# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
"CUAUTITLAN"

## DESOXIMACION OXIDATIVA CON CARBONATO DE PLATA ADSORBIDO EN TONSIL

TESIS PROFESIONAL

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

Q U I M I C O

P R E S E N T A :

FERNANDO FLORES MANCILLA

DIRECTOR DE TESIS:
M. EN C. RENE MIRANDA RUVALCABA

CUAUTITLAN, IZCALLI 1984

Universidad Nacional Autónoma de México
UNAM
Biblioteca Central
Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**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.

# I N D I C E


I INTRODUCCION

II OBJETIVO

III PARTE EXPERIMENTAL

IV DISCUSION

V CONCLUSIONES

VI APENDICE

VII BIBLIOGRAFIA

# 1. INTRODUCCION

El comportamiento químico de las entidades orgánicas conocidas como oximas, nos muestra que el regenerar el compuesto carbonílico correspondiente ha recibido mucha atención debido a la fácil disponibilidad de las oximas como intermediarios sintéticos y como derivados para la protección del grupo carbonilo.

Se ha observado[1], que la hidrólisis (ácida) de una oxima procede con bajos rendimientos y que ésta es un proceso de equilibrio afectado estéricamente y sujeto a reacciones laterales. Debido a las dificultades experimentadas en la desoximación de algunas oximas por medio de este procedimiento, se han examinado métodos alternativos de desoximación (oxidativa y reductiva).

Tanto los procedimientos oxidativos, como los reductivos, muestran una variedad de productos los cuáles dependen de la naturaleza de la oxima y del reactivo usado[2], por ejemplo: Claisen y Manasse[3] reportaron que las $\alpha$ - oximino cetonas fueron convertidas a $\alpha$ - dicetonas por el ácido nitroso y la reacción ha sido utilizada en muchas ocasiones como procedimiento oxidativo para la conversión de oximas en cetonas.

Asi como este reactivo se pueden citar otros agentes oxidantes tales como el ozono[4], permanganato de potasio[5], etc. (Figs. 1 y 2).

Por otra parte para los procesos reductivos se pueden utilizar como reactivos acetato de cromo[6], bisulfitos[7], etc. (Figs. 3 y 4).

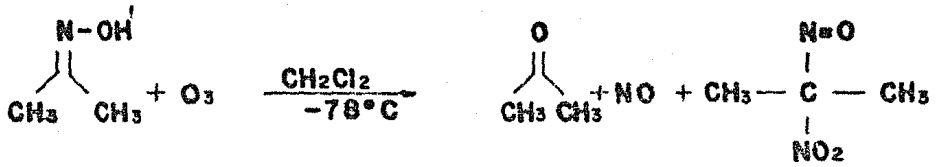
Se ha demostrado que el carbonato de plata es un agente oxidante altamente efectivo para la oxidación de alcoholes a aldehidos y cetonas[8], pero difícil de filtrar, lavar y manejar[9], ocasionando con esto que la reproducción de las reacciones sea baja. (Fig. 5).

Fetizon[10], demostró que este problema se elimina por la precipitación del reactivo en la presencia de un soporte inorgánico inerte tal como la celita. (Fig. 6).

En tiempos recientes se ha observado[11], que la efectividad delos soportes inorgánicos en las reacciones de síntesis orgánicas, parece ser resultado de una combinación de factores comoson: un incremento en el área de superficie efectiva para la reacción y la presencia de poros los cuales juntan o contraen a sustrato y reactivo bajando de esta manera la energía de activación de la reacción. Así el reactivo y producto obtenido son adsorbidos fuertemente en la superficie del soporte inorgánico evitando la contaminación de los mismos.

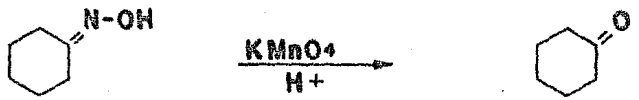
La utilidad sintética de los reactivos soporte, se demuestra fácilmente ya que muchas de las reacciones pueden ser llevadas a cabo rápida y claramente bajo condiciones suaves, con disolventes orgánicos comunes; benceno, tolueno, etc.

FIG. 1



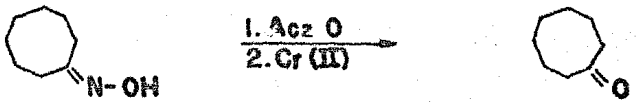

77%

FIG. 2



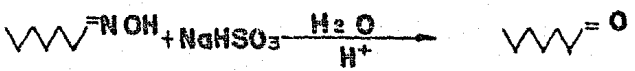

80%

FIG. 3



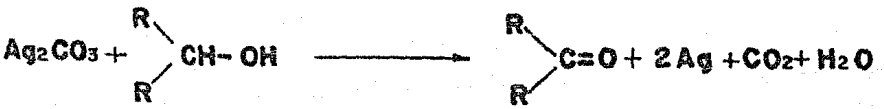

88%

FIG. 4



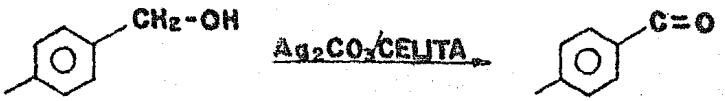

87%

FIG. 5




70-75%

FIG. 6



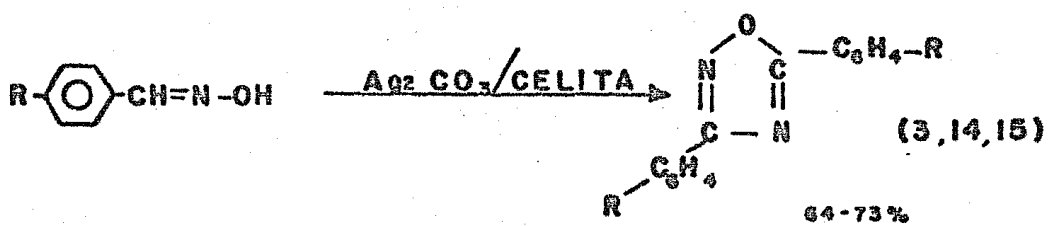

87%

El aislamiento de los productos orgánicos es simplemente por decantación o filtración para remover el residuo del sistema gastado, seguido por la evaporación del disolvente, la eficiencia y reproducibilidad de las reacciones aumenta en comparación a las reacciones sin sistema soporte.

Una variedad de grupos funcionales que contienen nitrógeno sufren oxidación mediante tratamiento con carbonato de plata depositado en celita[12], (reactivo soporte):

Las aminas aromáticas primarias son oxidadas a los correspondientes azocompuestos [10, 13].

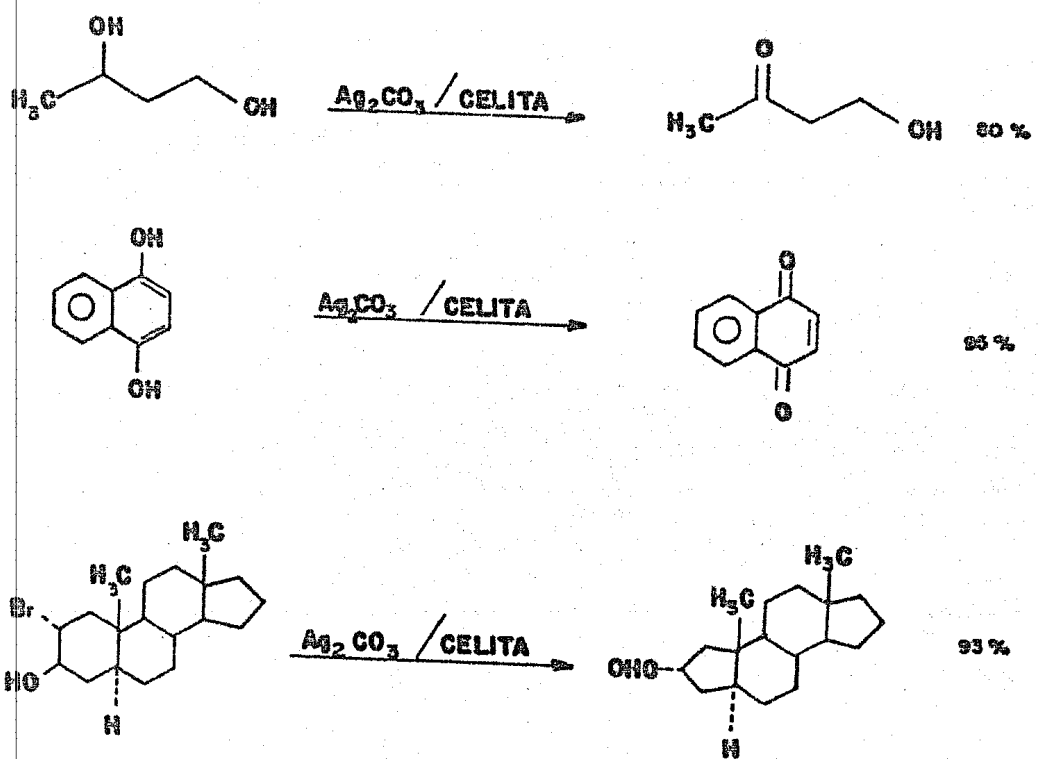
La oxidación de benzaldoximas por el $Ag_2$ $CO_3$ / Celita con benceno o xileno a reflujo da origen a los 1, 2, 4 oxadiazoles con buenos rendimientos.




(3,14,15)

Las hidroxilaminas son oxidadas a los correspondientes nitroso compuestos [16].

Otros grupos funcionales susceptibles de reaccionar con el carbonato de plata adsorbido en celita son: dioles [17, 18], Hidroquinonas [19], halohidrinas [20], etc.



## II.- OBJETIVO

Del estudio de la utilidad sintética del carbonato de plata, se consideró que las oximas podrían presentar oxidación desoximativa en presencia de carbonato de plata adsorbido en TONSIL[21], (hidrosilicato de aluminio con algún contenido de oxidos de fierro, magnesio y carbonato de calcio). Según el proceso a que se somete la arcilla natural existen diversos tipos de tonsil, Tabla No. 1. La estructura del hidrosilicato obtenido presenta una mayor porosidad en comparación con la materia prima y en consecuencia una superficie con mayor actividad a la adsorción, propiedad aprovechada industrialmente en procesos de decoloración y purificación de aceites comestibles, ceras, grasas, jabones, etc, además, el TONSIL no afecta a grupos funcionales quesean lábiles en medio ácido o básico.

Se pretende utilizar el carbonato de plata adsorbido en TONSIL como reactivo oxidante, versátil y útil en fase heterogenea, junto con un disolvente adecuado para regenerar el compuesto carbonílico correspondiente.

El tipo de reacción mencionada, específicamente no tiene antecedentes reportados en la literatura en cuanto al soporte utilizado, por lo que este procedimiento implica la implementación de un nuevo método desoximativo eficiente, que ocurre bajo condiciones suaves como se muestra en el transcurso de este trabajo.

TABLA No. 1

| Especificaciones | TONSIL: "A" | L-80 | Optimum | Op.Extra |
|---|---|---|---|---|
| Densidad aparente (g/ml) | 0.495 | 0.495 | 0.490 | 0.500 |
| Contenido de humedad: | 7.5 | 7.5 | 8.5 | 8.5 |
| Acidez % | 0.0 | 0.007 | 0.018 | 0.225 |
| Velocidad de filtrado (min) | 1'15" | 1'10" | 1'00" | 0'45" |
| Retención de aceite % | 37.5 | 37.5 | 38.5 | 38.5 |
| pH | 6.8 | 6.0 | 3.5 | 3.0 |
| Retiene la malla 100% | 1.6 | 1.5 | 1.5 | 1.4 |
| Retiene la malla 150% | 7.8 | 8.0 | 7.9 | 8.0 |
| Retiene la malla 200% | 17.7 | 17.6 | 17.8 | 17.5 |
| Retiene la malla 230% | 24.1 | 24.1 | 24.1 | 24.2 |
| Retiene la malla 325% | 38.5 | 38.3 | 38.1 | 38.2 |
| Sílice ($SiO_2$)% | 73.5 | 65.4 | 71.5 | 72.5 |
| Alúmina ($Al_2O_3$)% | 11.1 | 15.2 | 13.5 | 13.0 |
| Fierro ($Fe_2O_3$)% | 4.8 | 5.1 | 4.5 | 5.0 |
| Oxido de Magnesio (MgO)% | - | - | 1.2 | 1.5 |
| Oxido de Calcio (CaO)% | 2.5 | 4.0 | 2.3 | 0.8 |
| Producto por calcinación % | 7.3 | 8.7 | 7.0 | 7.2 |

# III. PARTE EXPERIMENTAL

1).- PREPARACION DE SUSTRATOS

a).- Oximas no protegidas

b).- Oximas Protegidas

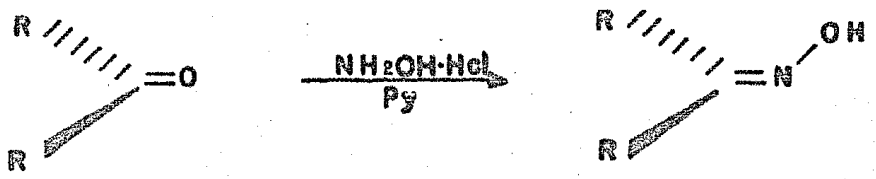
2).- PREPARACION DEL CARBONATO DE PLATA ADSORBIDO EN TONSIL

3).- REACCION DE DESOXIMACION.

# PREPARACION DE SUSTRATOS

a).- Preparación de oximas no protegidas.

La preparación de las oximas no protegidas se realizó siguiendo técnicas, previamente reportadas en la literatura [22].



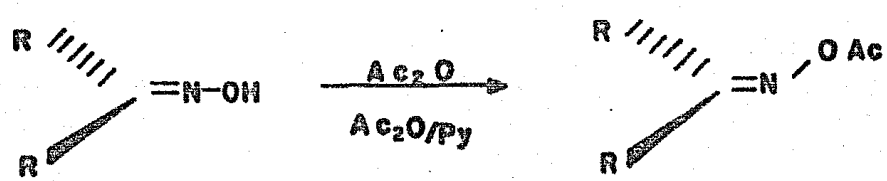

i) 20 gramos de clorhidrato de hidroxilamina se disuelven en 120 ml. de agua, se añaden a 80 ml. de solución de hidróxido de sodio al 10% y 8g. aldehido o cetona. Si el compuesto es insoluble en agua, se añade a la mezcla el etanol justamente necesario para obtener una solución transparente. La mezcla se calienta en un baño de vapor durante 20-30 minutos, enseguida se enfria a temperatura ambiente y después en un baño de hielo. Para acelerar la cristalización, se raspan las paredes del matraz con una varilla de vidrio, ocasionalmente, la adición de agua destilada ayuda a provocar la cristalización de la oxima.

Los cristales se filtran y se recristalizan de $H_2O$, $MeOH/H_2O$ ó MeOH.

ii) Una mezcla de 8 g de aldehido ó cetona, 8 g. de clorhidrato de hidroxilamina, 40 ml. de piridina (recién destilada y seca) y 40 ml. de etanol absoluto se calientan a reflujo durante dos horas en un baño de vapor. Los disolventes se eliminan con corriente de aire y dentro de una campana; el residuo se tritura perfectamente con 40 ml., de agua helada y se filtra; la oxima recristaliza de MeOH, $EtOH/H_2O$ ó EtOH.

b).- Preparación de oximas protegidas.

Las acetil oximas se obtuvieron siguiendo alguna de las técnicas siguientes:[23,24]



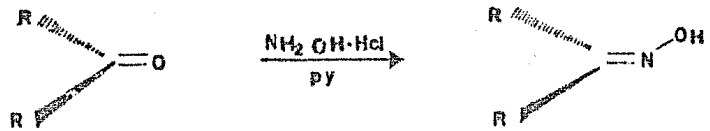
i) La oxima pura se disuelve en un peso equivalente de - anhidrido acético. La solución se calienta ligeramente en un baño de vapor, enseguida se deja a temperatura - ambiente por 5 ó 10 minutos, suficiente hielo y solu - ción saturada de carbonato se añaden entonces, el precipitado obtenido se filtra lavándose varias veces con agua fría hasta que el olor del anhidrido acético desaparece.

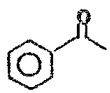
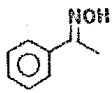
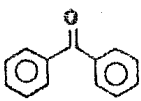
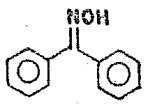
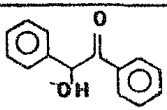
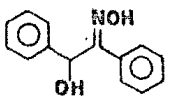
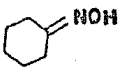
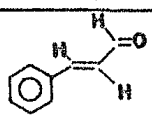
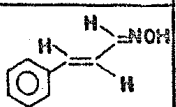
ii) La oxima pura se disuelve en pesos equivalentes, de - piridina y anhidrido acético, enseguida se agregan - unas gotas de ácido clorhídrico concentrado. La solu - ción se calienta ligeramente en un baño de vapor, luego se deja a temperatura ambiente 5 minutos.

Suficiente hielo y solución saturada de carbonato de - sodio se añaden entonces, el precipitado obtenido es - filtrado y lavado varias veces con agua fría hasta que el olor de anhidrido acético desaparesca.

La estructura de las oximas respectivas se corroboró por medio- de: Espectrometría de masas, Espectroscopía infrarroja, Cromotografía en placa fina comparativa y punto de fusión tabla No. 3 y No. 4.

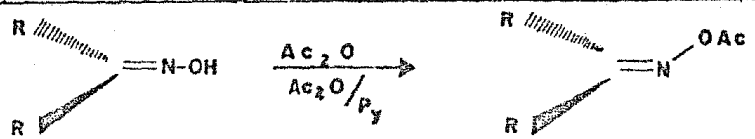
TABLA No.3

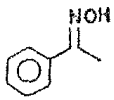
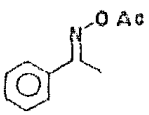
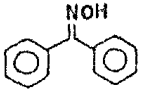
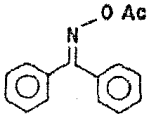
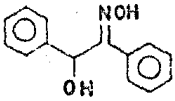
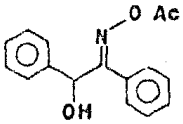



| SUSTRATO CARBONILICO | OXIMA | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | ESTRUCTURA | PUNTO DE FUSION A) TEORICO B) PRACTICO | RENDIMIENTO. (%) | I.R | E.M |
|  ACETOFENONA |  | A) 60 °C<br>B) 59-60 °C | 80 | Espectro 1a<br>3100-3300 $cm^{-1}$ (OH)<br>1630 $cm^{-1}$ (C=N) | Espectro 1b<br>m/z 135 $M^{+\cdot}$<br>m/z 120 $M^{+}-15$<br>m/z 118 $M^{+}-17$<br>m/z 77 P.B |
|  BENZOFENONA |  | A) 143-144 °C<br>B) 143 °C | 78.7 | Espectro 2a<br>3150-3500 $cm^{-1}$ (OH)<br>1642 $cm^{-1}$ (C=N) | Espectro 2b<br>m/z 197 $M^{+\cdot}$<br>m/z 180 $M^{+}-17$<br>m/z 77 P.B |
|  BENZOINA |  | A) 151 °C<br>B) 150-151 °C | * | * | * |
| 2,3 BUTANODIONA | | A) 245-246 °C<br>B) 245-246 °C | * | * | * |
| CICLOHEXANONA |  | A) 90 °C<br>B) 89-90 °C | 60 | Espectro 3a<br>3100-3400 $cm^{-1}$ (OH)<br>1630 $cm^{-1}$ (C=N) | Espectro 3b<br>m/z 113 $M^{+}$ P.B<br>m/z 96 $M^{+}-18$<br>m/z 96 $M^{+}-17$ |
|  CINAMALDEHIDO |  | A) 138 °C<br>B) 138 °C | * | * | * |

* ESTAS OXIMAS SE CONSIGUIERON EN LOS LABORATORIOS DE QUIMICA ORGANICA Y DE QUIMICA EXPERIMENTAL APLICADA DE LA FES_C

TABLA No. 4




| OXIMAS | OXIMAS PROTEGIDAS | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | ESTRUCTURAS | PUNTO DE FUSION A) TEORICO B) PRACTICO | RENDIMIENTO (%) | I. R | E.M |
|  |  | A)<br>B) 54-55°C | 70 | Espectro 4a<br>1730 cm⁻¹ (C=O)<br>1625 cm⁻¹ (C=N) | Espectro 4b<br>m/z 177 M⁺·<br>m/z 136 (M⁺-42)<br>m/z 118 P.B<br>m/z 77<br>m/z 43 (AC⊕) |
|  |  | A)<br>B) 51-52°C | 70.5 | Espectro 5a<br>1760 cm⁻¹ (C=O)<br>1640 cm⁻¹ (C=N) | Espectro 5b<br>m/z 239 M⁺·<br>m/z 197 (M⁺-42)<br>m/z 180<br>m/z 77<br>m/z 43 (Ac+) P.B |
|  |  | A)<br>B) 108-109°C | 80 | Espectro 6a<br>3300-3500 (OH)<br>1750 cm⁻¹ (C=O)<br>1625 cm⁻¹ (C=N) | Espectro 6b<br>m/z 269 M⁺·<br>m/z 209 M⁺-60<br>m/z 107<br>m/z 77 P.B<br>m/z 43 (Ac+) |

## PREPARACION DE CARBONATO DE PLATA ADSORBIDO EN TONSIL [9, 10].

$$AgNO_3 aq + Na_2CO_3 aq \xrightarrow{TONSIL} Ag_2CO_3/TONSIL$$

Básicamente la preparación del reactivo soporte se lleva a cabo por la reacción entre el nitrato de plata y el carbonato de sodio, al estar en medio acuoso junto con el soporte inorgánico (tonsil) se crea una situación en la que el precipitado $Ag_2CO_3$ es fuertemente adsorbido en la superficie de el Tonsil evitando asi la posible descomposición y contaminación de este agente oxidante.

PROCEDIMIENTO:

Una solución de 34 g. de nitrato de plata en 200 ml. de agua destilada se colocan en un vaso de precipitados de 600 ml. la solución se agita mecanicamente y se adicionan 30 g. de Tonsil (Optimun-Extra).

A esta suspensión homogénea se adiciona lentamente una solución de 30 g. de carbonato de sodio decahidratado en 300 ml. de agua destilada, cuando la adición es completa, la suspensión continua agitándose durante 10 ó 15 minutos más.

El reactivo soporte obtenido es filtrado, lavado primero con bastante agua destilada, después con eter absoluto y puesto a secar en una estufa a 20°C. durante 48 horas.

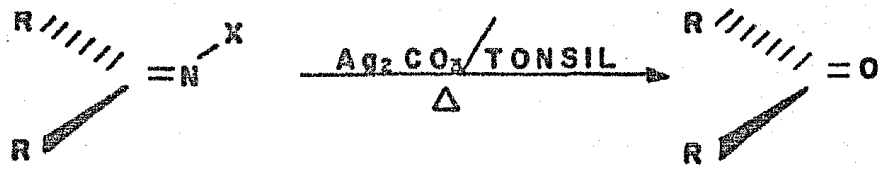
Posteriormente es guardado en un frasco color ambar bien cerrado.

PROPIEDADES

El reactivo $Ag_2CO_3$/ Tonsil es un sólido de color amarillo verdoso. Su apariencia es la de un polvo fino sin olor característico, presenta una amplia facilidad para su filtrado, lavado y manejo.

El carbonato de plata adsorbido en Tonsil antes de usarse, deberá destilarse azeotropicamente con benceno para eliminar las trazas residuales de agua que pueda contener.

## REACCION DE DESOXIMACION




X = OH, Ac O

Procedimiento General:[12]

En un matrz bola de 250 ml. se colocan 10 g. de $Ag_2CO_3$/TONSIL (seco) en 75 ml. de benceno anhidro y con agitación constante. A esta suspensión se le adiciona 1.2 g. de oxima previamente disuelta en 25 ml. de benceno anhidro, a temperatura ambiente y con agitación constante.

La mezcla se calienta a reflujo de 2 a 8 horas* manteniendo la agitación constante, en este tiempo el control de la reacción se llevo a cabo por cromatografía en capa fina, se eluyen con el disolvente adecuado para cada oxima de acuerdo con la polaridad y se revelan con lodo.
En el momento que toda la oxima reacciona se procede a la purificación.

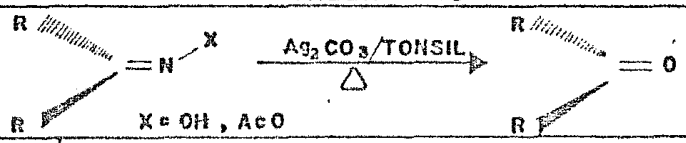
La mezcla de reacción se filtra lavandose; primero con benceno y después con acetona, con el próposito de extraer el producto que pudiera quedar adsorbido en el TONSIL.

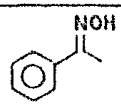
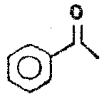
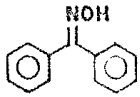
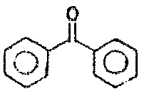
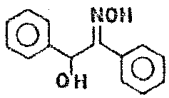
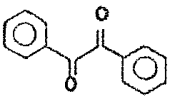
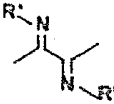
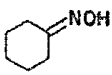
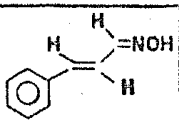
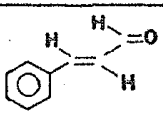
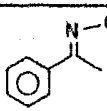
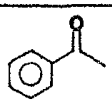
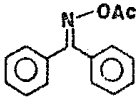
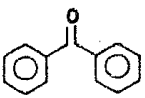
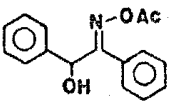
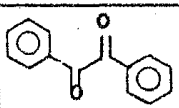
*Excepto las oximas acetiladas (Tiempo de reacción de 12 a 22 Hrs.)

La eliminación del disolvente se hace a presión reducida y la purificación del aldehido o la cetona se lleva a cabo por recristalización, cromotografía en columna ó bien en algunos casos directamente se induce a la formación de un derivado característico (2,4 denitrofenilhidrazona) de el compuesto carbonílico.

Los compuestos obtenidos fueron identificados por medio de: Cromatografía en capa fina comparativa, Espectroscopía infrarroja y Espectrometría de masas Tabla No. 5.

TABLA No. 5




| OXIMAS | ALDEHIDOS , CETONAS O HIDRAZONAS | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | ESTRUCTURA (R' = –NH–C6H3(NO2)2) | RENDIMIENTO (%) | TIEMPO (HRS) | I. R | E. M |
|  |  | 30 | 3 | Espectro 7a<br>1655 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 7b<br>m/z 120 M+·<br>m/z 105 P.B<br>m/z 77 |
|  |  | 80 | 8 | Espectro 8a<br>1690 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 8b<br>m/z 182 M+·<br>m/z 105 P.B<br>m/z 77 |
|  |  | 75 | 8 | Espectro 9a<br>1675 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 9b<br>m/z 210 M+·<br>m/z 105 P.B<br>m/z 77 |
| |  | 60 | 8 | Espectro 10a<br>1560 cm⁻¹ (N→O)<br>1415 cm⁻¹ (N=O)<br>1645 cm⁻¹ (C=N) | Espectro 10b<br>m/z 223 M+/2 |
|  | | 58 | 2 | Espectro 11a<br>1715 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 11b<br>m/z 98 M+·<br>m/z 55 P.B |
|  |  | 56 | 6 | Espectro 12a<br>1620 cm⁻¹ (C=C)<br>1673 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 12b<br>m/z 132 M+·<br>m/z 131 M+·-1<br>m/z 77<br>m/z 51 P.B |
|  |  | 24 | 12 | Espectro 13a<br>1655 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 13b<br>m/z 120 M+·<br>m/z 103 P.B<br>m/z 77 |
|  |  | 42 | 20 | Espectro 14a<br>1690 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 14b<br>m/z 197 M+·<br>m/z 105 P.B<br>m/z 77 |
|  |  | 39 | 22 | Espectro 15a<br>1675 cm⁻¹ (C=O) | Espectro 15b<br>m/z 210 M+·<br>m/z 105 P.B<br>m/z 77 |

# IV. D I S C U S I O N

## 1).- FORMACION DE SUSTRATOS

## 2).- DESOXIMACION OXIDATIVA

## FORMACION DE SUSTRATOS ( OXIMAS )

1.- El análisis de la correspondiente Espectroscopía Infrarroja de las oximas obtenidas, muestra las siguientes bandas:

a) De 3600 a 3570 $cm^{-1}$ debido al estiramiento del -OH.

b) De 1630 a 1625 $cm^{-1}$, valor para el estiramiento de -C=N de intensidad variable. Posición influenciada por tensión del anillo. Las aromáticas pueden ser desviadas hasta 1615 $cm^{-1}$

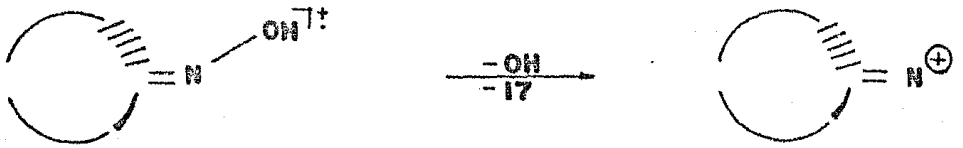
c) 1300 $cm^{-1}$ por la deformación del grupo -OH.

d) De 960 a 930 $cm^{-1}$, por el estiramiento de -N-O.

e) De 1750 a 1760 $cm^{-1}$ debido al estiramiento -C=O en el caso de acetatos de oxima.

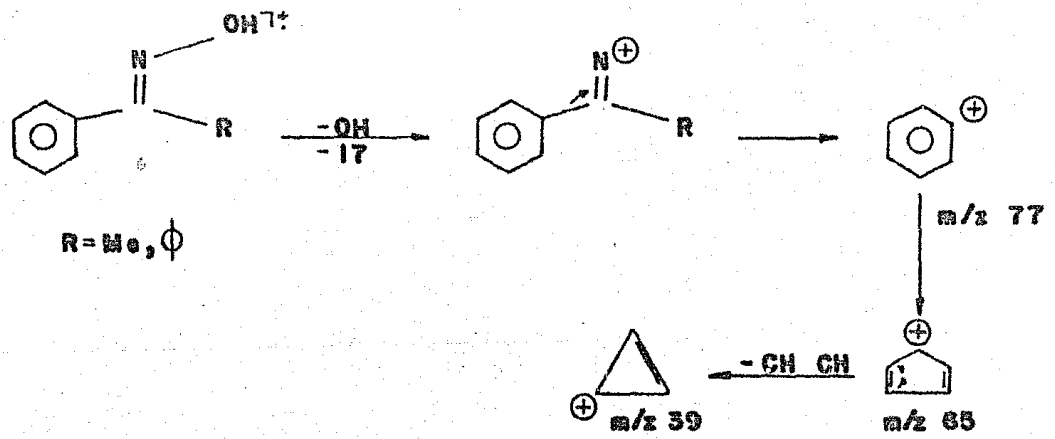
2.- Los datos de Espectrometría de Masas son congruentes con las entidades trabajadas como sustratos para la Desoximación Oxidativa.

a) Todas las oximas a partir de ión molecular respectivo muestran una pérdida de el grupo hidróxilo de acuerdo al siguiente patrón de fragmentación.

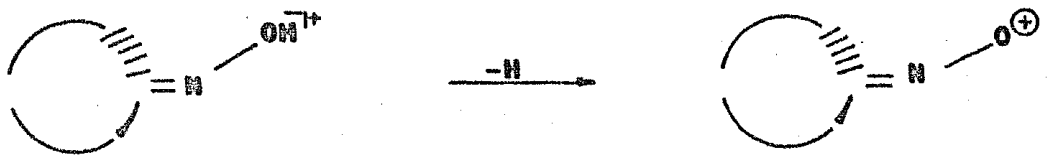



M+· (M+ -17)

b) En el caso de oximas con carácter aromático todas ellas presentan la fragmentación típica de derivados bencénicos ( m/z 77, m/z 65, m/z 39, etc.); de acuerdo al siguiente patrón de fragmentación.

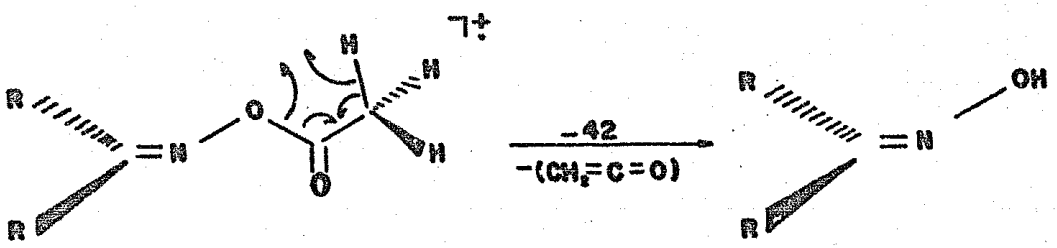


c) Todas las oximas consideradas, observando su respectivo espectro de masas muestran la pérdida característica de una unidad, la cual implica la formación de un fragmento de poca importancia en cuanto a su abundancia relativa.

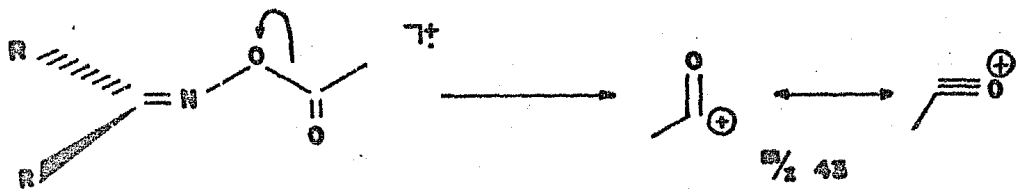



d) Los acetatos de oxima muestran:

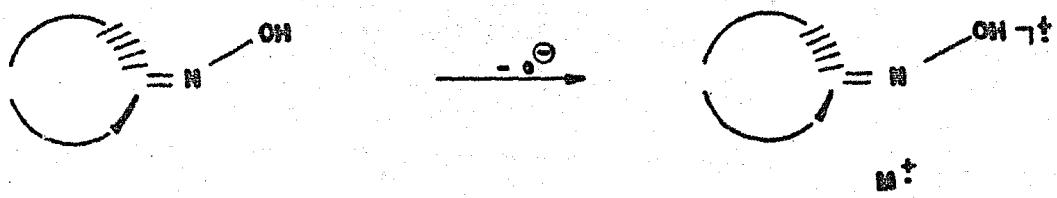
i) Diferencia de 42 unidades a partir del ión molecular - que implica pérdida de cetena.



ii) Presencia del fragmento de m/z 43 característico para acetatos.




e) Finalmente la presencia de la oxima es corroborada por el ión molecular.



## DESOXIMACION OXIDATIVA

Analizándose la tabla No. 5 y otros datos de la parte experimental, puede decirse que se realiza el proceso desoximativo de las entidades químicas utilizadas como sustratos:

1.- Al seguir todas las reacciones por cromatografía en placa fina comparativa, usando sílice como adsorbente y -- una serie de sistemas como eluyentes, el R.f. de la entidad - orgánica formada coincide con el compuesto carbonílico esperado.

2.- Análisis por I.R.:

a) Es bastante notoria la presencia de bandas de absorción en la región de 1600-1750 $cm^{-1}$ ca -- racterísticas para el estiramiento -C=O.

b) En el caso del producto de desoximación de la oxima de la benzoína, se hace patente la desaparición de la banda correspondiente al estiramiento del grupo hidroxilo a 3300 $cm^{-1}$, esto - obliga a tomar en cuenta que este grupo ha sido oxidado.

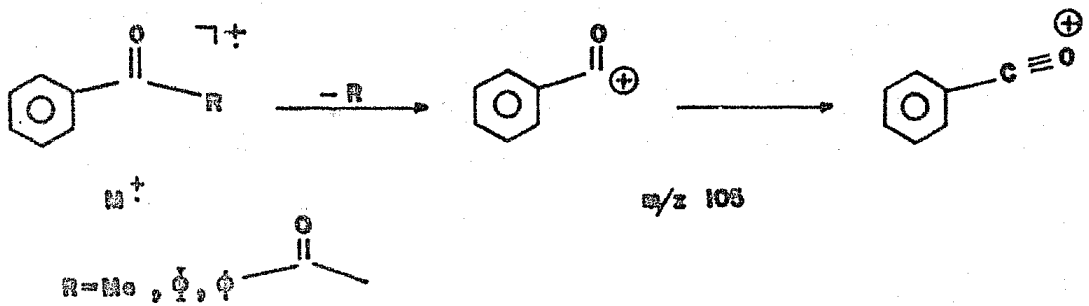
c) Referente a los acetatos de oxima es notoria la ausencia de absorción en 1750-1760 $cm^{-1}$.

d) La presencia de la butanodiona vía su derivado con la 2,4- DNFH se hace manifiesta por las bandas en :

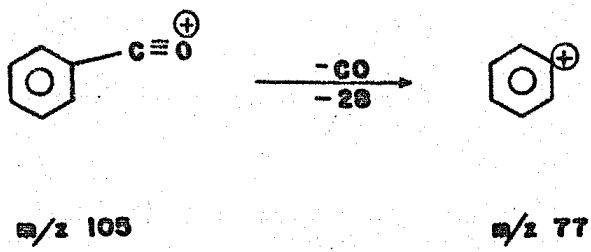
i) 1560 $cm^{-1}$ N-O
ii) 1615 $cm^{-1}$ N=O
iii) 1645 $cm^{-1}$ C=N

3.- Finalmente la Espectrometría de Masas corrobora la presencia de las entidades carbonílicas como productos del proceso de desoximación.

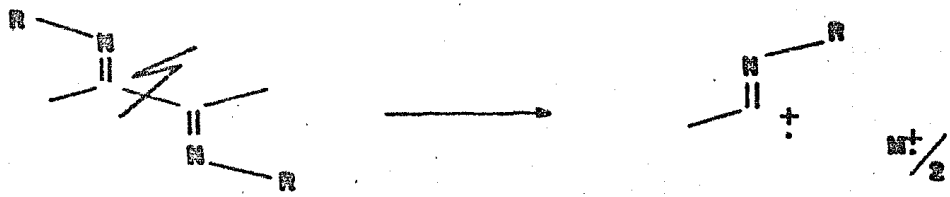
a) Para todas las cetonas y aldehídos con el grupo fenilo como sustituyente se observa la presencia de un fragmento de m/z = 105, formado de acuerdo al siguiente patrón de fragmentación característico para este tipo de compuestos.

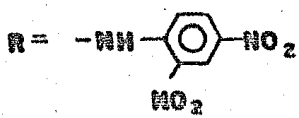



b) Para las entidades anteriormente mencionadas también está presente el fragmento m/z 77 muy característico para compuestos que soportan un fenilo como radical, fragmento originado según el siguiente patrón de fragmentación.

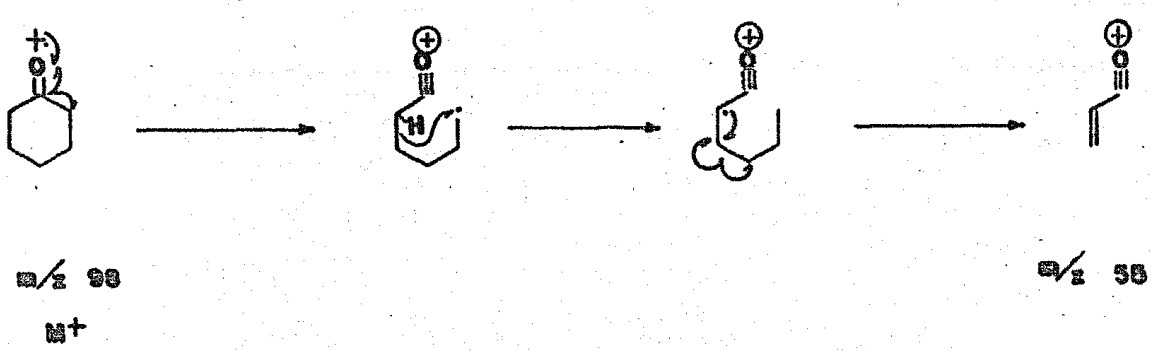


c) En el caso de la butanodiona se tiene la presencia del fragmento m/z 223 correspondiente a el $M^{+\cdot}/2$:

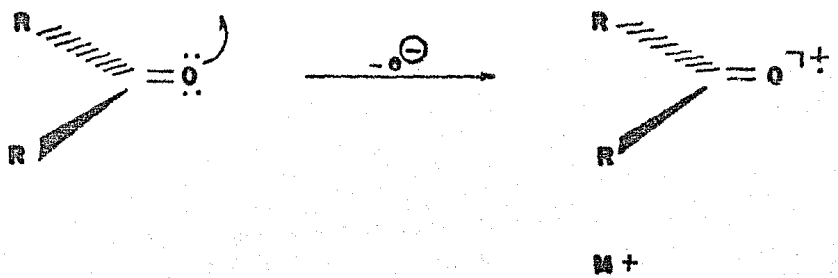



d) Analizando el espectro de masas para el producto correspondiente de la ciclohexanona se observa la presencia del fragmento m/z 55 correspondiente al pico base, el cual origina el siguiente mecanismo para su fragmentación.



e) Finalmente la presencia del compuesto carbonílico y por consiguiente la efectividad de la reacción de desoximación es corroborada por el correspondiente ión molecular (M+ ).



## V.- CONCLUSIONES

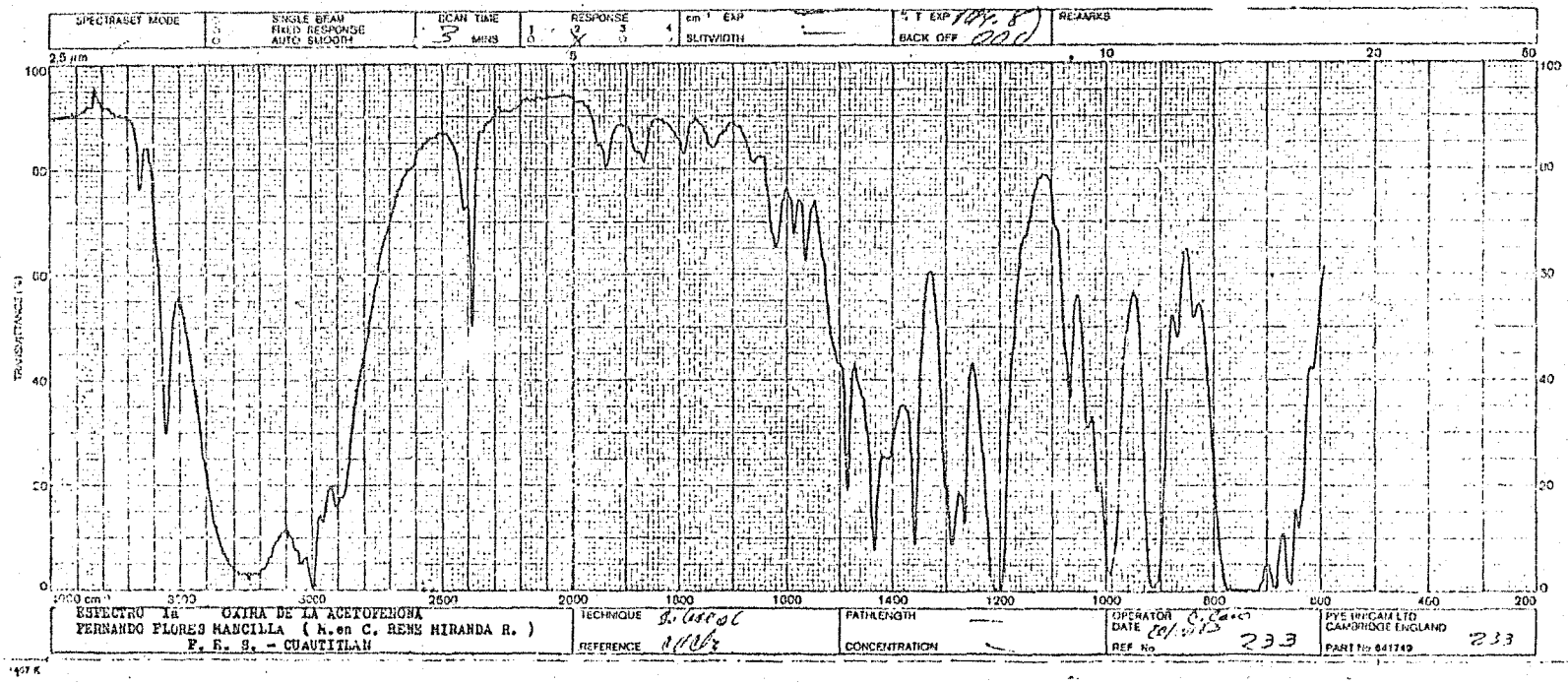
1.- El reactivo $Ag_2CO_3$/ Tonsil ( BENTONITA ), es un reactivo para procesos de desoximación.

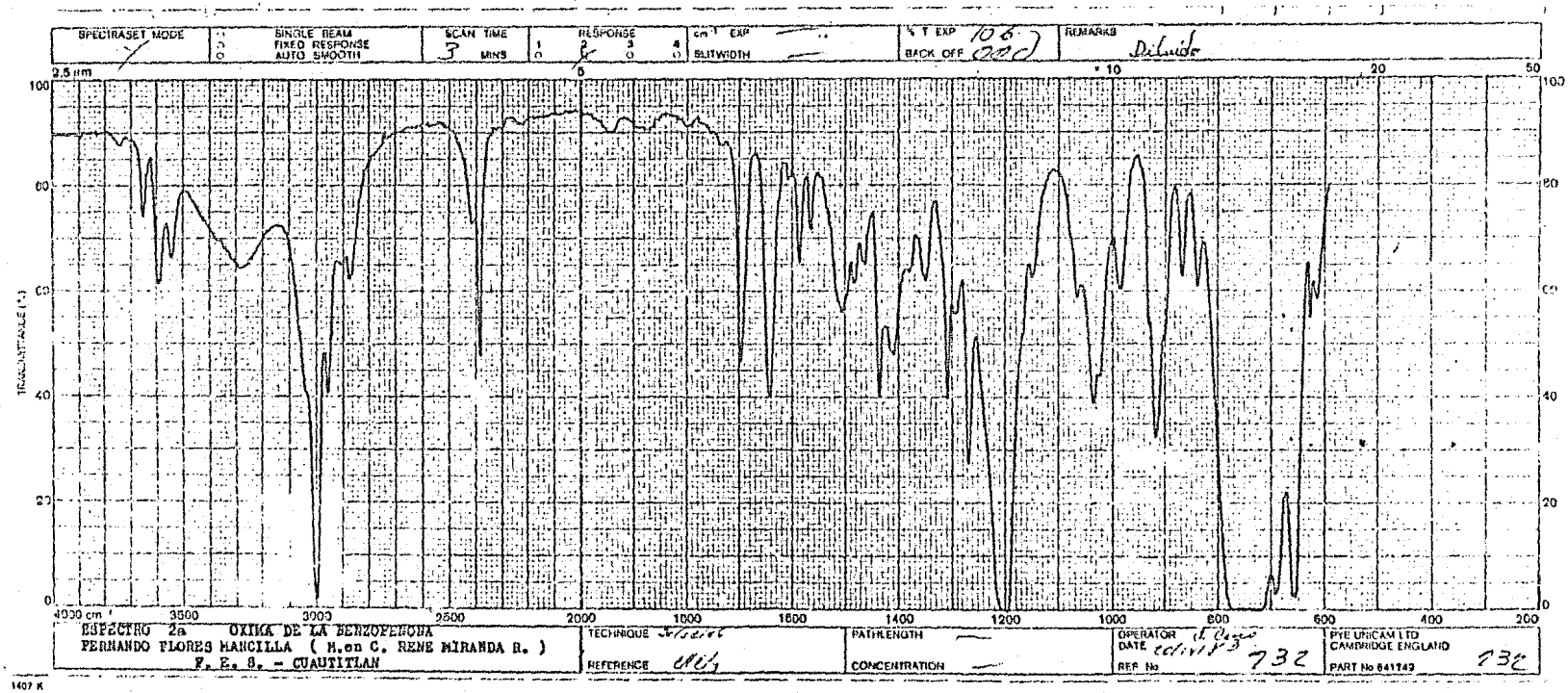
2.- Se hace de manifiesto al revisar la literatura química que éste es el primer caso de desoximación que implica el uso de reactivos soportados.

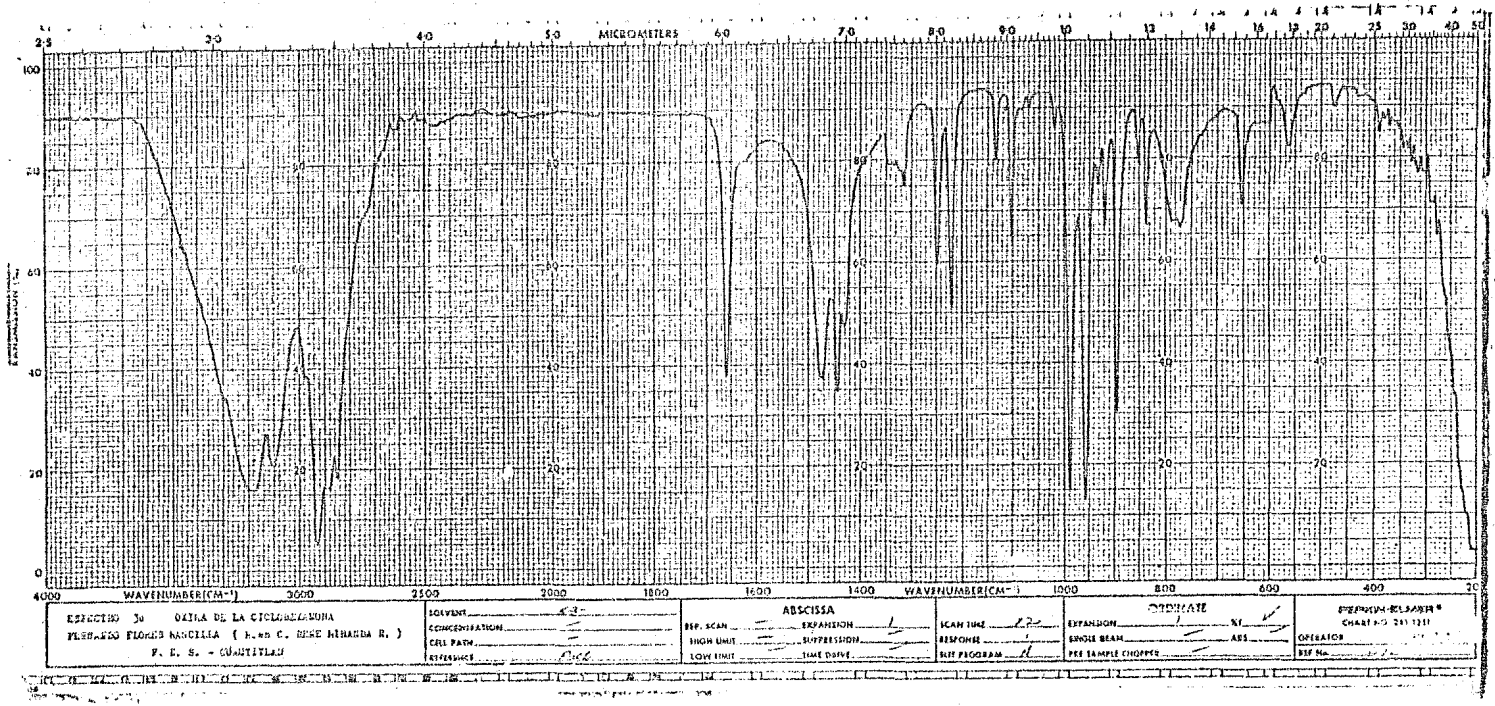
3.- El proceso es ampliamente recomendable por el bajo precio y la relevante versatilidad del soporte ( BENTONITA ).

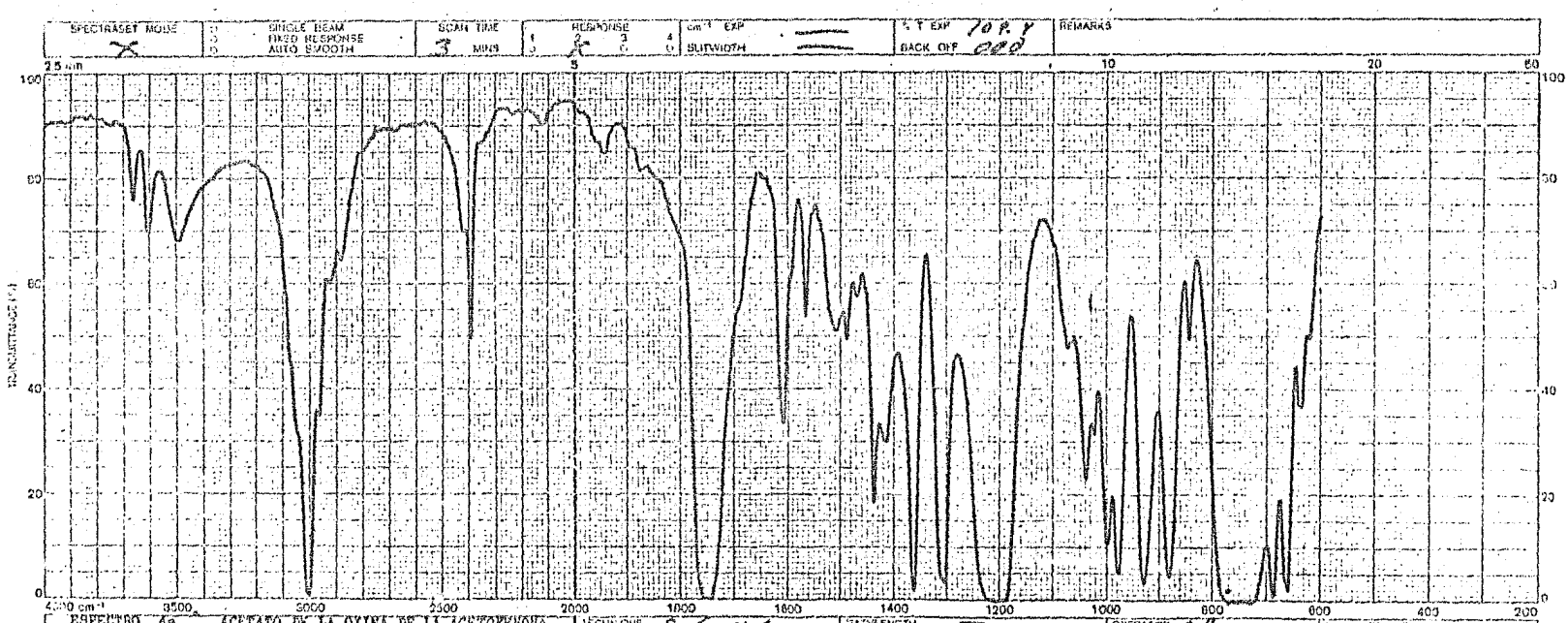
4.- El proceso es muy sencillo específicamente en el proceso de purificación además de que procede con buenos rendimientos.

# VI. APENDICE.


SPECTRASET MODE
SINGLE BEAM
FIXED RESPONSE
AUTO SMOOTH
SCAN TIME
3 MINS
RESPONSE
cm⁻¹ EXP
SLITWIDTH
% T EXP
BACK OFF
REMARKS
2.5 μm
5
10
20
60
100
80
60
40
20
0
TRANSMITTANCE (%)
3000 cm⁻¹
3500
3000
2500
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
ESTECTRO Ia OXIRA DE LA ACETOFENONA
FERNANDO FLORES MANCILLA ( M.en C. RENE MIRANDA R. )
F. E. S. - CUAUTITLAN
TECHNIQUE
REFERENCE
PATHLENGTH
CONCENTRATION
OPERATOR
DATE
REF No
233
PYE UNICAM LTD
CAMBRIDGE ENGLAND
PART No 641749
233


SPECTRASET MODE
SINGLE BEAM
FIXED RESPONSE
AUTO SMOOTH
SCAN TIME
3 MINS
RESPONSE
1 2 3 4
cm⁻¹ EXP
SLITWIDTH
% T EXP 10.6
BACK OFF 000
REMARKS Diluido
2.5 μm
5
10
20
50
TRANSMITTANCE (%)
4000 cm⁻¹
3500
3000
2500
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
ESPECTRO 2a OXIMA DE LA BENZOFENONA
FERNANDO FLORES MANCILLA ( M.en C. RENE MIRANDA R. )
F. E. S. - CUAUTITLAN
TECHNIQUE Solvente
REFERENCE
PATHLENGTH
CONCENTRATION
OPERATOR
DATE
REF No 732
PYE UNICAM LTD
CAMBRIDGE ENGLAND
PART No 641749
732
1407 K


MICROMETERS
WAVENUMBER(CM⁻¹)
WAVENUMBER(CM⁻¹)
ESPECTRO Jo OAXA DE LA CICLOHEXANONA
PLEBANIO FLORES MANCILLA ( Lab C. RENE BERANDA R. )
F. E. S. - CUANTITLAN
SOLVENT
CONCENTRATION
CELL PATH
REFERENCE
ABSCISSA
REP. SCAN
EXPANSION
HIGH LIMIT
SUPPRESSION
LOW LIMIT
TIME DRIVE
SCAN TIME
RESPONSE
REF PROGRAM
ORDINATE
EXPANSION
SINGLE BEAM
PER SAMPLE CHOPPER
OPERATOR
REF No.




ESPECTRO 4a ACETATO DE LA OXIMA DE LA ACETOFENONA
FERNANDO FLORES MANCILLA ( M.en C. RENE MIRANDA R. )
F. E. S. - CUAUTITLAN

TECHNIQUE Solución
REFERENCE CHCl3

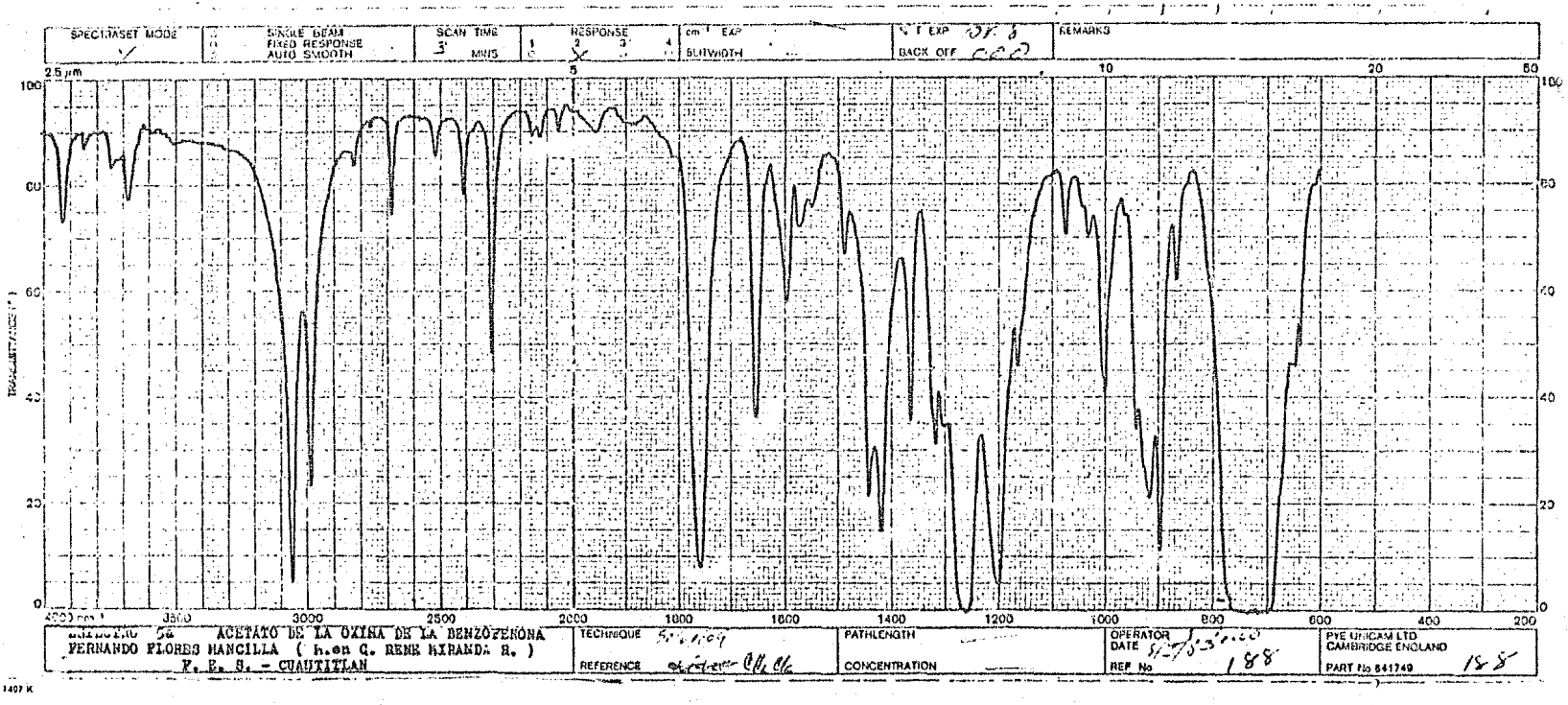
PATHLENGTH —
CONCENTRATION —

OPERATOR C. Cano
DATE 6/22/83
REF No 32

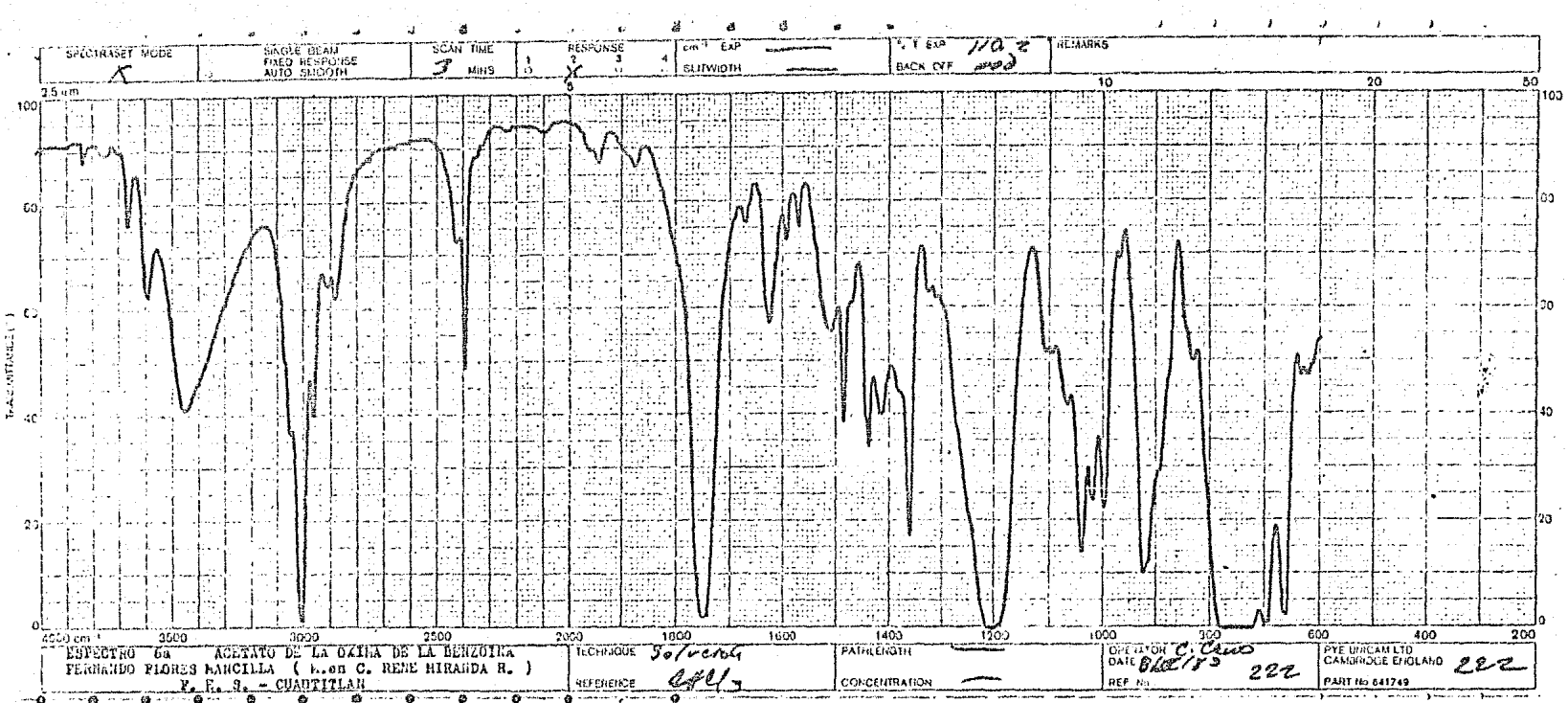
PYE UNICAM LTD
CAMBRIDGE ENGLAND
PART No 641749

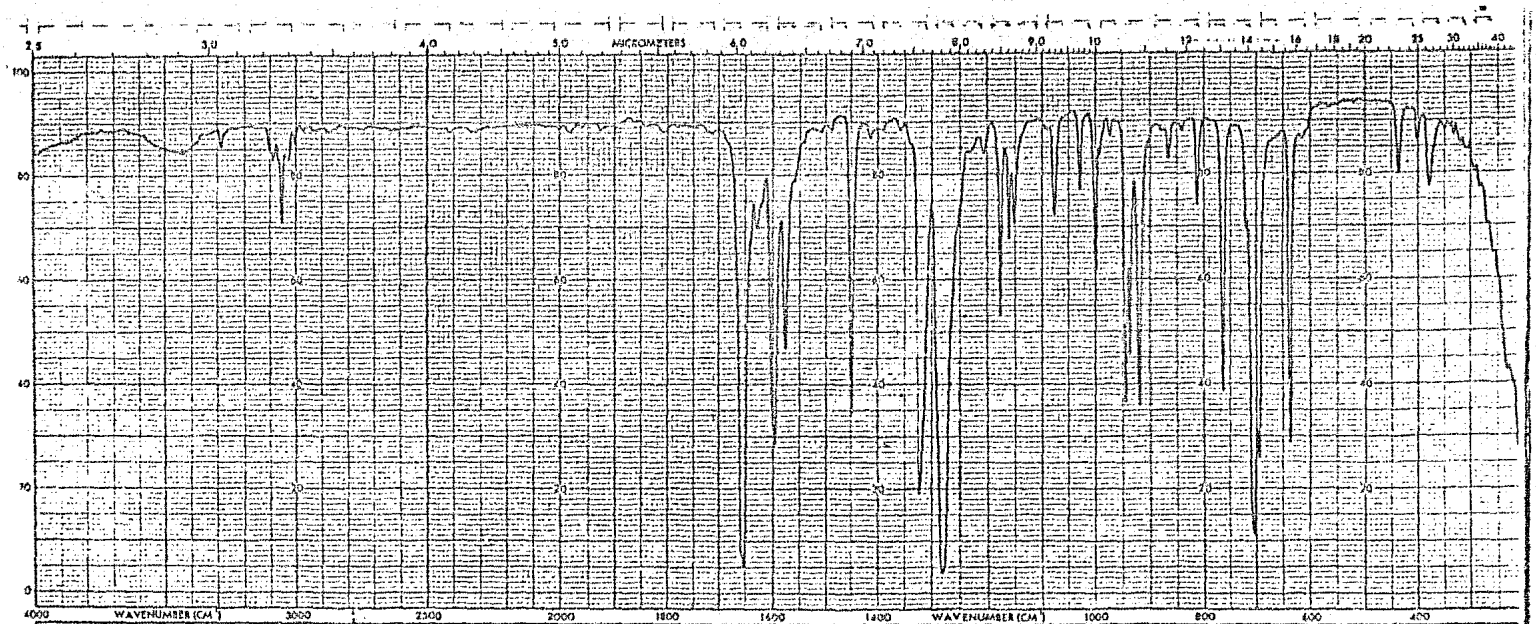
29

1407 K


SPECTRASET MODE
SINGLE BEAM
FIXED RESPONSE
AUTO SMOOTH
SCAN TIME
3' MINS
RESPONSE
cm⁻¹ EXP
BURWIDTH
% T EXP
BACK OFF
REMARKS
2.5 μm
5
10
20
50
100
80
60
40
20
0
TRANSMITTANCE (%T)
4000 cm⁻¹
3500
3000
2500
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
ACETATO DE LA OXINA DE LA BENZOFENONA
FERNANDO FLORES MANCILLA ( h.en C. RENE MIRANDA R. )
F. E. S. - CUAUTITLAN
TECHNIQUE
REFERENCE
PATHLENGTH
CONCENTRATION
OPERATOR
DATE
REF No
188
PYE UNICAM LTD
CAMBRIDGE ENGLAND
PART No 841749
188

1407 K


SPECTRASET MODE
SINGLE BEAM
FIXED RESPONSE
AUTO SMOOTH
SCAN TIME
3 MINS
RESPONSE
cm⁻¹ EXP
SLITWIDTH
% T EXP
BACK OFF
REMARKS
2.5 µm
10
20
50
100
80
60
40
20
0
4000 cm⁻¹
3500
3000
2500
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
ESPECTRO 6a ACETATO DE LA OXIMA DE LA BENZOINA
FERNANDO FLORES MANCILLA ( Dr. en C. RENE MIRANDA R. )
F. E. S. - CUAUTITLAN
TECHNIQUE Solvent
REFERENCE CCl4
PATHLENGTH
CONCENTRATION
OPERATOR C. Cruz
DATE 6/02/83
REF No 222
PYE UNICAM LTD
CAMBRIDGE ENGLAND
PART No 641749




ESPECTRO 7a ACETOFENONA
FERNANDO FLORES LAUCILLA ( R.en C. RENE MIRANDA R. )
F. E. J. - CUAUTITLAN

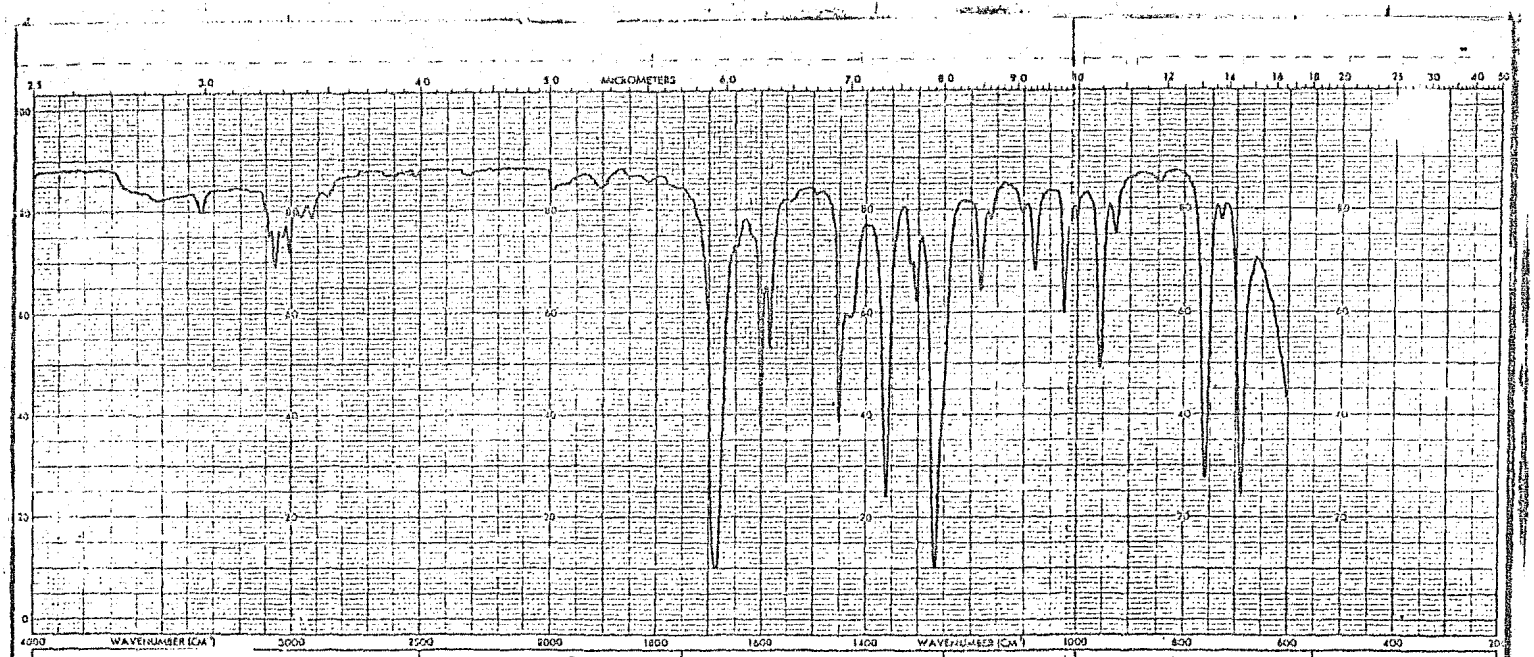
SOLVENT
CONCENTRATION
CELL PATH
REFERENCE

ABSCISSA
REP. SCAN
HIGH LIMIT
LOW LIMIT
EXPANSION
SUPPRESSION
TIME DRIVE

SCAN TIME
RESPONSE
SLIT PROGRAM

ORDINATE
EXPANSION
SINGLE BEAM
PRE SAMPLE CHOPPER
%T
ABS

PERKIN-ELMER
CHART NO
OPERATOR
DATE




ESPECTRO Sa. EL SUPERIOR
FERNANDO FLORES MARCILLA ( Alex C. IRENE MIRANDA H. )
F. C. B. - GUAYAQUIL

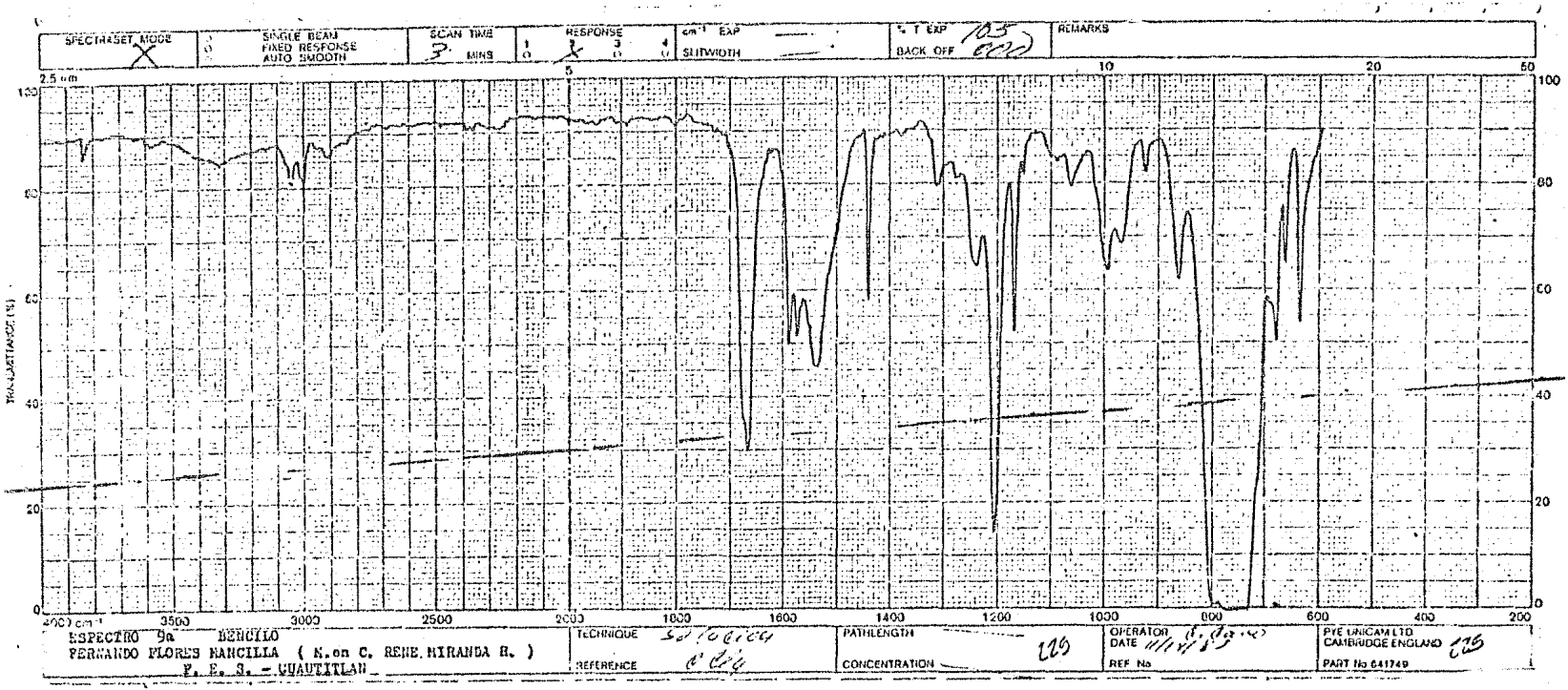
SOLVENT
CONCENTRATION
CELL PATH
REFERENCE

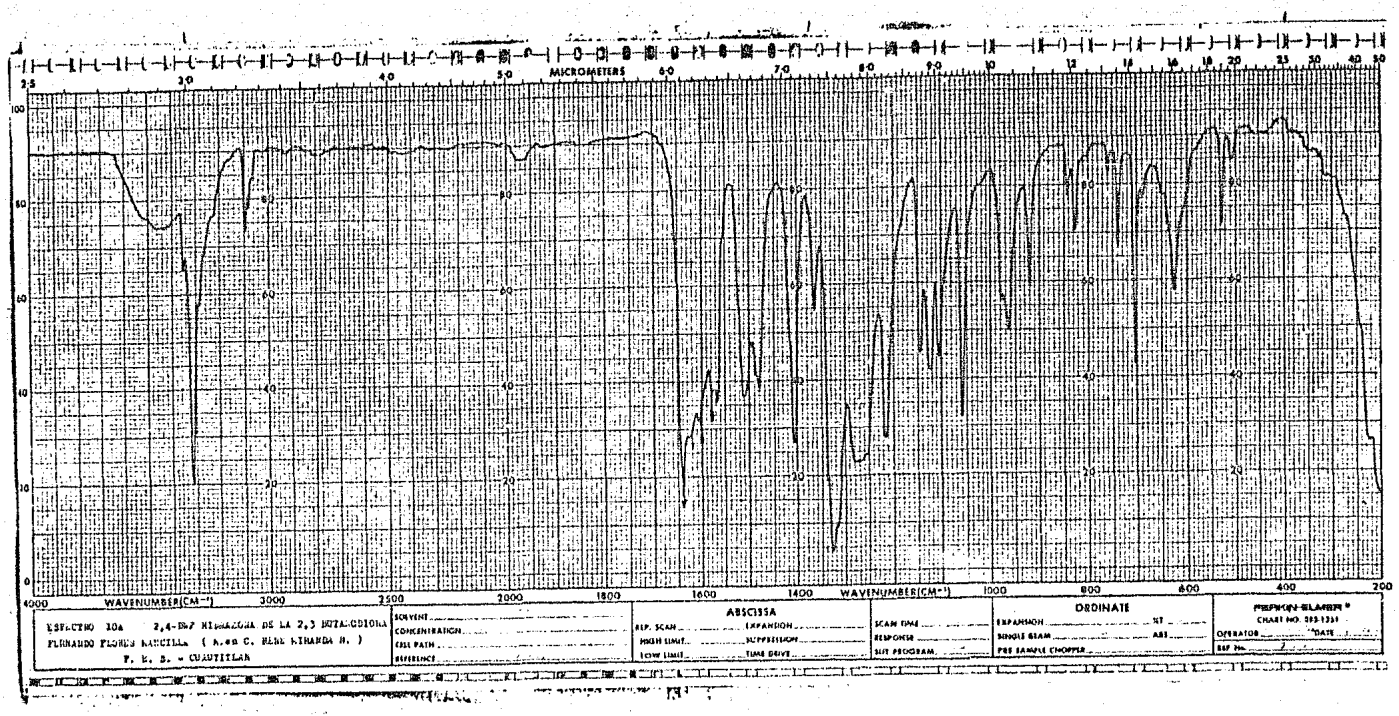
ABSCISSA
REP. SCAN
EXPANSION
HIGH LIMIT
SUPPRESSION
LOW LIMIT
TIME CONST.

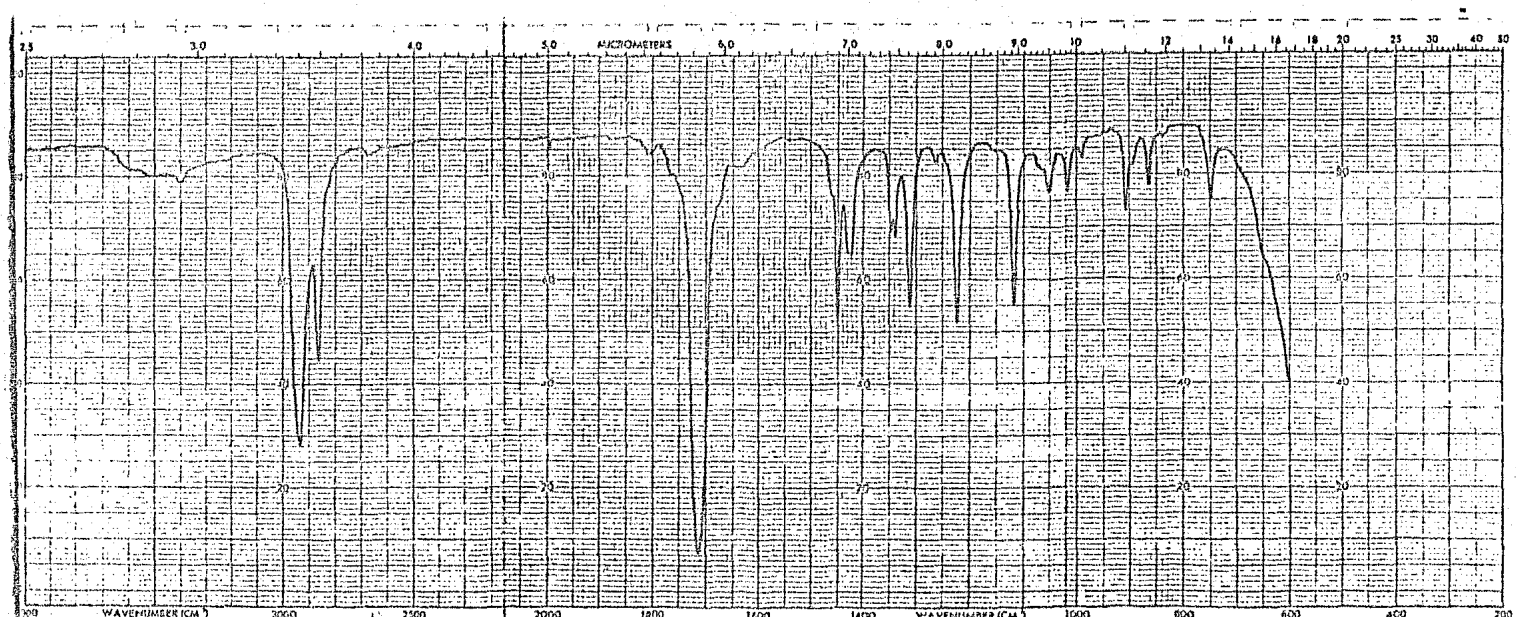
SCAN TIME
RESPONSE
SLIT PROGRAM

ORDINATE
EXPANSION
%T
SINGLE BEAM
ABS
PRISM CHOPPER

PERKIN ELMER
CHART NO. 203-1251
OPERATOR
DATE
REF NO


SPECTRASET MODE
SINGLE BEAM
FIXED RESPONSE
AUTO SMOOTH
SCAN TIME
3 MINS
RESPONSE
cm⁻¹ EXP
SLITWIDTH
% T EXP
BACK OFF
REMARKS
2.5 cm
TRANSMITTANCE (%)
4000 cm⁻¹
3500
3000
2500
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
ESPECTRO 9a BENCILO
FERNANDO FLORES MANCILLA ( K.on C. RENE MIRANDA R. )
F. E. S. - CUAUTITLAN
TECHNIQUE
REFERENCE
PATHLENGTH
CONCENTRATION
OPERATOR
DATE
REF No
PYE UNICAM LTD
CAMBRIDGE ENGLAND
PART No 641749


MICROMETERS
WAVENUMBER(CM⁻¹)
WAVENUMBER(CM⁻¹)
ESPECTRO 10a 2,4-DNF HIDRAZONA DE LA 2,3 BUTANODIONA
FERNANDO FLORES RINCILLA ( A.en C. REBE MIRANDA H. )
F. E. S. - CUAUTITLAN
SOLVENT
CONCENTRATION
CELL PATH
REFERENCE
ABSCISSA
REP. SCAN
HIGH LIMIT
LOW LIMIT
EXPANSION
SUPPRESSION
TIME DRIVE
SCAN TIME
RESPONSE
SLIT PROGRAM
ORDINATE
EXPANSION
SINGLE BEAM
PRE SAMPLE CHOPPER
%T
ABS
PERKIN-ELMER
CHART NO. 303-1351
OPERATOR
DATE
REF No.




SPECTRO 11a CICLOHEXANONA
FERNANDO FLORES MARCILLA ( M.en C. REYE MIRANDA R. )
F. E. N. - CUAUTITLAN

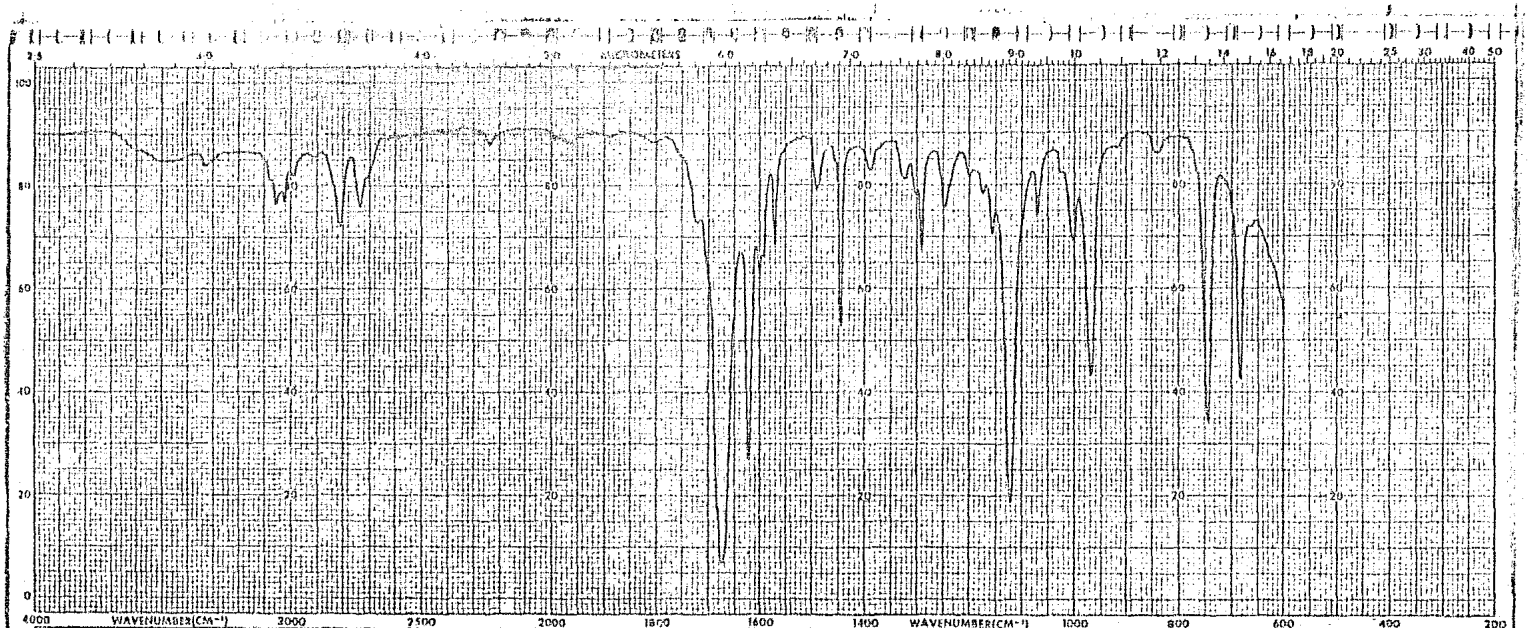
SOLVENT
CONCENTRATION
CELL PATH
REFERENCE

ABSCISSA
REP. SCAN — EXPANSION
HIGH LIMIT — SUPPRESSION
LOW LIMIT — TIME CONST.

SCAN TIME
RESPONSE
PEN PROTECTION

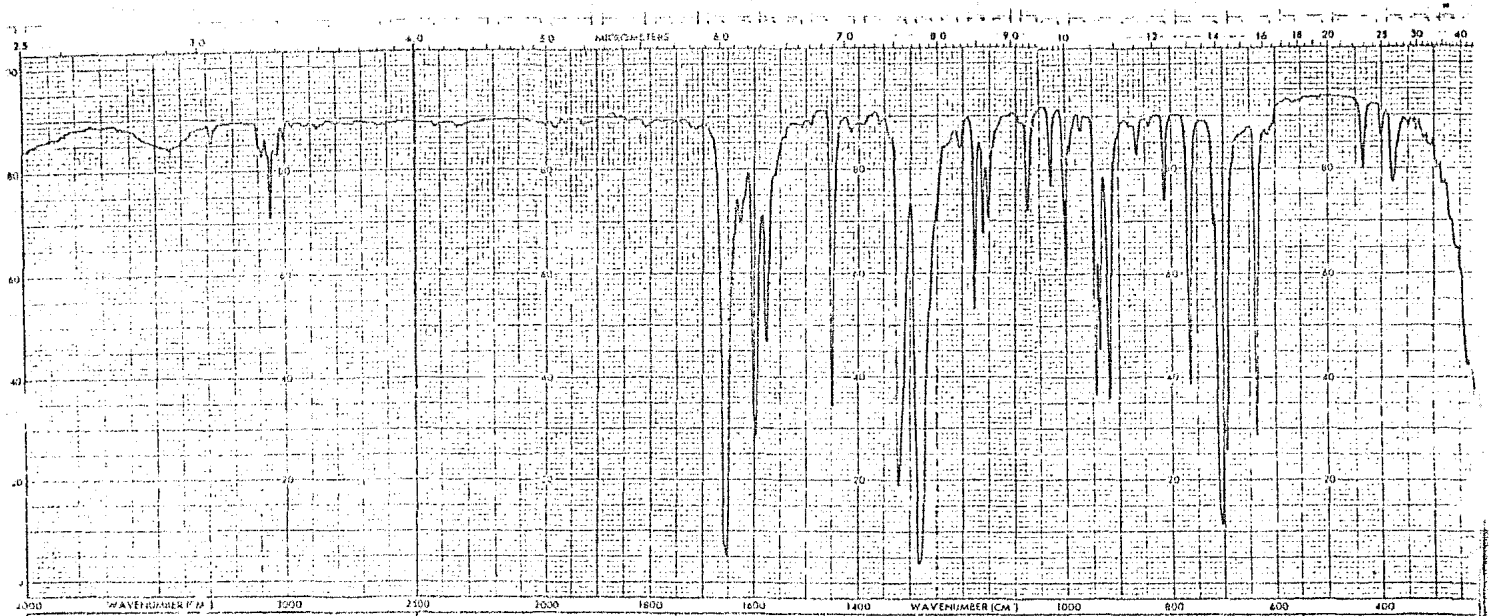
ORDINATE
EXPANSION — %T
SINGLE BEAM — ABS
PRE SAMPLE CHOPPER

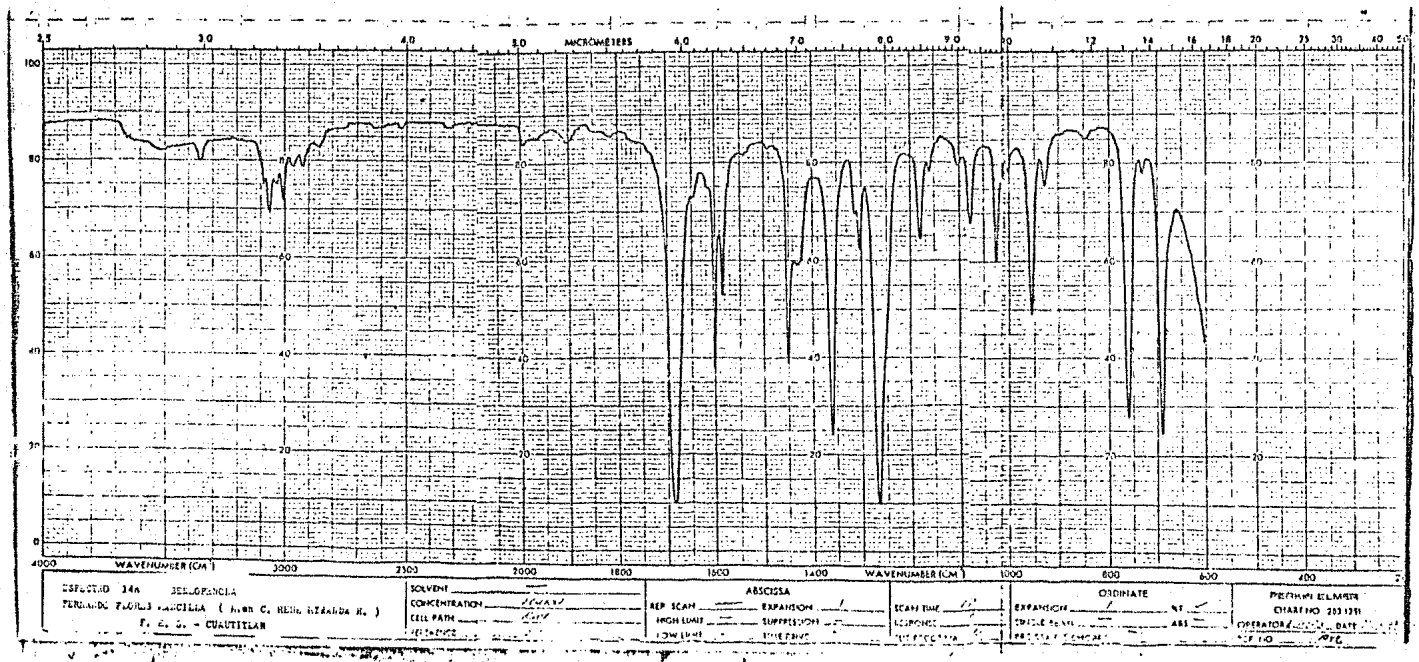
PERKIN ELMER
CHART NO. 281-1251
OPERATOR
DATE
SER. NO.

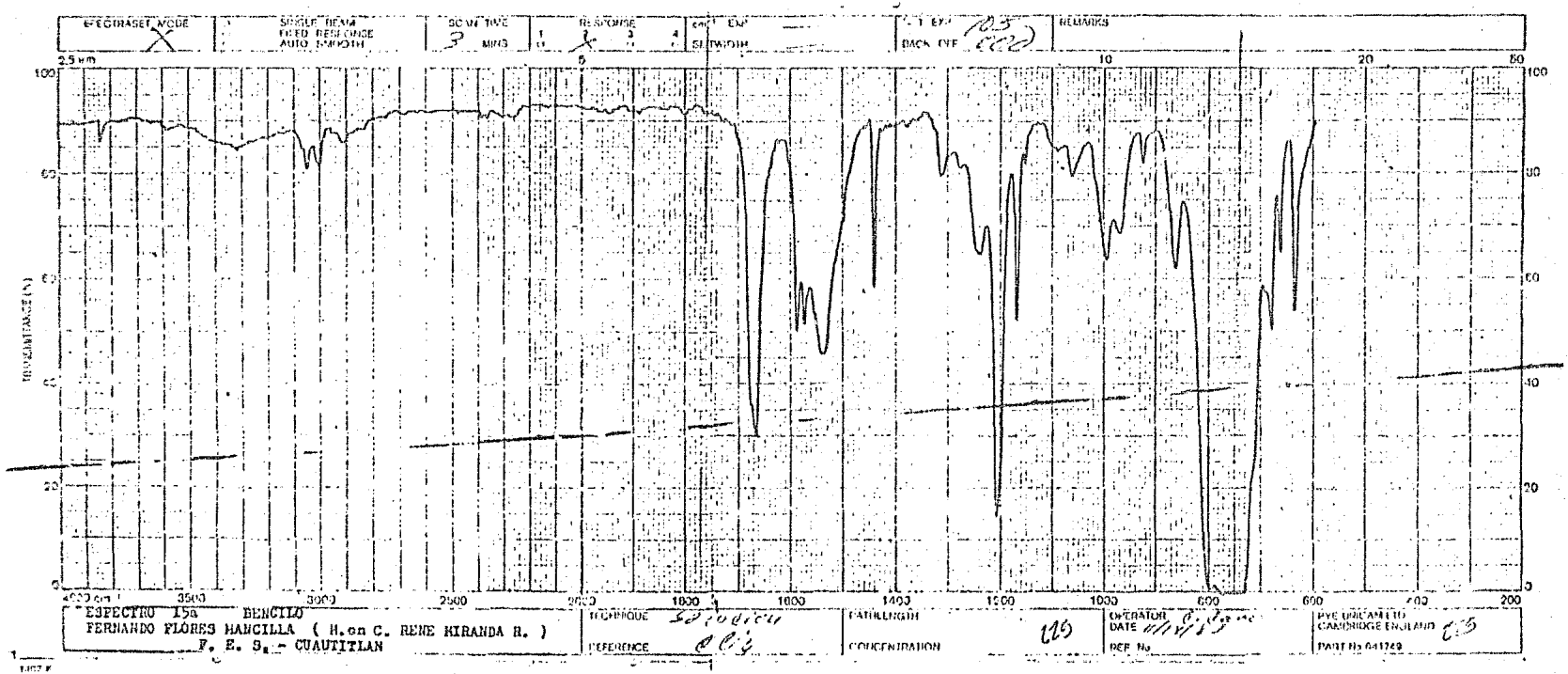


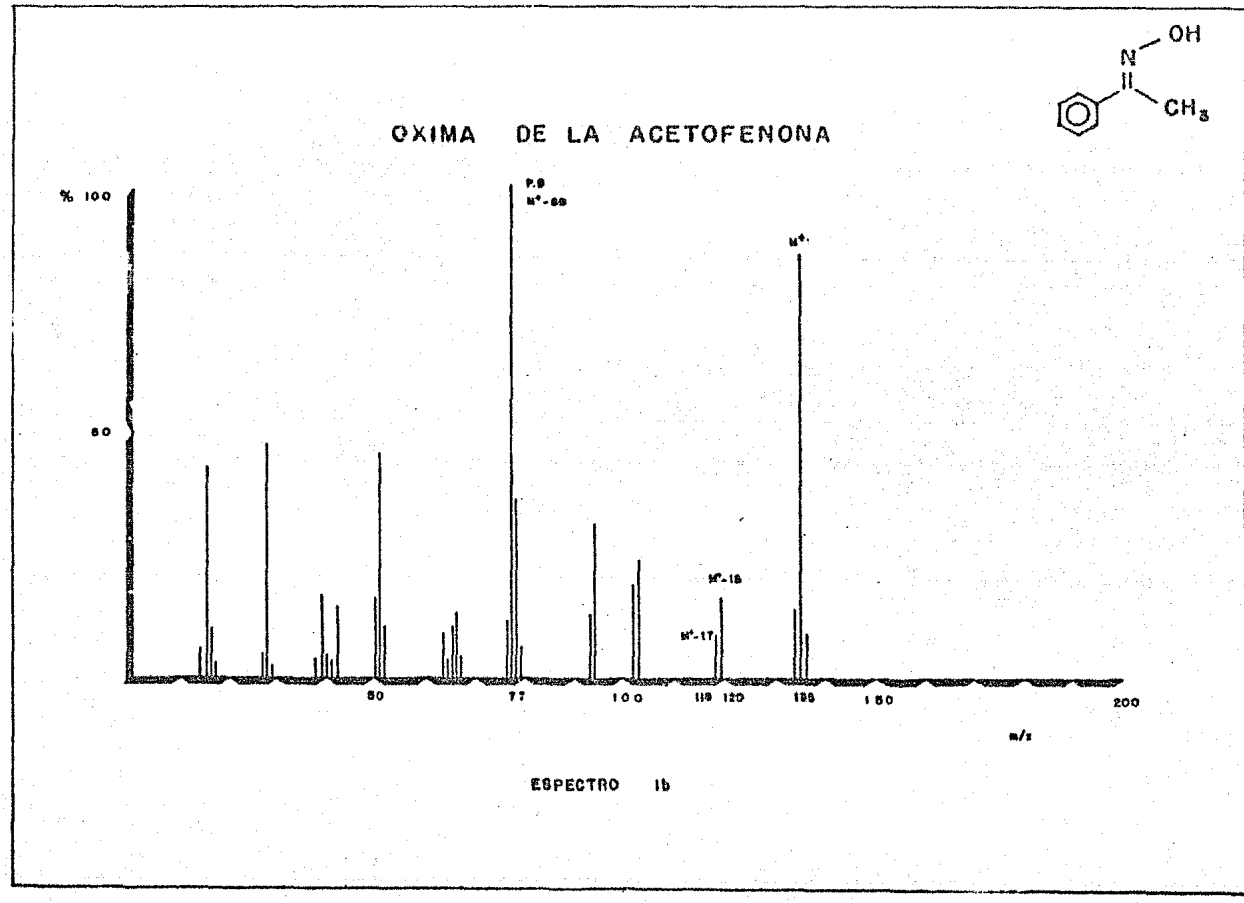

ESPECTRO 12a CINNAMALDEHIDO
FERMANDO FLORES MARCILLA ( R.an C. REPE MIRANDA R. )
P. E. S. - CUAUTITLAN

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| SOLVENT | ABSCISSA | | ORDINATE | PERKIN-ELMER |
| CONCENTRATION PELICULA | REP. SCAN / EXPANSION | SCAN TIME 12 | EXPANSION / % T. | CHART NO. 993-1251 |
| CELL PATH NaCl | HIGH LIMIT / SUPPRESSION | RESPONSE | SINGLE BEAM / ABS | OPERATOR C.CANO DATE / |
| REFERENCE Aire | LOW LIMIT / TIME DRIVE | SLIT PROGRAM | PRE SAMPLE CHOPPER | REF No. |


MICROMETERS
WAVENUMBER (CM⁻¹)
WAVENUMBER (CM⁻¹)
SOLVENT
CONCENTRATION
CELL PATH
REFERENCE
ABSCISSA
REP. SCAN
EXPANSION
HIGH LIMIT
SUPPRESSION
LOW LIMIT
SUP DRIVE
SUP PROGRAM
SCAN TIME
RESPONSE
ORDINATE
EXPANSION
%T
SINGLE BEAM
ABS
PERKIN ELMER
CHART NO. 203 (25)
OPERATOR
DATE

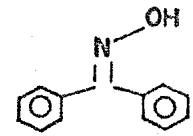

MICROMETERS
WAVENUMBER (CM⁻¹)
SOLVENT
CONCENTRATION
CELL PATH
ABSCISSA
EXPANSION
SUPPRESSION
ORDINATE
PERKIN ELMER

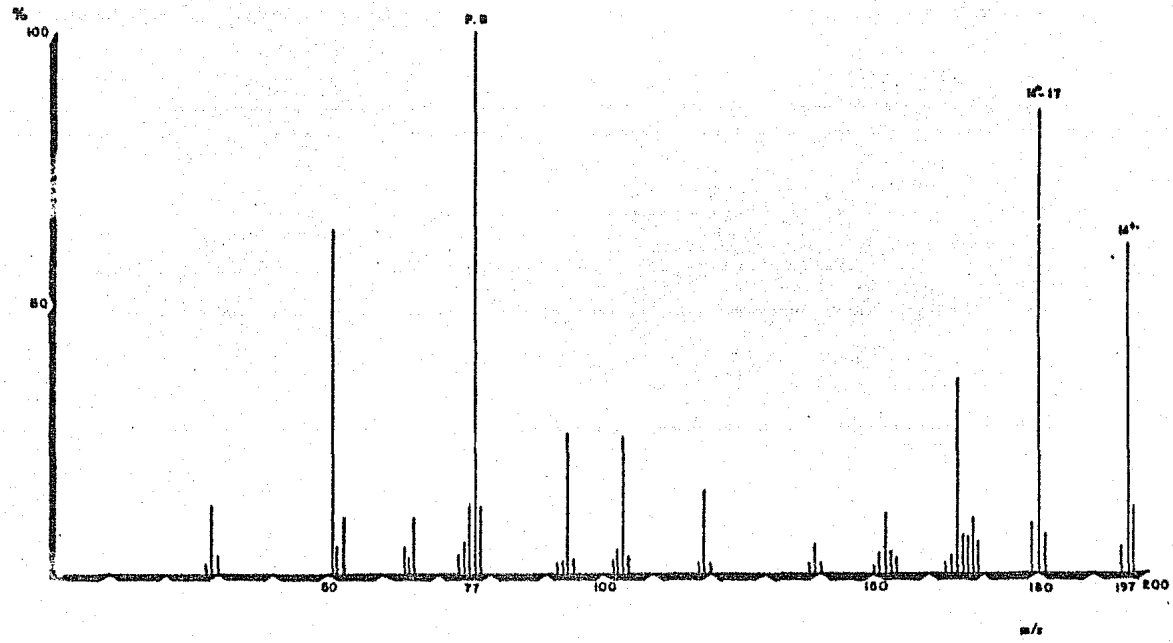

SPECTRASET MODE
SINGLE BEAM
FIXED RESPONSE
AUTO SMOOTH
SCAN TIME
3 MINS
RESPONSE
SLIT WIDTH
BACK OFF
REMARKS
2.5 μm
5
10
20
50
TRANSMITTANCE (%)
4000 cm⁻¹
3500
3000
2500
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
ESPECTRO 15a BENCILO
FERNANDO FLORES HANCILLA ( H.en C. RENE MIRANDA R. )
F. E. S. - CUAUTITLAN
TECHNIQUE
REFERENCE
PATHLENGTH
CONCENTRATION
OPERATOR
DATE
REF. No.
PYE UNICAM LTD
CAMBRIDGE ENGLAND
PART No. 041769


OH
N
CH3
OXIMA DE LA ACETOFENONA
% 100
50
P.B
M+-89
M+.
M+-15
M+-17
50
77
100
118
120
135
150
200
m/z

ESPECTRO 1b

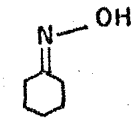
## OXIMA DE LA BENZOFENONA

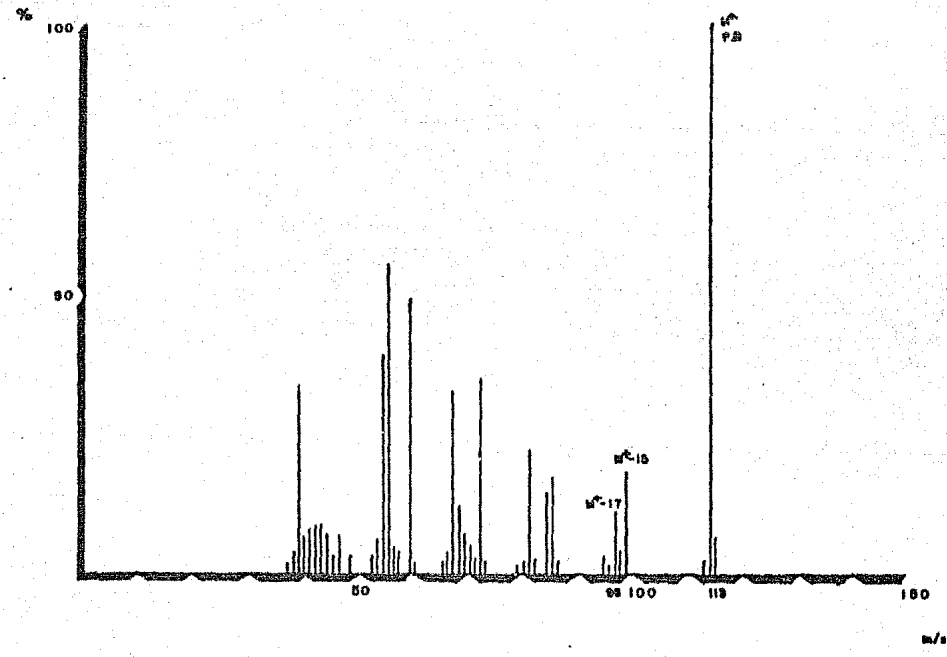



ESPECTRO 2b

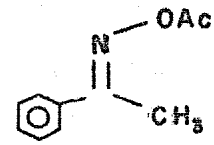
# OXIMA DE LA CICLOHEXANONA

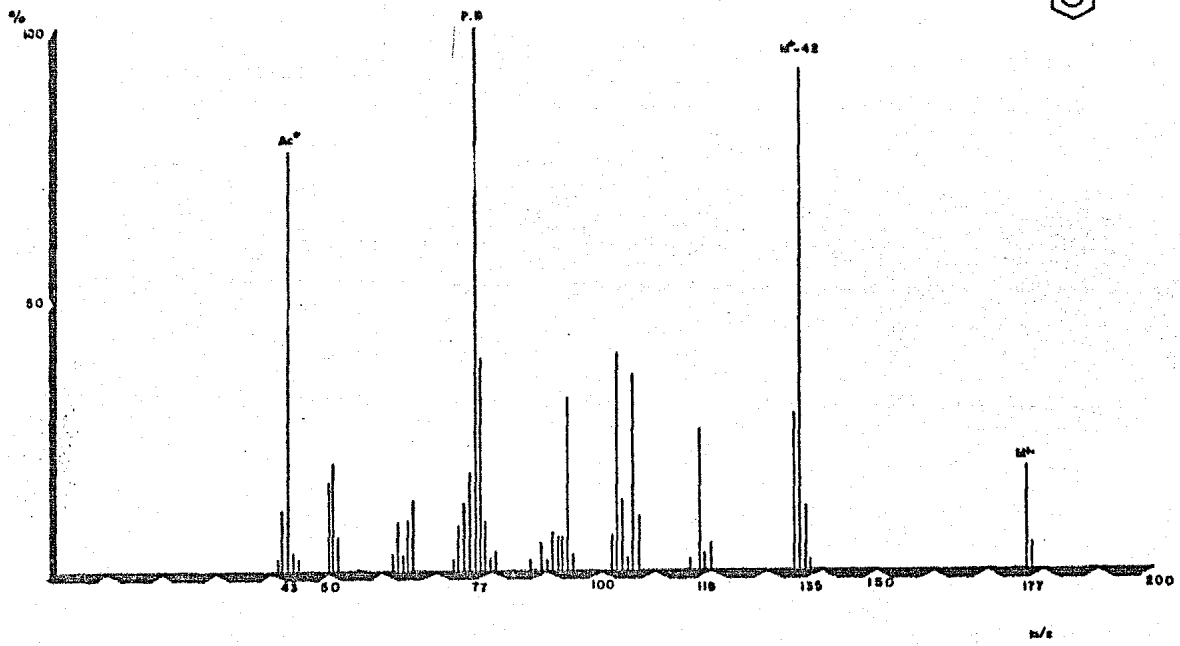



ESPECTRO 3b

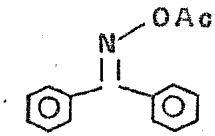
## ACETATO DE LA OXIMA DE LA ACETOFENONA

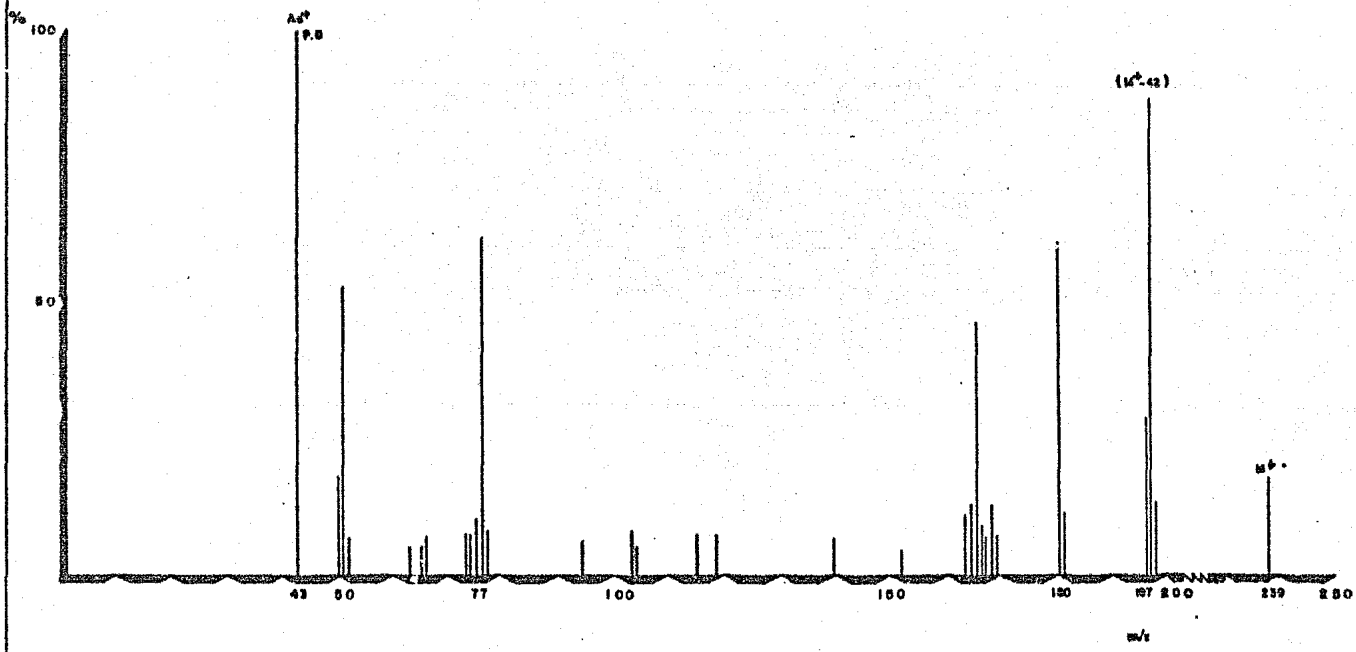



ESPECTRO 4b

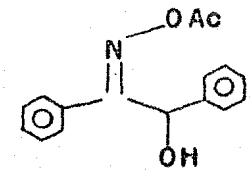
## ACETATO DE LA OXIMA DE LA BENZOFENONA

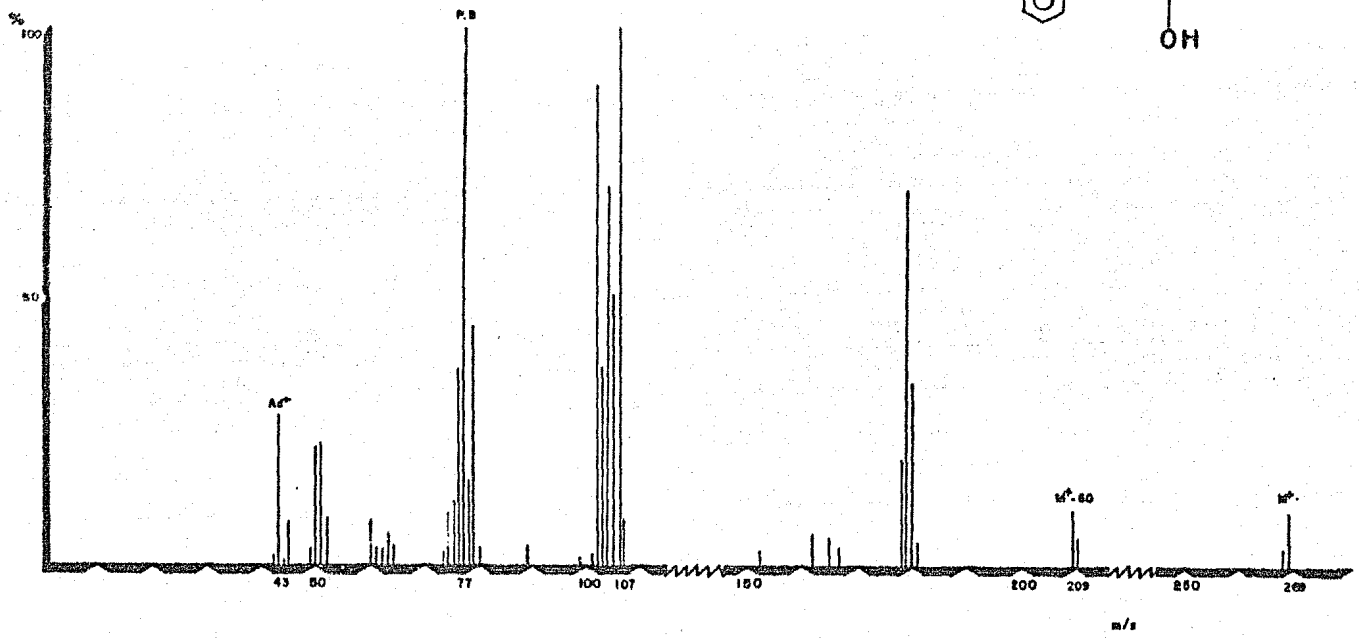



ESPECTRO 5b

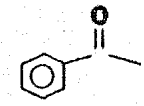
ACETATO DE LA OXIMA DE LA BENZOINA

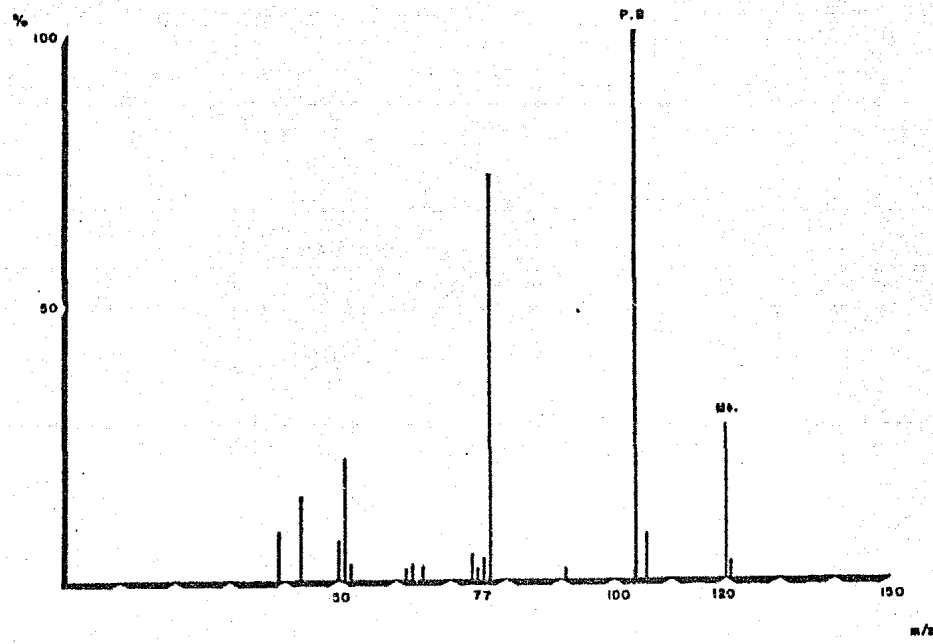



ESPECTRO 6b

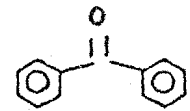
## ACETOFENONA

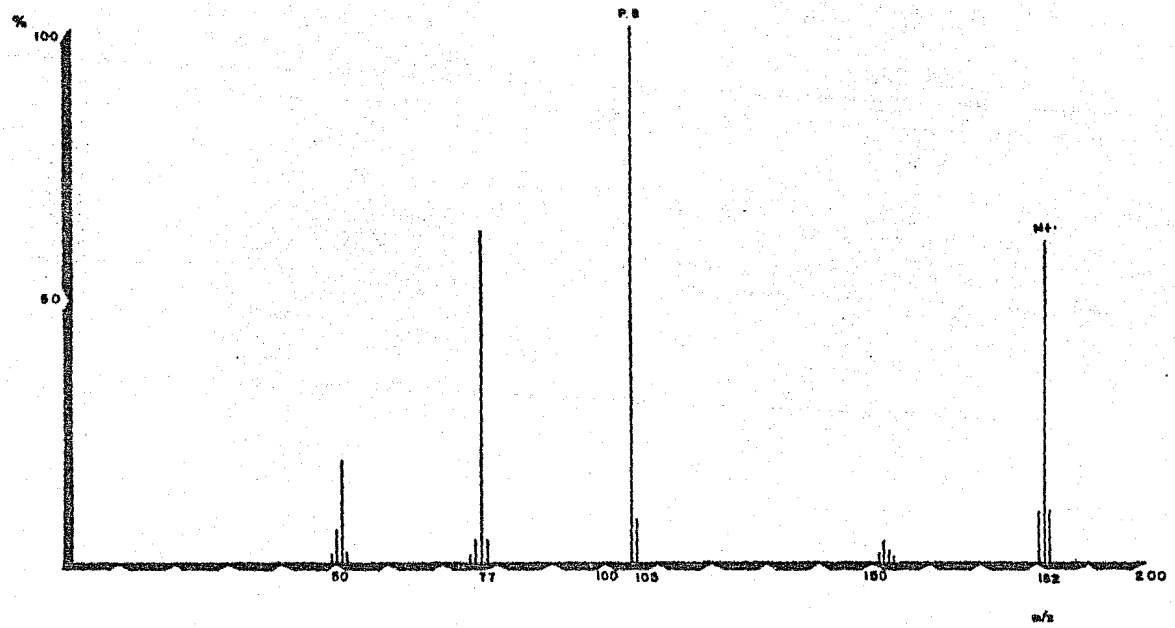




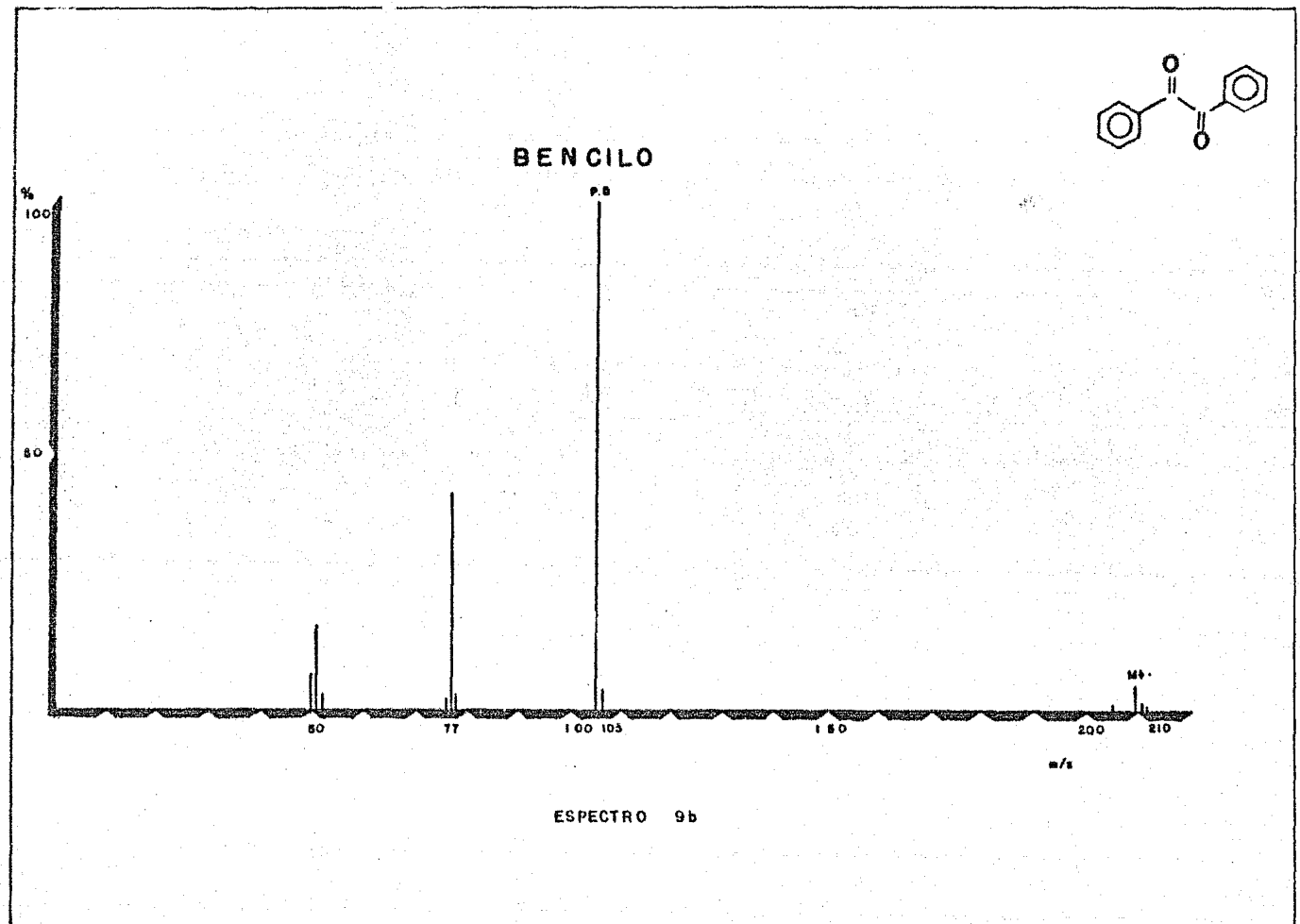

ESPECTRO 7b

BENZOFENONA



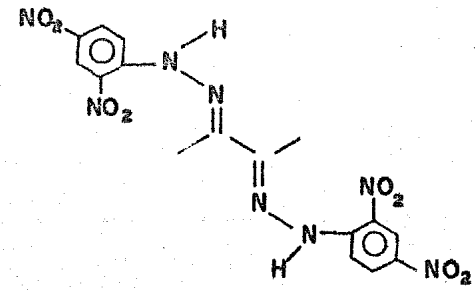



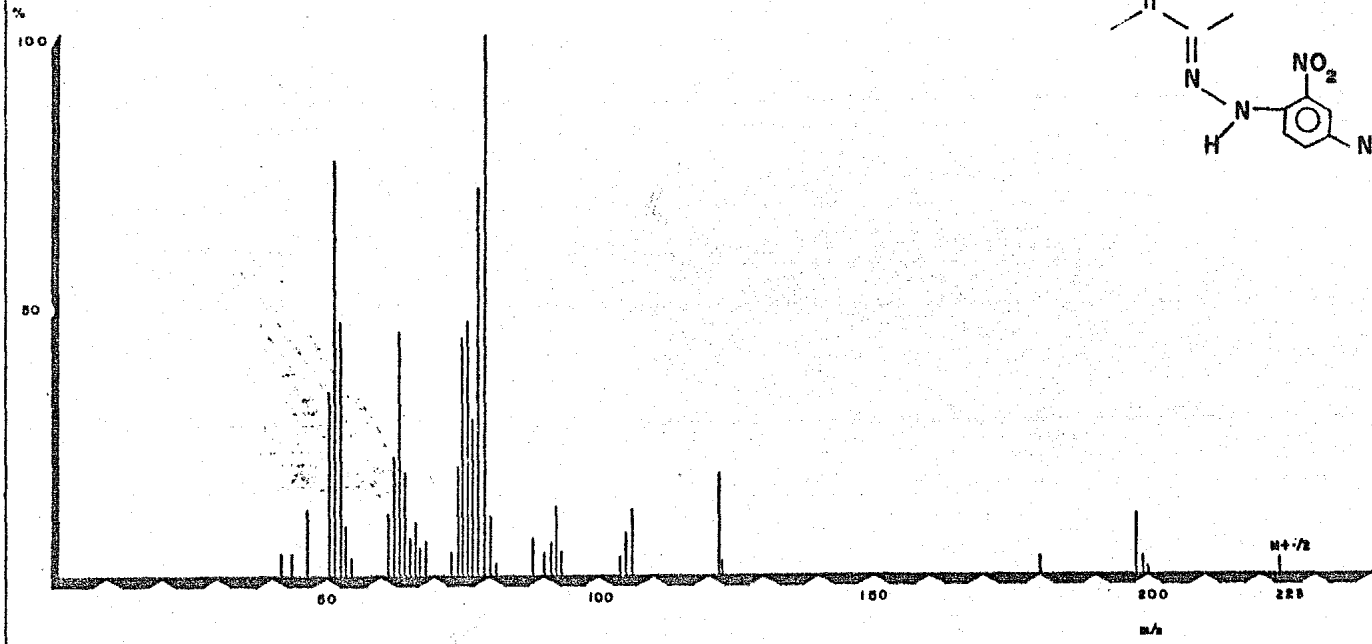

ESPECTRO 8b




ESPECTRO 9b

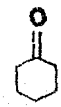
2,4 DNF HIDRAZONA DE LA 2,3 BUTANODIONA

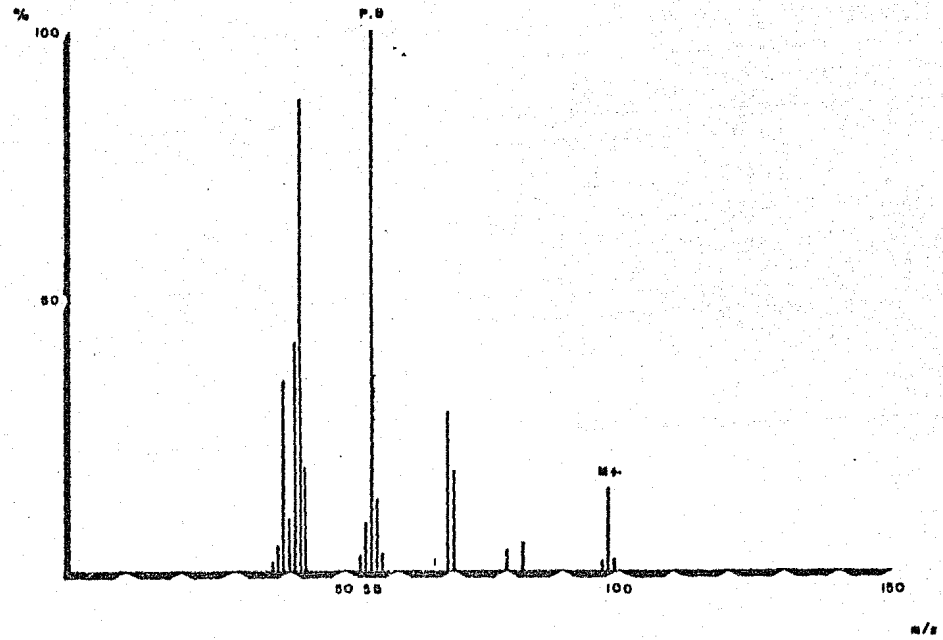



ESPECTRO 10b

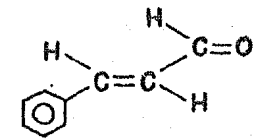
## CICLOHEXANONA

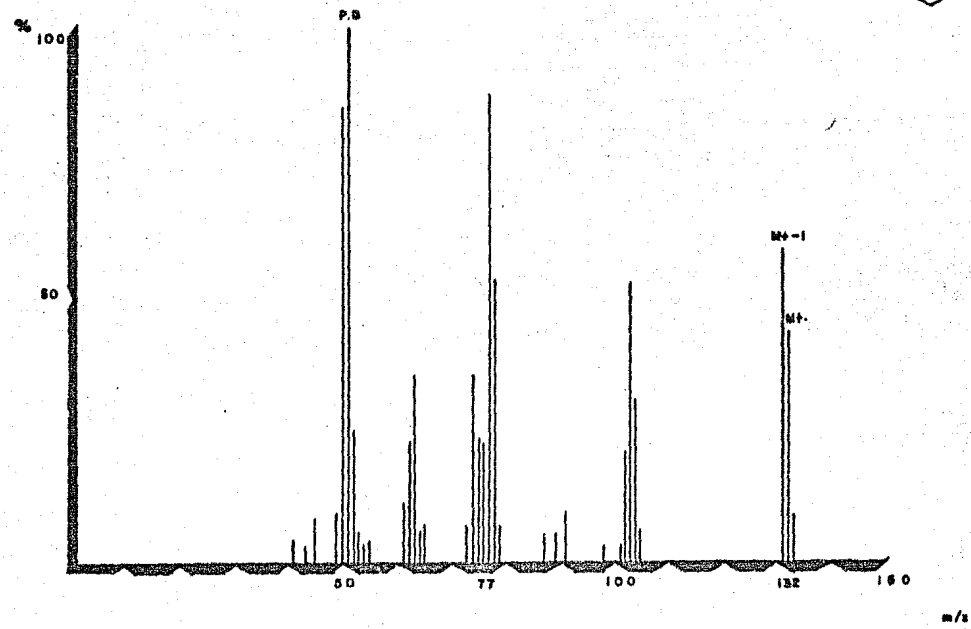





ESPECTRO 11b

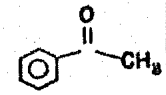
## CINAMALDEHIDO

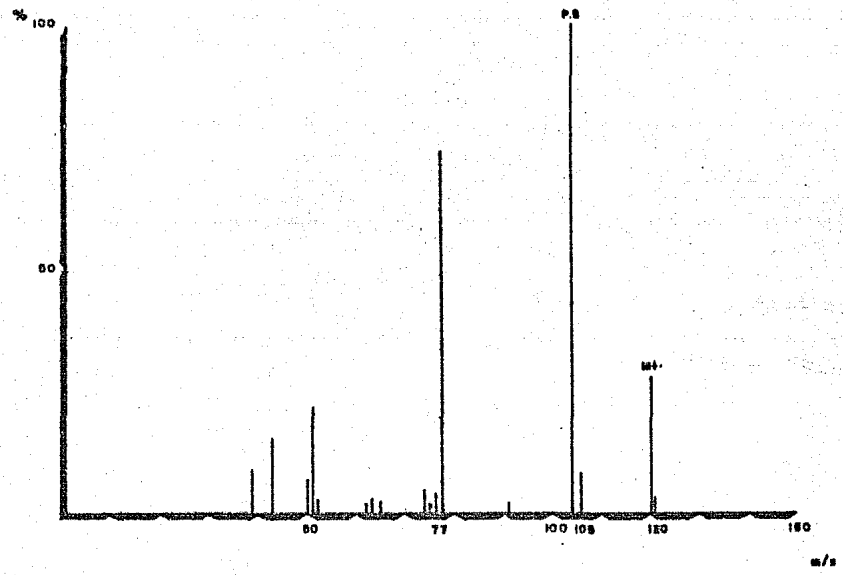



ESPECTRO 12b

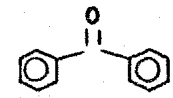
# ACETOFENONA

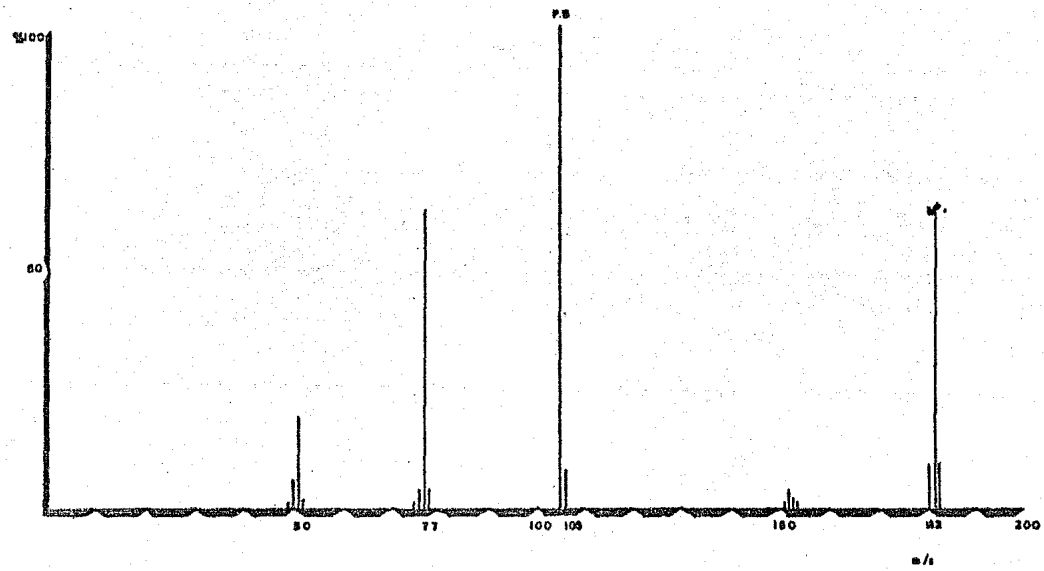



ESPECTRO 13b

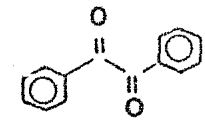
# BENZOFENONA

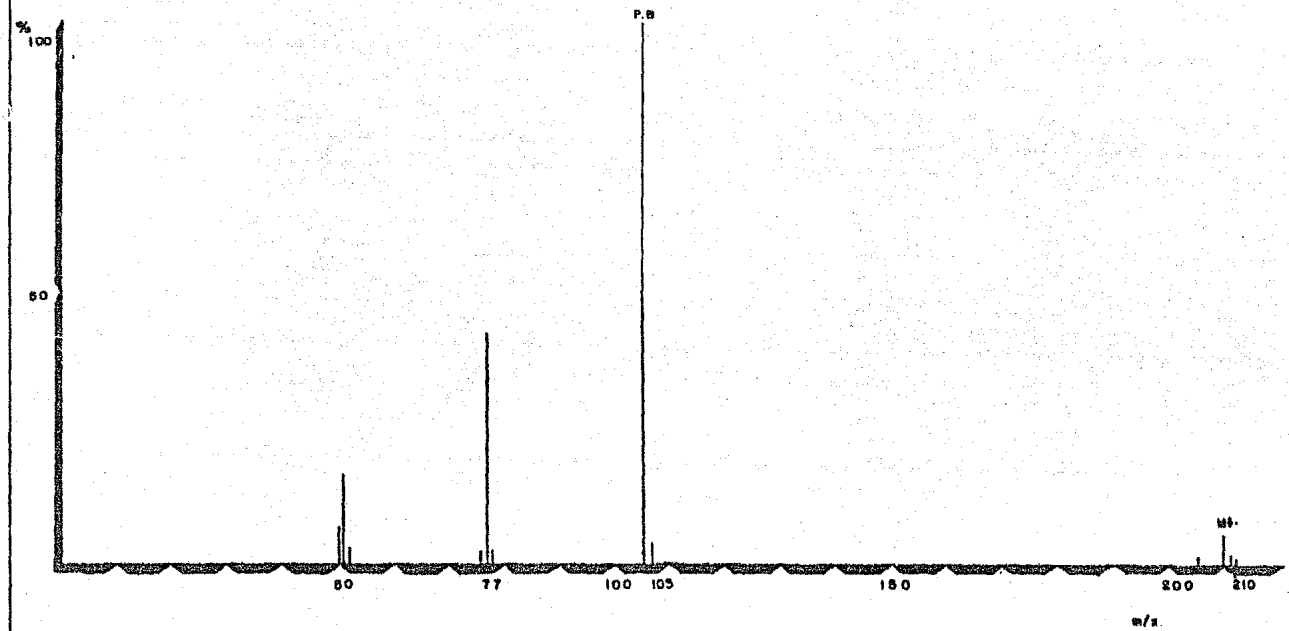



ESPECTRO 14b

# BENCILO






ESPECTRO 15b

## VII. BIBLIOGRAFIA


1) Olah G.A., Ho. T.L. Synthesis (1976), 610.

2) Araujo H.C., Ferreira G.A.L. and Mahajan J.R. J.C.S. Perkin I., (1974), 2257.

3) Freeman J.P. Chem. Rev., 73 (1973), 283.

4) Erickson R.E., Andrulis P.J., Collins Jr.Jc., Lungle M.L., and Mercer G.D. J. Org. Chem., 34 (1969), 2961.

5) German Patent 1,978,570. Chem. Abstr., 55 (1961), 25808e.

6) Corey E.J. and Richman J.E. J. Amer. Chem., 92 (1970), 5276.

7) Pines S.H., Chemeeda J.M. and Kozlowski M.A. J. Org. Chem., 31 (1966), 3446.

8) Rapoport H., Reist H.N. J. Am. Chem. Soc., 77 (1955), 480.

9) Fetizon M., Golfier M. C.R. Acad. Sci. Ser. C., 267 (1968), 900.

10) Balogh V., Fetizon M. and Golfier M. J. Org. Chem., 36 (1971), 1339.

11) Mckillop W. and Young D.W. Synthesis (1979), 401.

12) Fetizon M., Golfier M., Milcent R. and Papadakis I. Tetrahedron., 31 (1975), 165.

13) Horner L. et Dehnert J., Chem. Ber., 96 (1963), 786.

14) Fetizon M., Golfier M. et Mourgues P. Tetr. Lett., (1972), 4445.

15) Kakis F.J., Fetizon M., Douchkine N., Golfier M., Mourgues P. et Prange T. J. Org. Chem., 39 (1974), 523.

16) Maasen J.A., De Boer T.J. Recl. Trav. Chim. Pays-Bas, 90 (1971), 373.

17) Fetizon M., Golfier M. and Louis J.M. J. Chem. Soc. Chem. Commun., (1969), 1102.

18) Tronchet J.M., Tronchet J. et Birkhauser A. Helv. Chim. Acta., 53 (1970), 1489.

19) Balogh V., Fetizon M. and Golfier M. Angew. Chem., 81 (1969), 423; Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 8 (1969), 444.

20) Fetizon M., Golfier M. and Louis J.M. Tetr. Lett., - (1973), 1931.

21) Penieres C.G. " Estudio químico de la Stevia serrata Robinson " Tesis de Licenciatura, UNAM, (1979).

22) Shriner R.L., Fuson R.C. y Curtin D.Y. " Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos ". 4a. Edición. México, Limusa, (1977).

23) Hauser Ch.R. and Jordan E. J. Am. Chem. Soc., 57 (1935), 2450.

24) Barnes R.P. and Blatt A.H. J. Am. Chem. Soc., 57 (1935), 1330.

25) McLafferty F.W. "Interpretación de los Espectros de Masas". 3a. Edición. México, Reverté S.A., (1969).