

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



**“OPTIMACION DE LA SINTESIS DEL YODURO
DE METILO”**

POR
I. Q. MA. MAGDALENA GARZA SUAREZ

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL
GRADO DE MAESTRIA EN CIENCIAS CON
ESPECIALIDAD EN INGENIERIA QUIMICA**

OCTUBRE DE 1999

TM

QD181

.J1

G3

1999

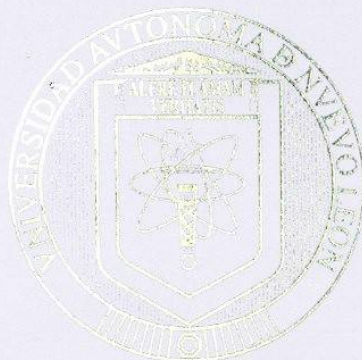
c.1



1080092521

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



**"OPTIMACION DE LA SINTESIS DEL YODURO DE
METILO"**

POR

I. Q. MA. MAGDALENA GARZA SUAREZ

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL
GRADO DE MAESTRIA EN CIENCIAS CON
ESPECIALIDAD EN INGENIERIA QUIMICA.**

OCTUBRE DE 1999

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

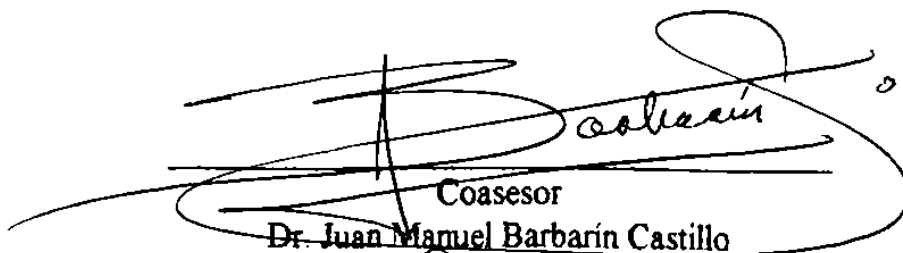
Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis "Optimación de la Síntesis del Yoduro de Metilo" realizada por la I. Q. Ma. Magdalena Garza Suárez sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestría en Ciencias con especialidad en Ingeniería Química.

El comité de Tesis



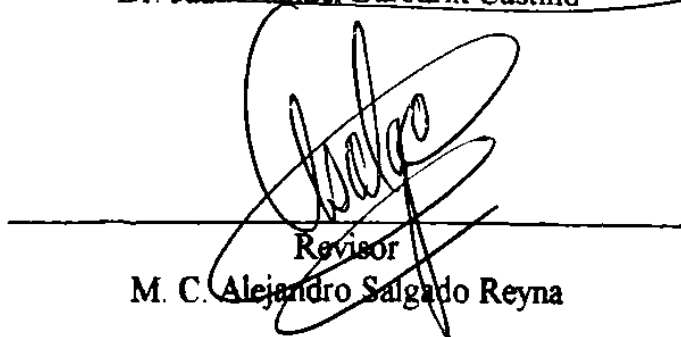
Asesor

Dr. Boris I. Kharisov



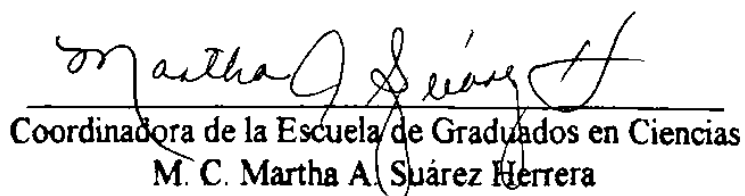
Coasesor

Dr. Juan Manuel Barbarin Castillo



Revisor

M. C. Alejandro Salgado Reyna



Coordinadora de la Escuela de Graduados en Ciencias

M. C. Martha A. Suárez Herrera

AGRADECIMIENTOS

Gracias a Dios por llamarme a formar parte de este mundo tan maravilloso y por su presencia en cada momento de mi vida, así como también por todos los logros grandes y pequeños que me ha concedido alcanzar, pero sobre todo por la familia que El escogió para mí, mis padres: Sr. Honorato Garza García y Sra. Herlinda Suárez de Garza y a mis cinco hermanos y tres hermanas con sus respectivas familias a quienes dedico este trabajo con todo mi amor.

Gracias a todas las personas que están o han estado a mi alrededor y han contribuido de una u otra forma en la elaboración de este trabajo. Pido a Dios los bendiga siempre.

Mis agradecimientos de una manera muy especial a las siguientes personas: Dr. Boris I. Kharisov, Dr. Juan Manuel Barbarín C. y M.C. Alejandro Salgado Reyna. Como revisores de esta tesis han hecho posible mi crecimiento en el ámbito profesional. Ellos han sembrado la semilla, que seguro dará fruto y ese es mi compromiso.

Mi admiración, respeto y agradecimiento a la M. C. Esthelita Blanco Alvarez por su gran aportación para la elaboración de esta tesis.

Y también mis agradecimientos a la facultad de Ciencias Químicas de la U.A.N.L. a través de Dirección, Coordinación de Ingeniería Química y CIDEMAC por todo el apoyo que recibí para la realización de este trabajo.

ÍNDICE

	página
ÍNDICE DE TABLAS	i
ABREVIATURAS	ii
RESUMEN	iii
CAPÍTULO I	
INTRODUCCIÓN	
1.1 ANTECEDENTES	1
1.2 YODURO DE METILO	2
1.3 OBJETIVOS	12
CAPÍTULO II	
METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	
2.1 TÉCNICAS ANALÍTICAS	13
2.1.1 Método Gravimétrico	13
2.1.1.1 Desarrollo y Validación del Método Gravimétrico	13
2.1.1.2 Aplicación del Método Gravimétrico	14
2.1.2 Método Cromatográfico	15
2.1.2.1 Desarrollo y Validación del Método Cromatográfico	15
2.1.2.2 Aplicación del Método Cromatográfico	17
2.2 SÍNTESIS DEL YODURO DE METILO	17
2.2.1 Método de Dangyan	17

2.2.2 Metodología Experimental	19
2.2.3 Descripción Detallada de los Experimentos	22
CAPÍTULO III	
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	
3.1 TÉCNICAS ANALÍTICAS	43
3.1.1 Método Gravimétrico	43
3.1.1.1 Desarrollo y Validación del Método Gravimétrico	43
3.1.1.2 Aplicación del Método Gravimétrico	45
3.1.2 Método Cromatográfico	48
3.1.2.1 Desarrollo y Validación del Método Cromatográfico	48
3.1.2.2 Aplicación del Método Cromatográfico	52
3.2 DISCUSIÓN DE RESULTADOS	57
3.2.1 Condiciones de Operación	57
3.2.2 Relaciones Estequiométricas	62
3.2.3 Otras Reacciones de Síntesis	72
CAPÍTULO IV	
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	
4.1 CONCLUSIONES	84
4.2 RECOMENDACIONES	86
BIBLIOGRAFÍA	88

APÉNDICE

ÍNDICE DE TABLAS

1. Propiedades Físicas del CH ₃ I. (Número del CAS: 74-88-4)	3
2. Propiedades Térmicas del Yoduro de Metilo Líquido	3
3. Propiedades Críticas del Yoduro de Metilo	4
4. Riesgos, Límites Permisibles y Dosis Letales del CH ₃ I	7
5. Métodos de Fabricación del CH ₃ I	10
6. Resultados de Separación Cromatográfica	16
7. Descripción de los Reactivos	20
8. Parámetros y/o Variables Operacionales	21
9. Experimentos de Síntesis del Yoduro de Metilo	41
10. Análisis Gravimétrico	47
11. Composición de Estándares	51
12 Factores de Respuesta	52
13. Estudio Cromatográfico y Gramos de Yoduro de Metilo	56
14. Rendimiento de Yoduro de Metilo	58
15. Experimentos con una Relación Molar Yodo/Metanol de 0.51	62
16. Experimentos con Relación Molar Yodo/Metanol de 1.71	63
17. Experimentos con Relación Molar Yodo/Metanol de 4.42	64
18. Experimentos Agrupados por su Relación Molar Yodo/Metanol	65
19. Experimentos de la Síntesis de Yoduro Ferroso	73
20. Síntesis de Yoduro de Metilo	76
21. Formación de Haluros de Alquilo por el Método de Dangyan	80

ABREVIATURAS

CAS	Chemical Abstracts Service
EPA	Environmental Protection Agency (US)
TLV	Threshold Limit Value
PEL	Permissible Exposure Limit
TWA	Time Weighed Average
OSHA	Occupational Safety and Health Administration
IARC	International Agency for Research on Cancer
STEL	Short- Term Exposure Limit
RfD	Reference Dose for Chronic Oral Exposure
RfC	Reference Concentration for Chronic Inhalation Exposure
NTP	National Toxicology Program
ACGIH	American Conference of Governmental Industrial Hygienists
LC₅₀	Reference Concentration for Chronic Inhalation Exposure
LD₅₀	Reference Concentration for Chronic Ingestion Exposure

RESUMEN

El presente trabajo expone la investigación experimental realizada para estudiar el efecto del hierro esponja como una variante del método usado por Dangyan en la síntesis del Yoduro de Metilo, así como también determinar las condiciones óptimas de operación.

Para ello se realizaron experimentos preliminares, utilizando al menos dos métodos analíticos, en este caso fueron: gravimétrico y cromatográfico. Se analizaron varios factores: relación molar de los reactivos, temperatura de reacción, temperatura de destilación, agitación, velocidad de adición del metanol, etc.

En cuanto al análisis gravimétrico, se tomaron las debidas precauciones para realizarlo tomando en cuenta la alta volatilidad del yoduro de metilo. Mientras que en el análisis cromatográfico se utilizaron diferentes columnas cromatográficas junto con el método del estándar interno para su cuantificación.

Agrupando los experimentos preliminares y analizando la bibliografía sobre esta síntesis se encontró que uno de los factores que más influencia sobre la síntesis tenía fue la relación molar de los reactivos, así como el orden de adición de los reactivos y le seguía la temperatura de reacción y destilación, además se encontró que es más conveniente utilizar el método cromatográfico para cuantificar el yoduro de metilo.