disubstituted 2,6-dibenzyl-4-hydroxy-1,7-hetanediamides and related compounds as HIV protease inhibitors", Merck and Co. Inc., **Eur. Pat. EP 480 714**, 1992.
13. Trost Barry M., Dumas Jacques, "Palladium catalyzed alkylative cyclization useful in synthesis of vitamin D and analogs", Leland Stanford Junior University, **PCT WO 93 16 022**, 1993.

14. Hundlicky Tomas, "Synthesis of sugars substituted and unsubstituted arenediols", Virginia Tech Intellectual Propierties, **US. Pat. US 5 200 516**, 1993.
15. Hiyama Tamejiro, *et. al.*, "Preparation of 6-heptynoic acid compounds as intermediates for HMG-CoA reductase inhibitors", Nissan Chemical Industries Ltd. and Sagami Chemical Research Center. Japan, **PCT WO 94 06 746**, 1994.
16. Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology. 4^a edit., vol. 1, John Wiley & Sons New York. p. 1179.
17. Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis, vol 3. John Wiley and Sons, New York 1995. p. 3390.
18. The Merk Index, 11th . edition p. 395.
19. <http://www.pharminfo.com/>. The Cheshire Medical Center. Medication Information Sheet, 1998.
20. Morimoto Shigeo, *et. al.*, "Preparation of erythromycin A derivates as intermediates for 6-O-alkylerythromycin". Taisho Pharmaceutical Co. Ltd., **Jpn. Kokai Tokkyo Koho Pat. JP 02 76 893**, 1990.
21. Baldwin John J, *et. al.*, "Preparation of antidepressant spirohexahydro arylquinolizines", Merck and Co. Inc., **US Pat. US 4,710,504**, 1987.
22. Suzuki Shigeaki. *et. al.*, "9-(2,6,6-Trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-3,7-dimethyl-2,4,7-nonatriene-1,6-diol", Kuraray Co. Ltd., **Jpn. Kokai Tokkyo Koho Pat. JP 61 155 364**. 1986.

23. Bienayme Hugues, *et. al.*, "Intermediates for the preparation of vitamin A and carotenoids and process for their preparation", Rhone Poulenc Nutrition Animale, France, **Eur. Pat. EP 647 624**, 1995.
24. Arora Sudershan K, *et. al.*, "Disubstituted and deoxydisubstituted derivatives of α -D-lyxofuranoside having anti-inflammatory and anti-proliferative activity", Midicarb Inc., **US Pat. US 5 367 062**, 1994.
25. Reed Kathryn Lea *et. al.*, "Preparation of sulfonylaminoamides as HIV protease inhibitor", Monsanto Company, **PCT WO 92 08 699**, 1992.
- 25a. Reed Kathryn Lea *et. al.*, "Preparation of amino acid amides as HIV protease inhibitor", Monsanto Company, **PCT WO 92 08 700**, 1992.
26. Huff Joel R., "Piperazinylpentanamide derivatives useful as HIV protease inhibitors", Merck and Co. Inc., **PCT WO 95 16 688**, 1995.
27. Liu Pauls, Kang Mohinder S., "Of 6-aminodooctahydroindolizinetriols as hexosaminidase inhibitors", Merrel Dow Pharmaceuticals Inc., **PCT WO 91 18 598**, 1991.
28. Rosenberg Saul H, Denissen Jon F., "Preparation of heterocyclylsulfonyl peptides as renin inhibitors", Abbot Laboratories, **Eur. Pat. EP 456 185**, 1991.
29. Shiraishi Mitsuru, *et. al.*, "Preparation of antihypertensive an antianginal phenyl pyridyl ketone oximes and oxime athers with potassium channel-opening activity", Takeda Chemical Industries Ltd Japan, **Eur. Pat. EP 623 597**, 1944.

30. Eberle Martin, Schaub Fritz, "Preparation of pyrazoles as agents agrochemical fungicides", Sandoz Ltd, Sandoz Patent GmbH, Sandoz Erfindungen Verwaltungsgesellschaft M. B. W., **Eur. Pat. EP 571 326**, 1993.
31. Wang Yi-Fong, Takaoka Yoshikazu, "Remarkable stereoselectivity in the inhibition of α -galactosidase from coffee beans by a new polyhydroxypyrrolidine inhibitor", Department of Chemistry, Scripps Research Institute, *Angew. Chem.* **106(12)**, 1343-5, 1994.
- 32 Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology. 4th edit., vol. 1, John Wiley & Sons New York. p. 1179.
33. Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology. 4th edition, vol. 1, John & Sons New York. p. 142.
34. ANIQ. Anuario Estadístico de la Industria Química Mexicana, México 1996, p. 105.
35. Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 4th edition, John Wiley & Sons, New York. 1994, vol. 22, p. 1074
36. G. Saucy and R. Marbet, "Über eine neuartige Synthese von β -ketoallen durch Reaktion von tertiären Acetylen-carbinolen mit Vinyl-lathern Eine ergiebige Methode zur Darstellung des Pseudojonons und verwandter Verbindungen", *Helv.*, **50**, 1158, 1967.

APÉNDICE A

CROMATOGRAMAS DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

De todas las propiedades de un compuesto orgánico, la que da más información de su estructura es su espectro infrarrojo. Cada molécula vibra frecuentemente, sus enlaces se alargan y se contraen, la absorción de la luz infrarroja produce cambios en las vibraciones de una molécula y estos cambios en las vibraciones son registrados como un espectro que es característico de cada molécula, el espectro infrarrojo ayuda a conocer la estructura de un compuesto mediante las bandas de absorción de los grupos funcionales que se encuentran en ella, la interpretación de un espectro no es sencilla, en cierto sentido esta complejidad es valiosa, puesto que dicho espectro sirve como huella dactilar única de un compuesto específico, si dos muestras tienen espectros de infrarrojo idénticos, es casi seguro que se trate del mismo compuesto, en esta tesis la identificación de los productos se hizo con la ayuda de la base de datos del cromatógrafo y con catálogos de espectros de infrarrojo editados por aldrich.

En este apéndice se muestran los espectros de IR obtenidos del análisis que se realizaron a las muestras de los productos de reacción.

En los cromatogramas el espectro superior corresponde al espectro de un compuesto identificado de la muestra inyectada, y el espectro inferior corresponde al de la base de datos del cromatógrafo que más se aproxima al compuesto inyectado.

Los espectros se presentan en un plano cuyo eje de abscisas corresponde al número de onda en cm^{-1} y el eje de las ordenadas corresponde a la absorbancia.

A

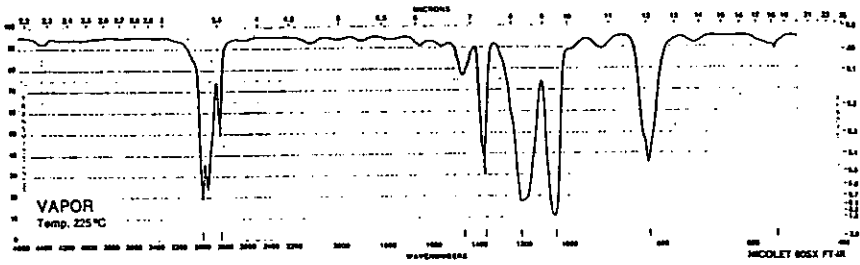
D13680-8 CAS [77-76-9]
2,2-Dimethoxypropane

FW 104.15
bp 83°C
d 0.847

Fp 12°F
n_D 1.3780

FT-IR I, 1,219D
IR III, 131G
NMR II, 1,167C

3000.0	1375.1	830.8
2838.2	1217.9	551.1
1468.2	1084.7	



C

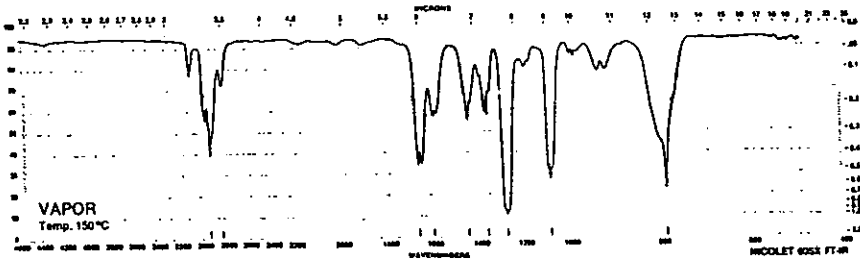
17484-5 CAS [116-11-0]
2-Methoxypropene

FW 72.11
bp 34-36°C
d 0.753

Fp 21°F
n_D 1.3820

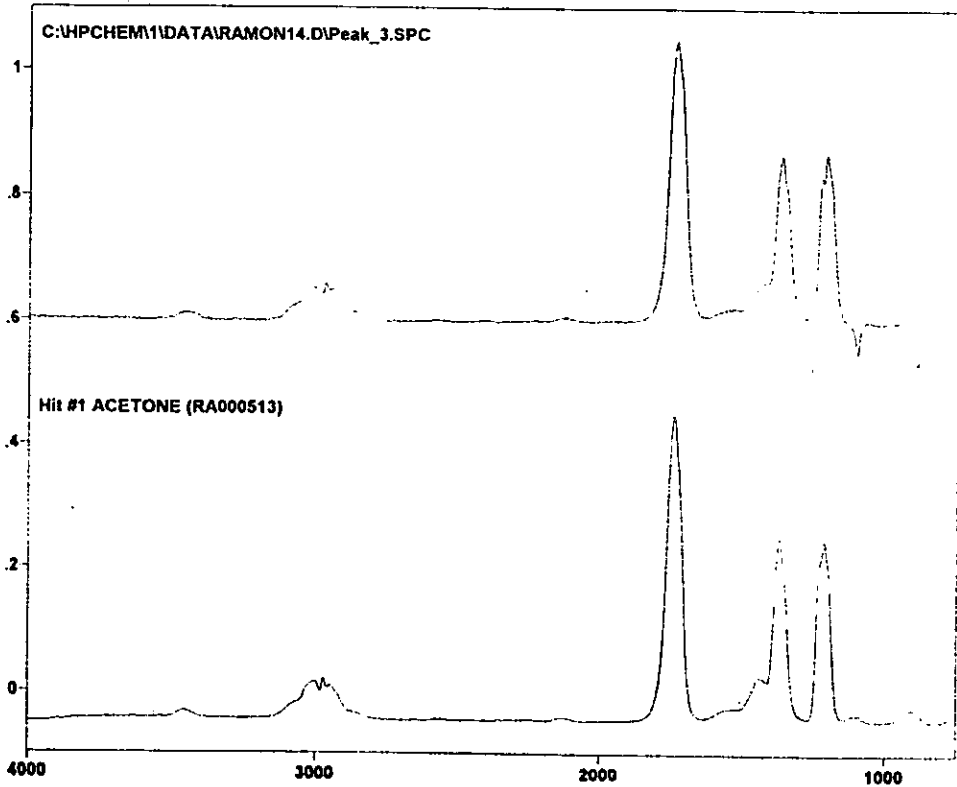
FT-IR I, 1,213A
IR III, 128C
NMR II, 1,161B

2957.8	1606.9	1291.5
2855.2	1458.4	1096.3
1672.3	1374.9	799.1



Search Method for C:\HPCHEM\1\DATA\RAMON14.D\Peak_3.IDS
 Sample Name = Peak_3.SPC
 Search Date = 2/10/97 20:05
 Mask Used = None

Text Search = None
 Peak Search = Forward
 Full Spectrum Search = Euclidian Distance
 Custom Search = None



Hit List

Wavenumber (cm-1)

Library	Hit Quality	Number	SPC Identification
EPA_REVA.LIB#513	.43799	1	ACETONE
EPA_REVA.LIB#2625	.57649	2	2-ISORINDOLINEACETIC ACID, 1,3-DIOXO-A-
EPA_REVA.LIB#986	.58	3	ACETONE, CHLORO
EPA_REVA.LIB#2049	.58693	4	2-BUTANONE
EPA_REVA.LIB#1785	.59835	5	HEXANOIC ACID, 2-ACETYL-5-OXO-, ETHY

Search Method for C:\HPCHEM\1\DATA\RAMON13.D\4.25.IDS

Sample Name = 4.25.SPC

Search Date = 2/10/97 19:43

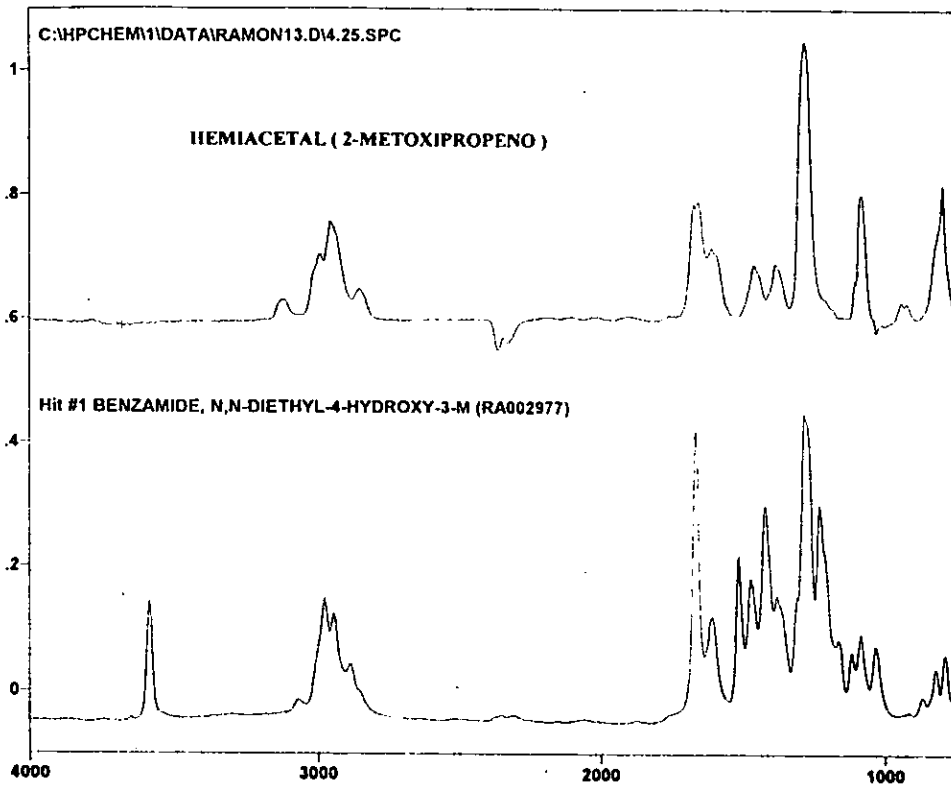
Mask Used = None

Text Search = None

Peak Search = Forward

Full Spectrum Search = Euclidian Distance

Custom Search = None



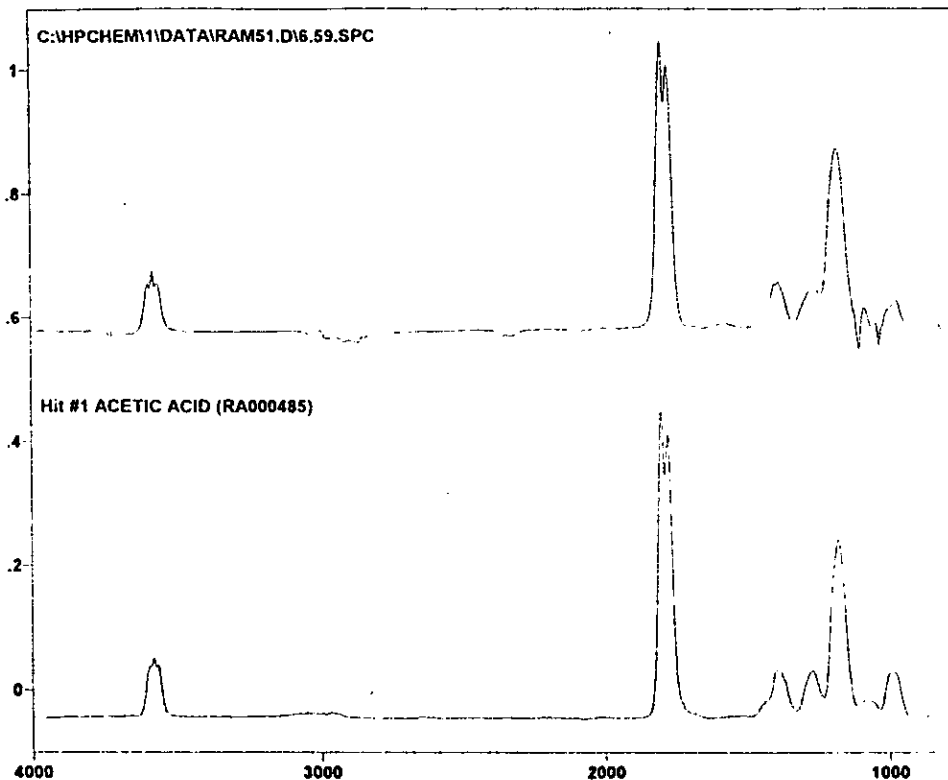
Hit List

Wavenumber (cm-1)

Library	Hit Quality	Number	SPC Identification
EPA_REVA.LIB#2977	.6178	1	BENZAMIDE, N,N-DIETHYL-4-HYDROXY-3-M
EPA_REVA.LIB#1812	.6687	2	BENZOPHENONE, 3,5-DICHLORO-4-HYDROXY
EPA_REVA.LIB#2680	.67904	3	PROIOPHENONE, 5'-BROMO-3',4'-DIMETH
EPA_REVA.LIB#2679	.69023	4	PROIOPHENONE, 5'-BROMO-2'-HYDROXY-3
EPA_REVA.LIB#2446	.69123	5	BENZALDEHYDE, 2,3,4-TRIMETHOXY

Search Method for C:\HPCHEM1\DATA\RAM51.D\6.59.IDS
 Sample Name = 6.59.SPC
 Search Date = 21/08/97 4:42
 Mask Used = None

Text Search = None
 Peak Search = Forward
 Full Spectrum Search = Euclidian Distance
 Custom Search = None



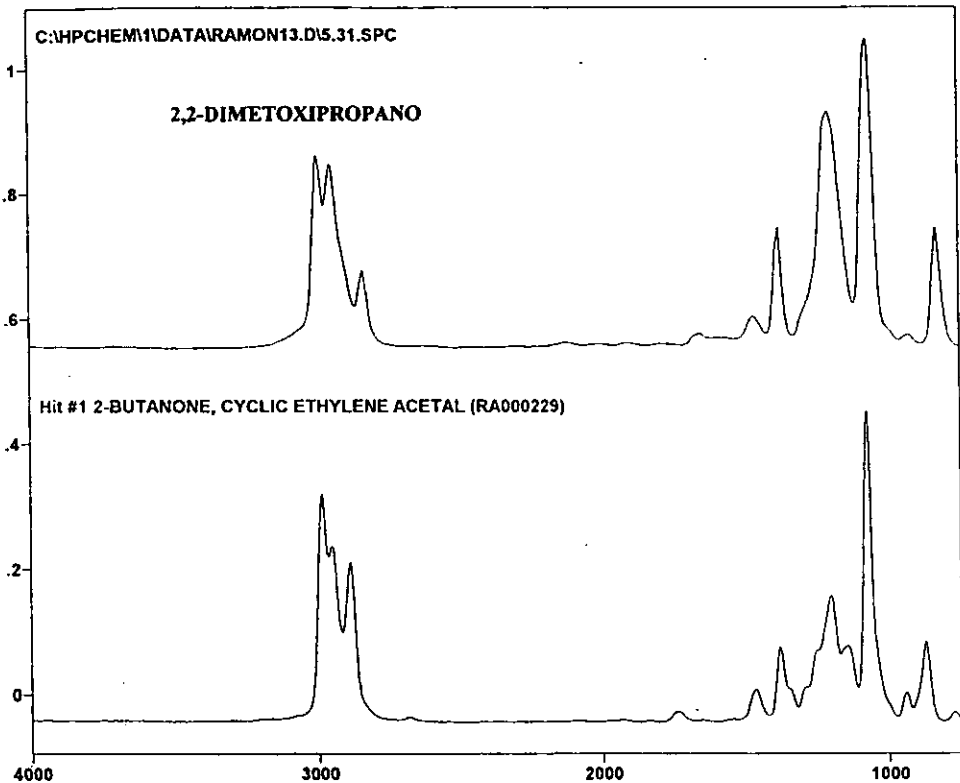
Hit List

Wavenumber (cm-1)

Library	Hit Quality	Number	SPC Identification
EPA_REVA.LIB#485	.33694	1	ACETIC ACID
EPA_REVA.LIB#2113	.46072	2	BENZOIC ACID, 4-HYDROXY-3-METHOXY-
EPA_REVA.LIB#2026	.56174	3	GLUTARIC ACID, MONOMETHYL ESTER
EPA_REVA.LIB#1722	.56498	4	PROPIONIC ACID, 2-CHLORO
EPA_REVA.LIB#1407	.64393	5	ACETIC ACID, CHLORO-, METHYL ESTER

Search Method for C:\HPCHEM1\DATA\RAMON13.D\5.31.IDS
 Sample Name = 5.31.SPC
 Search Date = 2/10/97 19:43
 Mask Used = None

Text Search = None
 Peak Search = Forward
 Full Spectrum Search = Euclidian Distance
 Custom Search = None



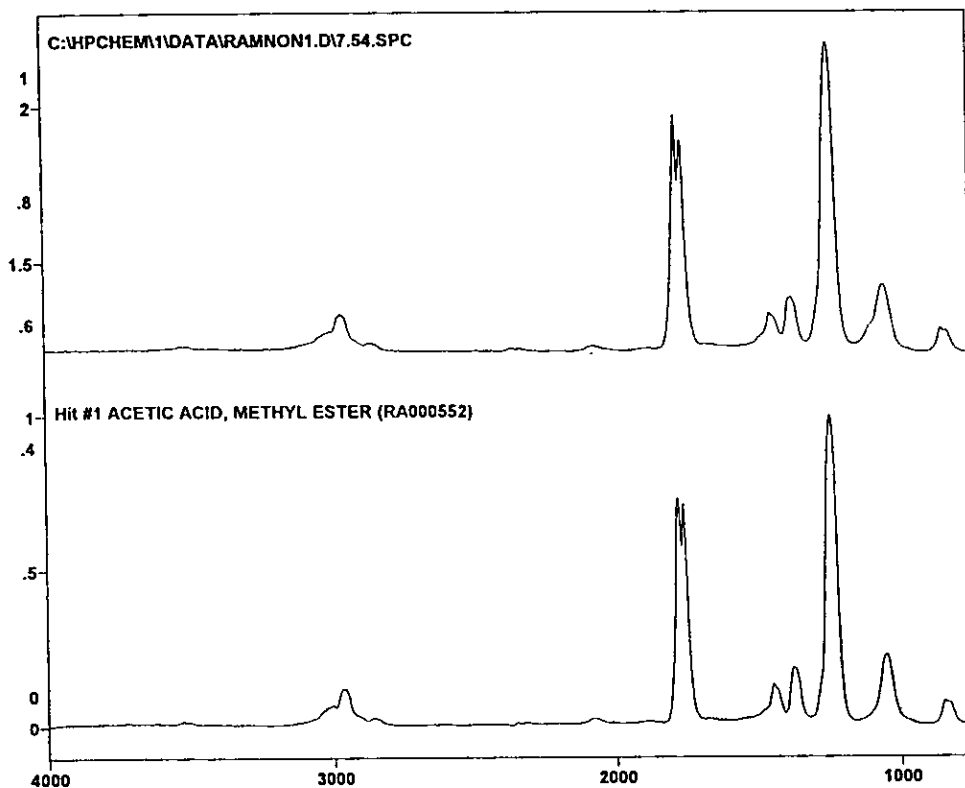
Hit List

Wavenumber (cm-1)

Library	Hit Quality	Number	SPC Identification
EPA_REVA.LIB#229	.45005	1	2-BUTANONE, CYCLIC ETHYLENE ACETAL
EPA_REVA.LIB#1769	.59863	2	ETHYLAMINE, 2,2-DIETHOXY
EPA_REVA.LIB#735	.62301	3	ACETALDEHYDE, CHLORO-, DIETHYL ACETA
EPA_REVA.LIB#963	.62527	4	ETHANOL, 2-BROMO
EPA_REVA.LIB#1974	.63202	5	ETHANOL, /Z,2'-TERT-BUTYLIMINO/DI

Search Method for C:\HPCHEM1\DATA\RAMNON1.D\7.54.IDS
 Sample Name = 7.54.SPC
 Search Date = 16/10/97 12:03
 Mask Used = None

Text Search = None
 Peak Search = Forward
 Full Spectrum Search = Euclidian Distance
 Custom Search = None



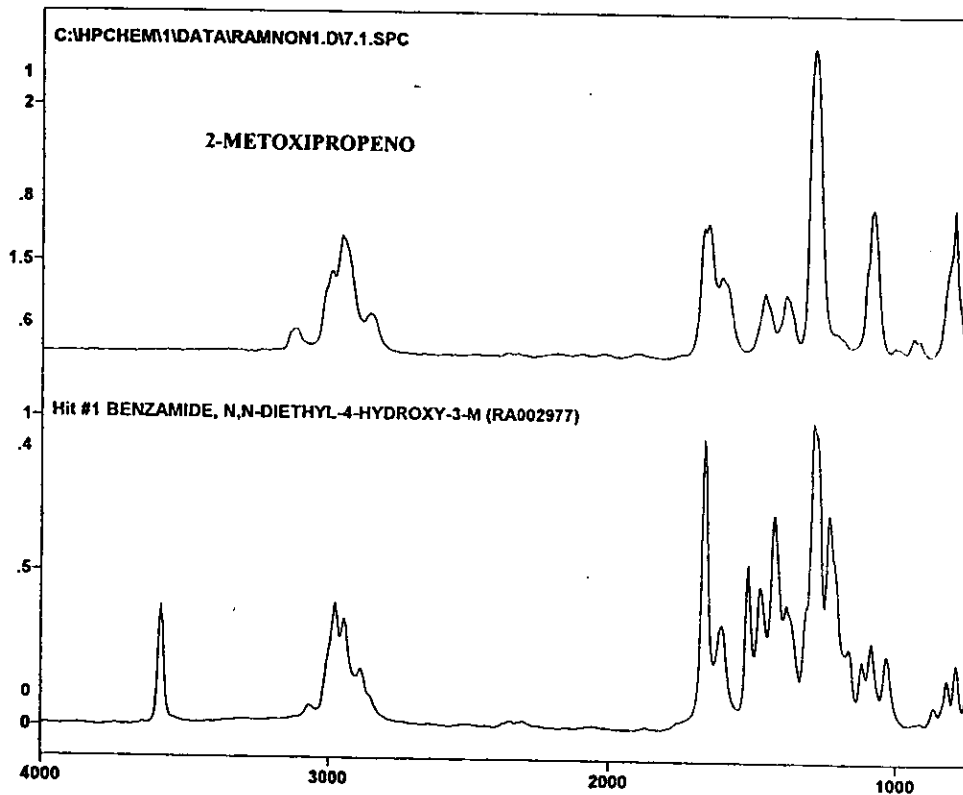
Hit List

Wavenumber (cm-1)

Library	Hit Quality	Number	SPC Identification
EPA_REVA.LIB#652	.13832	1	ACETIC ACID, METHYL ESTER
EPA_REVA.LIB#471	.26511	2	ACETIC ACID, ETHYL ESTER
EPA_REVA.LIB#548	.3389	3	ACETIC ACID, PROPYL ESTER
EPA_REVA.LIB#2499	.36603	4	1,5-PENTANEDIOL, DIACETATE
EPA_REVA.LIB#591	.36603	5	ACETIC ACID, ALLYL ESTER

Search Method for C:\HPCHEM\1\DATA\RAMNON1.D\7.1.JDS
 Sample Name = 7.1.SPC
 Search Date = 16/10/97 12:01
 Mask Used = None

Text Search = None
 Peak Search = Forward
 Full Spectrum Search = Euclidian Distance
 Custom Search = None



Hit List

Wavenumber (cm-1)

Library	Hit Quality	Number	SPC Identification
EPA_REVA.LIB#2977	.61165	1	BENZAMIDE, N,N-DIETHYL-4-HYDROXY-3-M
EPA_REVA.LIB#2446	.65846	2	BENZALDEHYDE, 2,3,4-TRIMETHOXY
EPA_REVA.LIB#2907	.70833	3	BENZALDEHYDE, 2,4-DIMETHOXY-3-HYDROX
EPA_REVA.LIB#1402	.70833	4	BENZOIC ACID, 2,3-DIMETHOXY-,METHYL
EPA_REVA.LIB#3031	.71203	5	ACETOPHENONE, 3PR-FLURO-4PR-METHOXY

Search Method for C:\HPCHEM1\DATA\RAM11.D\10.8.IDS

Sample Name = 10.8.SPC

Search Date = 17/06/97 2:24

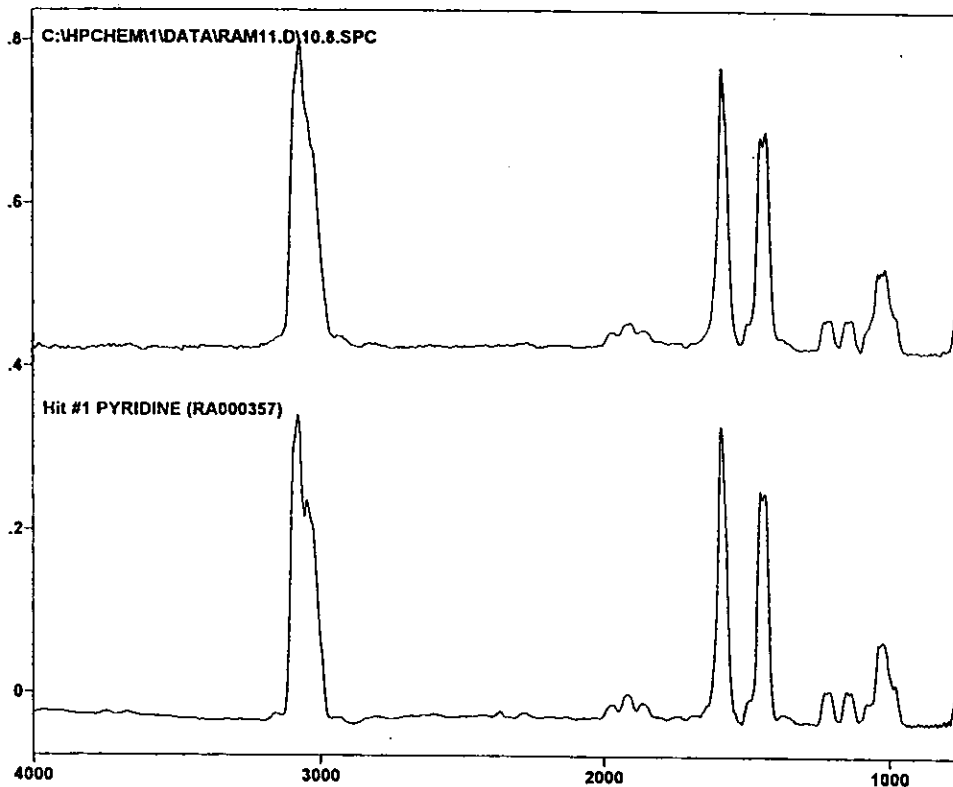
Mask Used = None

Text Search = None

Peak Search = Forward

Full Spectrum Search = Euclidian Distance

Custom Search = None



Hit List

Wavenumber (cm-1)

Library	Hit Quality	Number	SPC Identification
EPA_REVA.LIB#357	.46886	1	PYRIDINE
EPA_REVA.LIB#2741	.58628	2	2-PYRIDINEACETONITRILE, A-PHENYL
EPA_REVA.LIB#809	.67303	3	2-PICOLINE
EPA_REVA.LIB#2045	.69349	4	3-PICOLINE
EPA_REVA.LIB#2127	.73182	5	SULFIDE, BENZYL PHENYL