

Contenido

Análisis estadístico de las condiciones de reacción en la síntesis del ácido acetilsalicílico asistida por microondas 1043

Regeneración de aceite lubricante usado 1047

Evaluación de la oxidación de benzaldehído por algunos principios de la metodología verde 1051

Obtención de biodiesel a partir del aceite de *Ricinus communis* asistido por microondas 1055

Valoraciones ácido-base de productos comerciales a semi-escala para apoyar el aprendizaje en alumnos de los primeros semestres de licenciaturas del área Química. 1059

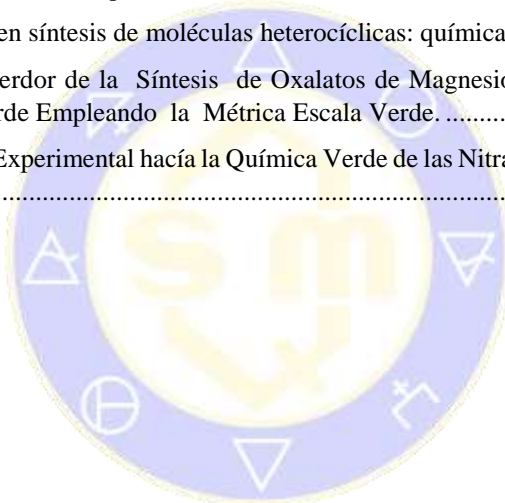
Importancia de la Información para la Recuperación de Residuos de Plata, Generados en el Laboratorio 1063

Evaluación de la cadena de producción del proceso de deslignificación partiendo de residuos lignocelulósicos como una parte del esquema de biorrefinerías..... 1066

Fuentes energéticas alternas en síntesis de moléculas heterocíclicas: química verde..... 1070

Evaluación del Grado de Verdor de la Síntesis de Oxalatos de Magnesio, Calcio y Estroncio, Bajo el Protocolo de la Química Verde Empleando la Métrica Escala Verde. 1076

Rediseño de la Metodología Experimental hacía la Química Verde de las Nitraciones en Anillos Aromáticos PAPIME PE210618..... 1080



SOCIEDAD QUÍMICA
DE MÉXICO, A.C.
“La química nos une”

Análisis estadístico de las condiciones de reacción en la síntesis del ácido acetilsalicílico asistida por microondas

Gómez Landaverde Frida Alejandra¹, Ángeles Roldán Alejandra, Castillo Sánchez Alan Antonio, Garay Morán Jesús Roberto, Pioquinto Maqueda Eder, ASESOR: Cortés Ruíz Velasco José Francisco

Resumen

Se realiza un análisis estadístico para establecer las condiciones óptimas de reacción y lograr la máxima eficiencia en la síntesis del ácido acetilsalicílico mediante un acercamiento ambientalmente verde. Es decir, en condiciones libres de disolvente y usando microondas como fuente de activación alterna con fines de docencia. El producto se caracteriza mediante técnicas convencionales de cromatografía de capa fina y punto de fusión.

Introducción

El ácido acetilsalicílico ha sido utilizado por varios autores como modelo educativo. Por ejemplo, Miranda (2011) describe el planteamiento de la síntesis del ácido acetilsalicílico asistido por microondas convencionales. Sin embargo, las condiciones de reacción potencia-tiempo varían en cada propuesta y, por consiguiente, la eficiencia de la reacción. Las condiciones de esta última son reportadas a máxima potencia de acuerdo a cada horno comercial, donde puede variar entre 800 y 1400 w, y tiempos entre 60s y 90s. Partiendo de lo anterior, se plantea determinar las condiciones energéticas óptimas (potencia y tiempo de reacción) con el fin de obtener la mayor eficiencia en la síntesis del ácido acetilsalicílico en un horno de microondas casero con propósitos de aplicación en los laboratorios curriculares del nivel bachillerato. En este nivel, e incluso, en los primeros semestres de la licenciatura, es necesario introducir al alumno en las técnicas básicas de laboratorio para facilitarle el desarrollo de su trabajo experimental. Por lo cual, se seleccionan modelos que puedan abordarse mediante la integración de la teoría y la práctica. Al mismo tiempo, se despierta el interés en el alumno acerca de la importancia de los cálculos estequiométricos y cómo las condiciones de reacción afectan el resultado en una reacción química.

Metodología

1. Colocar 0.1 g de ácido salicílico, 0.2 g (exceso) de anhídrido acético en un matraz Erlenmeyer de 25 mL.
2. Determinar las zonas de incidencia de la radiación con papel filtro y una disolución de CuSO₄. Irradiar la mezcla de reacción variando las condiciones de potencia y tiempo.
3. Agregar 2 mL de alcohol etílico (etanol) caliente.
4. Adicionar un poco de hielo para inducir la precipitación del ácido acetilsalicílico y cristalizar con vacío. Repetir, por lo menos, 5 veces.
5. Determinar el punto de fusión y realizar análisis por CCF (cromatografía de capa fina).
6. Realizar el análisis estadístico de la eficiencia de la reacción.

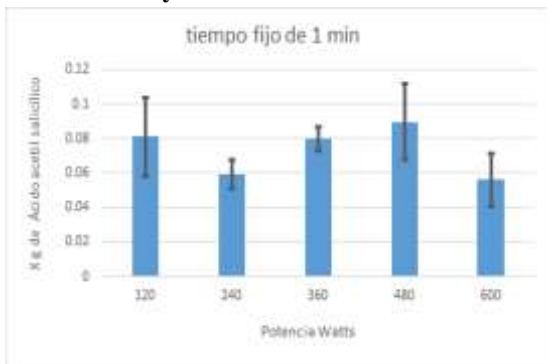
Condiciones de reacción

1. Irradiar durante 1 minuto la mezcla en el microondas variando la potencia del microondas 120 w, 240 w, 360 w, 480 w, 600 w.
2. Determinar, mediante análisis estadístico, desviación estándar y prueba "t" las condiciones de energía (potencia) óptimas en la eficiencia de la reacción.
3. Utilizando la potencia óptima de reacción, irradiar la mezcla variando los tiempos a 1, 2, 3, 4 y 5 minutos.
4. Determinar, mediante análisis estadístico, desviación estándar y prueba "t" el tiempo óptimo en la

¹ Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México. Circuito Exterior S/N, Coyoacán, Cd. Universitaria, 04510 Ciudad de México, CDMX. Correo: friphadelpia_14@hotmail.com

eficiencia de la reacción.

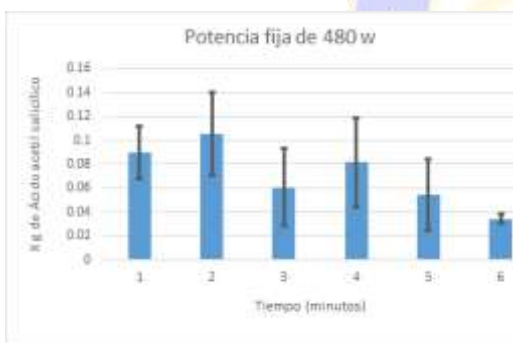
Resultados y discusión



Gráfica 1. Rendimiento del ácido acetilsalicílico a un tiempo fijo de 1 minuto y variando la potencia; se incluye la desviación estándar.

Tabla 1. Prueba t para la validación de las condiciones de reacción, tiempo 1 minuto variando la potencia con grado de libertad 8, 99.9% de confianza.

Comparación de potencias	Diferencia SE	t	Conclusión
120 y 240	0.011001373	1.983389	se acepta
120 y 360	0.010760911	0.131959	se acepta
120 y 480	0.014280686	0.59661	se acepta
120 y 600	0.01248552	2.010329	se acepta
240 y 360	0.004969326	4.105185	se acepta
240 y 480	0.010622382	2.856233	se acepta
240 y 600	0.008048925	0.407508	se acepta
360 y 480	0.010373138	0.958244	se acepta
360 y 600	0.007717007	3.068547	se acepta
480 y 600	0.012152901	2.766418	se acepta



Gráfica 2. Rendimiento del ácido acetilsalicílico a una potencia fija de 480 w y variando el tiempo; se incluye la desviación estándar.

Tabla 2. Prueba t para la validación de las condiciones de reacción con grado de libertad 8, 99.9% de confianza.

Comparación de tiempos	Diferencia SE	t	Conclusión
1 y 2	0.018399125	0.87178059	se acepta
1 y 3	0.017663748	1.63159029	se acepta
1 y 4	0.019503969	0.41324922	se acepta
1 y 5	0.016521199	2.1318066	se acepta
1 y 6	0.10025966	5.52764675	se rechaza
2 y 3	0.021325876	2.10354779	se acepta
2 y 4	0.022873343	1.05362825	se acepta
2 y 5	0.020389581	2.51402914	se acepta
2 y 6	0.015598237	4.58128695	se acepta
3 y 4	0.022286094	0.93152258	se acepta
3 y 5	0.019728538	0.32440316	se acepta
3 y 6	0.014723627	1.80662003	se acepta
4 y 5	0.021391868	1.26964137	se acepta
4 y 6	0.016887333	2.80446897	se acepta
5 y 6	0.013331432	1.51521555	se acepta

Tomando como base la cantidad promedio máxima de ácido acetilsalicílico: 0.10562 g; la cual se obtuvo a una potencia de 480 w y 2 minutos de calentamiento.

$$\begin{aligned}
 \text{Rendimiento de la reacción en porcentaje} &= \frac{\text{masa de ácido acetilsalicílico obtenido}}{\text{masa de ácido acetilsalicílico teórico}} \times 100 \\
 &= \frac{0.10562g}{0.1304g} \times 100 = 81\%
 \end{aligned}$$

A potencias mayores de 600 w, se observa evaporación de la mezcla de reacción y su consecuente

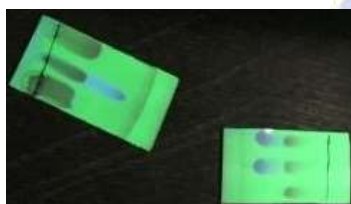
disminución en la eficiencia de la misma. De igual forma, a tiempos mayores de 5 minutos y a una potencia de 480 w, se observa un decaimiento en la cantidad de producto obtenido. (Gráfica 2)

En un primer análisis de la gráfica 1, se aprecia la diferencia en las desviaciones estándar de las diferentes pruebas, lo que llevaría a concluir, en primera instancia, que hay diferencias en los rendimientos de la reacción. Para el caso de la gráfica 2, la diferencia en las desviaciones estándar no es tan evidente, lo que indica que no hay diferencias significativas en los rendimientos de la reacción, con excepción de la prueba a 6 minutos.

Grosso modo, la realización de la prueba t y lo obtenido en las tablas 1 y 2, se concluye que no hay diferencia significativa para la síntesis del ácido acetilsalicílico en el intervalo entre 120 w a 600 w y entre 1 y 5 minutos de calentamiento, ya que la hipótesis nula se acepta.

Utilizando un microondas casero, se logra obtener una eficiencia de reacción del 81% con un intervalo de confianza del 99.9% en comparación con el método convencional por reflujo, reportado en la bibliografía por Bose (1997) de 85%. Es decir, se logró casi el mismo rendimiento con menos energía y en mucho menor tiempo.

La cromatografía a capa fina y los puntos de fusión promedio (132 °C) muestran la obtención del ácido acetilsalicílico con un nivel aceptable de pureza. En muy pocos casos fue necesaria hacer una recrystalización.



Fotografía 1. CCF de la muestra en comparación



Fotografía 2. Cristales de ácido acetilsalicílico obtenidos con una muestra patrón.

Conclusiones

Las condiciones de reacción dependen del equipo a utilizar, ya que en un horno casero la incidencia de la radiación cambia. Sin embargo, determinando estas zonas, los resultados en diferentes hornos caseros son consistentes. A potencias mayores de 600 w, hay pérdida de la mezcla de reacción y, por consiguiente, disminución en la eficiencia. Las condiciones óptimas de reacción para este diseño experimental están entre 120 w y 600 w, y entre 1 y 5 minutos, por lo que se recomienda realizar la prueba a 120 w y 60 s.

Se pueden hacer modificaciones al experimento; por ejemplo, fijar el tiempo a 2, 3, 4 o 5 min y variar la potencia; o bien, fijar la potencia a 120, 240, 360 w y variar el tiempo. Con el análisis estadístico de las condiciones de reacción, se puede orientar la discusión no solo a analizar la estequiometría de la reacción, sino a abordar temas de cinética de reacción y equilibrio químico en el diseño de la actividad experimental.

Bibliografía

Bose A.K, B. K. Banik, N. Lavlinskaia, M. Jayaraman, M. S. Manhas. (1997). *CHEMTECH*. Pp.18-24.

Fentanes Galindo Enrique. (2013). *El quehacer de la Ciencia Experimental. Una guía práctica para investigar y reportar resultados en las ciencias naturales*. México: Siglo XXI.

Miranda Ruvalcaba René. et.al. (2011). *Química Verde Experimental*. México: Universidad Nacional Autónoma de México.

Morales, Marina. et.al. (2011). *¿Qué tan verde es un experimento?* Educación Química. Consultado el 06 de noviembre de 2017 en:

<http://www.quimicageneralpapimeunam.org.mx/ Acceso alumnos archivos/Que tan verde es un experi>

[mento.pdf](#), México. Pp. 240-248

Sosnik, A., Gotelli, G. (2015). *Aplicaciones de la tecnología de radiación de microondas en la síntesis de biomateriales*. Consultado el 09 de diciembre de 2017 en: <http://hdl.handle.net/10316.2/36871> de Imprensa da Universidade de Coimbra.



SOCIEDAD QUÍMICA
DE MÉXICO, A.C.
“La química nos une”

Regeneración de aceite lubricante usado

José Carlos Velasco Calderón ^{1*}, M. n C. Arturo Antonio García Figueroa ¹, Dr. Jesús Gracia Fadrique ¹

¹ Laboratorio 310 F Superficies Departamento de Físicoquímica, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), Ciudad Universitaria 04510 Ciudad de México, CDMX, México.

*A quién dirigirse en la correspondencia, email: jvelasco.iq@gmail.com

En este proyecto se presenta una metodología para la regeneración del aceite lubricante usado empleando la termodinámica de los diagramas de fase aceite usado-mezcla de disolventes determinando las regiones características. Estas regiones están determinadas por dos diferentes metodologías, la primera involucra un par inmiscible para la búsqueda de regiones de tres fases que indican la remoción de contaminantes en el disolvente en el que es inmiscible el aceite; y la segunda determinada por una mezcla de solventes miscibles con el aceite buscando regiones de precipitación total. Para determinar la eficiencia de cada metodología se realizaron pruebas de viscosidad, densidad, punto flash así como número de ácido.

Introducción

La gran cantidad de aceite lubricante que es producido por año incrementa con el tiempo. Después de su vida útil es considerado como un desecho peligroso por el alto contenido de contaminantes debido a la degradación térmica que sufre y la presencia de productos de combustión. La disposición irresponsable de este residuo acaba con la flora y fauna marina y contamina grandes extensiones de agua. Sin embargo, el aceite lubricante usado contiene en gran proporción una base de hidrocarburos útiles para generar un nuevo lubricante separando los contaminantes que lo degradan. Esta propuesta no solo es favorable con el cuidado del medio ambiente, si no que puede ser factible económicamente. Se tienen como precedentes varios procesos que se han utilizado para este fin, sin embargo, debido al gasto energético terminan por ser económicamente inviables.

Deshidratación de aceite lubricante usado

Como primera etapa el aceite se somete a deshidratación para retirar agua y trazas de gasolina que éste pueda contener. Se considera importante la remoción del agua debido que puede afectar al proceso de extracción disminuyendo su efectividad.

Se hace un estudio comparando una destilación simple a presión atmosférica a una temperatura no mayor a 210°C respecto a destilar a presión de vacío a la misma temperatura utilizando una bomba de vacío que alcanza los 25 mmHg *Fig 1*. El destilado obtenido fue sometido a pruebas de densidad, tensión superficial e índice de refracción. Dichas pruebas indican que la mayor parte del destilado es agua por lo que la deshidratación se considera exitosa. Los rendimientos de ambas destilaciones son muy diferentes, la destilación simple tiene un rendimiento de aproximadamente el 3 % masa mientras que la destilación al vacío presenta un rendimiento alrededor del 15 % masa.

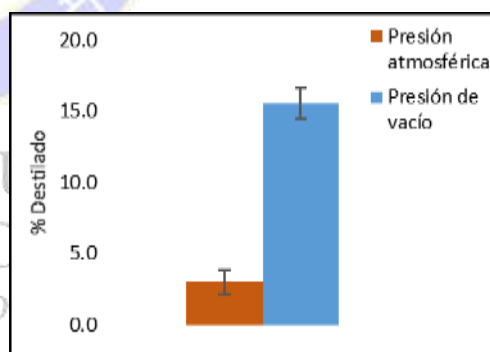


Figura 1 Rendimiento de destilación en porcentaje masa

Cálculo de parámetro de solubilidad y pruebas de solubilidad entre disolventes y aceite lubricante

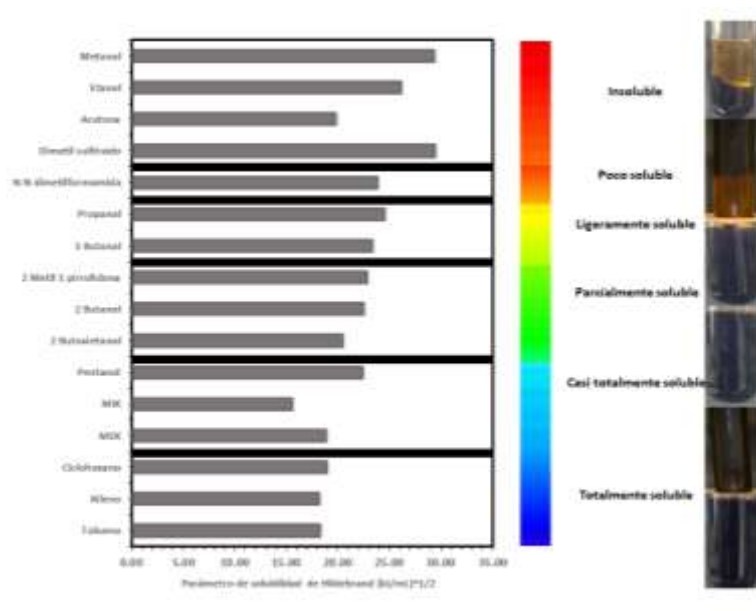


Figura 2 espectro de solubilidad entre disolventes y aceite lubricante

Para elegir cuales serían la mezcla de disolventes que se usaría para la extracción de contaminantes se utilizó el parámetro de solubilidad de Hildebrand. Este parámetro calcula un valor que indica el grado de interacción entre las moléculas de un mismo solvente, de otro modo se puede catalogar como un valor que indica la energía cohesiva de un material. El parámetro de solubilidad de Hildebrand se calcula con el siguiente modelo:

$$\delta = \sqrt{\frac{\Delta H_v - RT}{V_m}}$$

Donde ΔH_v es la entalpía de vaporización del disolvente,

V_m el volumen molar del disolvente, R la constante de gas ideal, T la temperatura a la cual se encuentra el sistema.

Para el cálculo de V_m se utilizó un modelo para calcular la densidad en función de la temperatura de la siguiente manera:

$$\rho = AB^{-\left(1-\frac{T}{T_c}\right)^n}$$

Donde AB y n son constantes características de cada sustancia, T_c temperatura crítica del disolvente y T la temperatura a la cual se encuentra y de este modo obtener el valor del parámetro de solubilidad a diferentes temperaturas.

Otra prueba que se realizó es de solubilidad entre el aceite nuevo y usado con los 16 diferentes solventes estudiados. En estos sistemas se estudió el comportamiento a 3, 5 días e inmediatamente, para observar en que sistemas existía segregación y cuáles se mantenían estables Fig 2. Con estas pruebas se determinan los disolventes que se utilizan para la extracción.

Elaboración de diagramas ternarios de fases

Se utiliza el conocimiento que se tiene sobre termodinámica de mezclas líquidas para poder regenerar el aceite, logrando que éste adquiera nuevamente sus propiedades mediante la técnica de extracción líquido-líquido con una mezcla de solventes y agentes de actividad

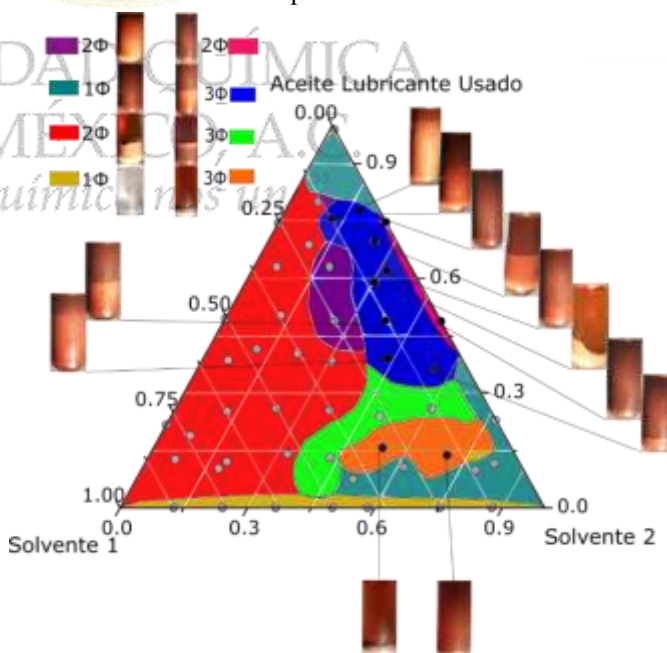


Figura 1 Diagrama ternario con zonas que presentan distintos tipos de segregación. Donde ϕ indica fase y $_$ indica que en esa zona existen sólidos sedimentados.

superficial retirando los contaminantes que lo degradan como partículas metálicas producidas por el desgaste de motor, así como combustible que se encuentre en la mezcla de aceite lubricante. La propuesta experimental es generar los sistemas ternarios correspondientes e identificar zonas características que indiquen la concentración adecuada de cada componente del sistema ternario para la remoción de contaminantes *Fig 3*.

Pruebas de viscosidad, densidad, punto flash y número de ácido

Se someterá el aceite usado, nuevo y regenerado a técnicas para medir ciertas propiedades que nos permitan evaluar su calidad. Las cuatro propiedades que se miden en el proyecto son:

- Viscosidad a diferentes temperaturas
- Densidad a diferentes temperaturas
- Punto flash
- Número de ácido



Para la determinación de viscosidad se utilizó la norma D445 ASTM para determinación de viscosidad cinemática de productos líquidos

de petróleo midiendo el tiempo de flujo de un volumen determinado de un líquido a una cierta temperatura mediante un viscosímetro de vidrio calibrado usando “flujo gravitacional”, específicamente se utilizó un viscosímetro tipo Canon-Fenske No. 300 debido al intervalo de viscosidad que presenta tanto el aceite usado como el nuevo. La temperatura para la determinación de viscosidad fue controlada mediante un baño de temperatura *Fig 4*. La determinación se hizo a 30, 50 y 70 °C, en todas las temperaturas el aceite usado presenta una mayor viscosidad que el aceite nuevo. Se pretende que los valores de viscosidad del aceite regenerado se encuentren dentro de este intervalo, observando una tendencia asemejándose a el perfil de viscosidad del aceite nuevo.

El equipo que se ha utilizado para la determinación de densidad es un densímetro de tubo oscilante, el cual tiene una alta precisión dando hasta 5 cifras significativas en los valores de densidad. La prueba se hace a tres diferentes temperaturas de acuerdo con las limitaciones del equipo las cuáles son 20, 30 y 40°C. Los resultados muestran que el aceite contaminado presenta una mayor densidad que el aceite nuevo, debido por agua y partículas sólidas como óxidos que puede contener. Esta prueba sirve para saber el grado de regeneración que tenga el aceite sometido al proceso de extracción.

El punto flash es una prueba que mide la tendencia de una muestra para generar una flama bajo condiciones controladas, indica la posible presencia de materiales altamente volátiles y flamables en un material relativamente no flamables. Para este proyecto el punto flash sirve para saber si existe presencia de gasolina o algunas otras sustancias contaminantes que disminuya el punto flash del aceite lubricante. Esta prueba se basa en la norma D 92 ASTM para el método estándar para punto flash por medio del equipo Cleveland Open Cup. Los resultados muestran una gran diferencia entre el punto flash del aceite usado de 140.1 °C y el aceite nuevo de 207.1 °C. El cálculo del número de ácido es una prueba común en la industria de la lubricación. Los productos del petróleo usados o nuevos pueden contener constituyentes como aditivos o productos de degradación que se generan por el mismo uso como productos de la oxidación. La relativa cantidad de estos agentes puede ser determinada por esta prueba. El protocolo se diseñó con base a la norma D 974 ASTM como método estándar para la titulación para número de ácido y base por medio de color. Los valores de número de ácido para el aceite nuevo y el aceite usado generaron un intervalo amplio entre ellos debido que los valores son 15.3 y $1.77 \frac{\text{mg NaOH}}{\text{g}}$ respectivamente. Esta prueba será de suma importancia para determinar el grado de remoción de óxidos durante el proceso de regeneración. *Fig 5*

muestra que las propiedades de viscosidad y densidad del aceite regenerado tienen un grado de regeneración con respecto a las propiedades del aceite utilizado.

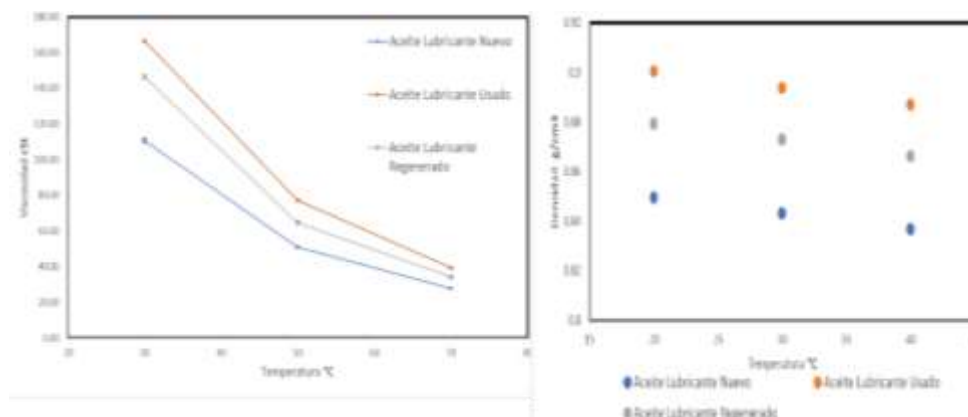


Figura 5 Valores de viscosidad y densidad que muestran una regeneración del aceite después del proceso.

Bibliografía

Charles M. Hansen, 25 Mayo 2004, 50 Years with solubility parameters past and future, ELSIEVER, 77-84.

Rashid Abro, Xiaochun Chen, Khanji Harijan, Zulifqar A. Dhakan, Muhammad Ammar, 19 Junio 2013, A Comparative Study of Recycling of Used Engine Oil Using Extraction by Composite Solvent, Single Solvent, and Acid Treatment Methods, Hindawi.

S.O.Ogbeide, 24 Febrero 2010, An Investigation to the Recycling of Spent Engine Oil, Journal of Engineering Science and Technology Review, 32-35.

Ancaelena Eliza STERPU, Anca Juliana DUMITRU, Mihai Florinel POPA, 2012, Regeneration of used engine lubricating oil by solvent extraction, Versita, 149-154.

Jesusa Rincón, Pablo Cañizares, María Teresa García, 2005, Regeneration of Used Lubricant Oil by Polar Solvent Extraction, 4373-4379.

Saeed M. Al-Zahrani, meilana Dharma Putra, 5 Septiembre 2012, Used lubricating oil regeneration by various solvent extraction techniques.

Carl L. Yaws, CHEMICAL PROPERTIES Handbook, McGraw-Hill HANDBOOKS.

Reza Zolfaghari, Ahmadun Fakhru L Razi, Luqman C. Abdullah, Said S.E.H. Elnashie, Alireza Pendashteh, 13 Junio 2016, Demulsification techniques of water in oil and oil in water emulsions in petroleum industry, ELSEVIER.

P.M.James, C. Jenson, G. Mageshwaran, G Britto Joseph, Experimental process of re refining used lubricating oil (straight or branched paraffinic synthetic oil) by vacuum distillation and extraction through additives, Journal of Chemical and Pharmaceutical Sciences.

Doaa L. Osman, Sayed K. Attia, Afaf R. Taman, 30 Mayo 2017, Recycling of used engine oil by different solvent, ELSEVIER.

John M. Prausnitz, Rüdiger N. Lichtenthaler, Edmundo Gomes de Azevedo, Termodinámica Molecular de los equilibrios de fases, Prentice Hall. 3rd edition.

ASTM D92-02b Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester.

ASTM D445-65 Standard Test Method for Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (Kinematic and Dynamic Viscosities)

ASTM D974-04 Standard Test Method for Acid and Base Number by Color Indicator Titration.

Evaluación de la oxidación de benzaldehído por algunos principios de la metodología verde

José Manuel Grano Fernández¹, Gabriela de Jesús Soltero Reynoso¹.

¹Universidad de Guadalajara. CUCEI. Blvd. Marcelino García Barragán No. 1421; Guadalajara Jalisco, México, C.P. 44430. manutrebolgreen@hotmail.com

En este proyecto se lleva a cabo la evaluación de la reacción de oxidación del benzaldehído por algunos principios de la metodología verde empleando el reactivo oxidante de nombre comercial Oxone como alternativa al uso de los metales de transición tales como sales de dicromato. Se muestra la metodología empleada para generar dicha reacción y su posterior adaptación al reactor de síntesis de escala de laboratorio denominado monowave 50. El desarrollo del método se realiza con la finalidad de sustituir a las sales de cromo cuyo impacto ambiental es negativo y es sustituido por el reactivo Oxone el cual es accesible y considerado verde, de igual manera se introduce el uso del reactor monowave 50 con el objetivo de reducir los tiempos de reacción así mismo generar un ahorro de energía y evaluar que tan verde resulta el experimento.

Introducción

^[1]El uso de especies peligrosas de cromo (VI) en procesos químicos plantea graves riesgos ambientales que tienen un impacto considerable en el ciclo de vida, y el procesamiento de mezclas de desechos de metales pesados y solventes contaminados, que es costoso y debe hacerse correctamente. Las preocupaciones económicas y ambientales han provocado una intensa investigación para desarrollar métodos más ecológicos y más eficientes en cuanto a átomos que empleen oxidantes limpios para realizar esta transformación. ^[2]El uso de Oxone como reactivo oxidante ha crecido rápidamente la última década, debido a su fácil manejo, estabilidad, de naturaleza no tóxica y bajo costo. La utilidad del Oxone ha sido demostrada en una gran variedad de transformaciones oxidativas de muchos compuestos que contienen heteroátomos. ^[3]El presente método es atractivo, ya que a diferencia de la mayoría de las metodologías que utilizan Cr, Mn, Ru u otros óxidos de metales de transición, el reactivo benigno para el medio ambiente Oxone media estas oxidaciones altamente eficientes. ^[4] Se trabaja en un dispositivo técnicamente simplificado que utiliza un recipiente de microondas Pyrex sellado estándar de 10 mL como entorno de reacción y permite un calentamiento y enfriamiento rápidos de las mezclas de reacción a 250°C y 20 bar de presión a velocidades similares a las logradas con microondas. En este trabajo se realizó la oxidación del benzaldehído por medio de Oxone para obtener ácido benzoico como producto principal y se evaluó mediante la escala Likert, también se compara con la metodología reportada donde se usa reflujo.

Metodología

Para la evaluación del método se lleva a cabo ^[5]mediante la escala numérica tipo Likert (1–10). La herramienta de evaluación incluye entonces el código de colores y la escala tipo Likert que va de totalmente café (1) a totalmente verde (10), y que de manera ponderal indica cuál es el grado de acercamiento al protocolo de la Química Verde.

Se desarrolló la siguiente metodología para la adaptación al reactor de síntesis monowave 50:

^[6]Se añadieron benzaldehído (1,0 g, 9,4 mmol), Oxone (FW = 614,8 g mol⁻¹, 7,25 g, 11,8 mmol), y agua (25 ml) a un matraz de fondo redondo de 50 mL equipado con un condensador de reflujo y una barra de agitación. A continuación, el matraz se bajó cuidadosamente a un baño de agua que se mantiene entre 70 - 80°C y se dejó en agitación a esa temperatura durante 75 minutos, tiempo durante el cual el Oxone se disolvió completamente y la mezcla de reacción se volvió marrón claro. Después del período de reflujo, sin desmontar el condensador, el matraz se enfrió en un baño de hielo durante 15-20 minutos. El ácido benzoico precipitado contaminado con sales de potasio se filtró con ayuda de una bomba de vacío y se lavó bien con agua helada (20-30 mL). El producto bruto así obtenido se secó al aire y se pesó. El rendimiento promedio del producto crudo varió de 70-93%. La recristalización del producto crudo del agua caliente dio ácido

benzoico puro, que se funde fuertemente a la temperatura esperada de 121-122 °C. Los espectros de ¹H RMN del producto bruto indicaron que la pureza del producto aislado era superior al 90%, siendo el aldehído de partida el único contaminante.

Adaptación de la metodología al reactor de síntesis Monowave 50:

Se añadieron benzaldehído (0.5 g, 4.7 mmol), Oxone (FW = 614,8 g mol⁻¹, 2.5625 g, 4.168 mmol), y agua (6 mL) a un tubo de ensayo de 6 mL del equipo monowave 50 y una barra de agitación. Se seleccionaron parámetros de reacción (rampa de temperatura 3 min a 110°C, tiempos de reacción 12 min a 110°C, enfriamiento 50°C, y agitación a 800 rpm) y se introdujo el tubo al reactor de síntesis. Al terminar la reacción dentro del reactor el tubo se enfrió en un baño de hielo durante 15-20 minutos. El ácido benzoico precipitado contaminado con sales de potasio se filtró con ayuda de una bomba de vacío y se lavó bien con agua helada (10-15 mL). El producto bruto así obtenido se secó al aire y se pesó.

Resultados

Evaluación del acercamiento verde del proceso

Ésta se determina mediante la sumatoria de todas las evaluaciones realizadas (63) la cual se divide entre el total de eventos realizados (8); es conveniente hacer notar que las cantidades empleadas en este proceso son muy pequeñas, ubicándolo por ello dentro de la semi-microescala; por todo lo anterior la evaluación respectiva para este proceso corresponde a un muy buen acercamiento verde (8).

Reacción General

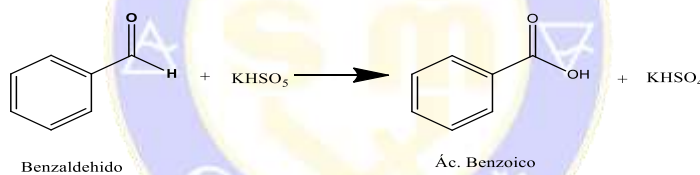


Figura 1. Oxidación de Benzaldehído mediante el reactivo oxidante Oxone®

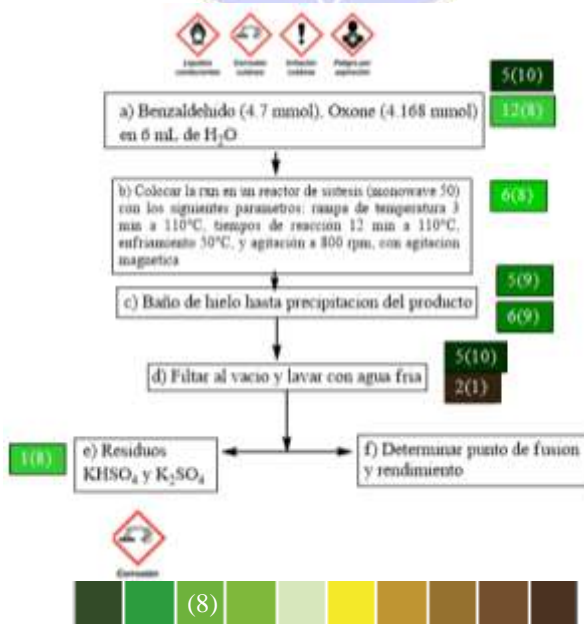


Figura 2. Diagrama de flujo del experimento Oxidación de aldehídos aromáticos usando Oxone y el reactor de síntesis monowave 50

Siguiendo los pasos, conforme al diagrama de flujo (figura 2), se presenta a continuación la evaluación del proceso (tabla 1).

Tabla 1 Evaluación del experimento Oxidación de aldehídos aromáticos usando Oxone y el reactor de síntesis Monowave 50	
Paso a	Se emplea agua como disolvente considerado verde por excelencia (Anastas y Warner, 1998). En consecuencia, este paso es conveniente calificarlo como totalmente verde (10) en relación al principio 5. Se emplea un oxidante alternativo (Oxone) por lo que este punto se considera oportuno evaluar al principio 12 dado que el oxidante tiene un fácil manejo, estabilidad, de naturaleza no tóxica y bajo costo es adecuado calificar al principio 12 como muy buen acercamiento verde (1).
Paso b	Aplica un buen diseño de la eficiencia energética, ya que se realiza el proceso con un método alternativo de activación de la reacción. Debido a que se emplean condiciones térmicas por tiempos cortos, este paso, con respecto al principio 6, se aprecia como muy buen acercamiento verde. (8).
Paso c	El enfriamiento se realiza a temperatura ambiente o mediante baño de hielo, por lo que este paso es adecuado evaluarlo con gran acercamiento verde (9) en cuanto a los principios 6 y 5.
Paso d	Para la filtración y lavado del compuesto de interés se emplea agua, disolvente considerado verde por excelencia (Anastas y Warner, 1998); sin embargo, se deben considerar los residuos generados. En consecuencia, este paso es conveniente calificarlo como totalmente verde (10) en relación al principio 5. La economía atómica (Lancaster, 2002) es de 29.06%, lo que implica que se considere, para el principio 2, totalmente café (1).
Paso e	Como residuos tenemos la formación de sales de potasio (K_2SO_4 y $KHSO_4$) inocuas formadas como subproductos también mejora el aspecto ecológico del procedimiento. En consecuencia, este paso es conveniente calificarlo como un muy buen acercamiento verde (8) en relación al principio 1.
Paso f	Sólo se determina el punto de fusión y rendimiento, actividad para la que puede considerarse que no es aplicable ningún principio.

Conclusiones

Este trabajo fue el resultado de un trabajo de adaptación del experimento ya que se modificaron tiempos y cantidades para llevar a cabo la reacción en el reactor monowave 50 dicho desarrollo y metodología se describe en el trabajo de "Ensayos en la implementación de metodología verde en el proceso de oxidación del benzaldehído". Mediante la reacción de oxidación estudiada se puede establecer que el reactivo Oxone presenta una capacidad oxidante de carácter verde por lo que su uso es altamente recomendado en este tipo de reacciones, el reactor de síntesis monowave 50 nos permite disminuir los tiempos de reacción de una manera significativa generando el ahorro energético deseado. A través de esta escala que permite evaluar nuestra experimentación nos indica el avance hacia una metodología más verde para adaptar las prácticas de laboratorio. El personal del laboratorio debe tener capacitación para abordar la metodología verde dentro del laboratorio con el fin de integrar y fomentar este tipo de técnicas, para la generación de nuevas prácticas con un acercamiento verde. El alumno tiene la responsabilidad profesional del avance del conocimiento científico y naturaleza preocuparse de la salud y bienestar de sus compañeros, comunidad y comprender y anticiparse a las consecuencias en el trabajo de laboratorio para evitar el daño ambiental en la medida de lo posible.

Referencias

Gonzales Nuñez M.E., Mello R., Olmos A., Acerete R., Asensio G. (2006). Oxidation of Alcohols to Carbonyl Compounds with $\text{CrO}_3 \cdot \text{SiO}_2$ in Supercritical Carbon Dioxide . J. Org. Chem., 2006, 71 (3), pp 1039–1042

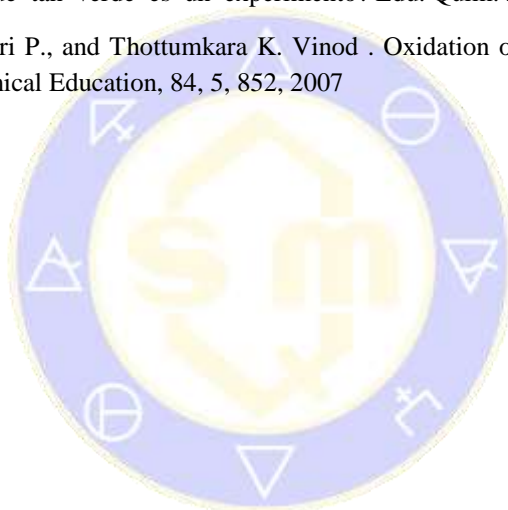
Stergiou A., Bariotaki A., Kalaitzakis D., Smonou I. (2013) Oxone-Mediated Oxidative Cleavage of β -Keto Esters and 1,3-Diketones to α -Keto Esters and 1,2-Diketones in Aqueous Medium. The Journal of Organic Chemistry 2013 78 (14), 7268-7273

Travis B. R., Sivakumar M., Olatunji Hollist G., Borhan B. (2003). Facile Oxidation of Aldehydes to Acids and Ester with Oxone. Org. Lett., 2003, 5 (7), pp 1031–1034

Obermayer D., Znidar D., Glotz G., Stadler A., Dallinger D., Kappe O. (2016). Design and Performance Validation of a Conductively Heated Sealed-Vessel Reactor for Organic Synthesis The Journal of Organic Chemistry 2016 81 (23), 11788-11801

Miranda, R. (2011) ¿Qué tan verde es un experimento? Edu. Quim. 22, 214-248.

Gandhari R., Maddukuri P., and Thottumkara K. Vinod . Oxidation of Aromatic Aldehydes Using Oxone. Journal of Chemical Education, 84, 5, 852, 2007



SOCIEDAD QUÍMICA
DE MÉXICO, A.C.
“La química nos une”

Obtención de biodiesel a partir del aceite de *Ricinus communis* asistido por microondas

Hannia Janet López Ángeles¹, Alejandra Pérez Ángeles¹, José Roberto Contreras Bárbara¹, Keops Xeki García Galván¹, Alberto Aristeo Domínguez¹, Oscar R. Suarez Castillo², Macaria Hernández Chávez³, Rogelio Cuevas García⁴.

¹Tecnológico Nacional de México/I. T. Atitalaquia.

²Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Mineral de la Reforma, Hidalgo, 42184 México.

³Laboratorio de Química, UPIIH, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad del Conocimiento y la Cultura, San Agustín Tlaxiaca, Hidalgo, México.

⁴Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.

e-mail: contreras@itatitalaquia.edu.mx

El consumo acelerado de los combustibles fósiles proyectan su inminente agotamiento y demandan la búsqueda de fuentes renovables de energía como los biocombustibles. Actualmente estos combustibles provenientes de aceites no comestibles presentan mejor calidad en la combustión en los motores diesel. En este trabajo se realizó la extracción de aceite de semilla de *Ricinus communis* originaria del Valle del Mezquital Hgo., utilizando el método Soxhlet y usando como disolvente, etanol anhidro. Las reacciones de transesterificación se apoyaron con radiación de microondas. Las muestras se caracterizaron mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier y resonancia magnética nuclear de protón. Los resultados indicaron que la reacción de transesterificación alcanza un rendimiento del 93 %.

Introducción

Ante un agotamiento inminente de los combustibles fósiles que actualmente mueven el mundo, tales como la gasolina, turbosina y diésel, se están buscando nuevas alternativas renovables como los biocombustibles provenientes de aceites de semillas no comestibles y que además no comprometen la seguridad alimentaria del país, que no involucren un cambio drástico en el diseño de los motores de combustión interna y el biocombustible obtenido de semillas como el de *Ricinus communis* parece ser una alternativa viable. Aunado a este problema, en la actualidad nuestro planeta enfrenta serios problemas de contaminación ambiental atribuidos principalmente al uso irracional y excesivo de los combustibles fósiles, ya que la producción de la energía que se necesita para desarrollar la vida cotidiana de la sociedad está basada en el petróleo (Sharma, Singh y Upadhyay, 2008).

El biodiesel puede definirse como ésteres metílicos de ácidos grasos de cadena larga provenientes de una materia prima renovable, tales como aceites vegetales o grasas animales. Estos aceites o grasas se someten a una reacción de transesterificación usando como catalizador metóxido de sodio (MeONa) y metanol (MeOH) para producir glicerol y los ésteres de metilo correspondientes que forman el biodiesel. El uso de un sistema de microondas en el laboratorio proporciona una entrada en la síntesis, enfocada a la química verde (Zovinka y Stock, 2010) y (Varma, 2002). Algunas ventajas del uso de la radiación de microondas en las reacciones químicas son: disminuir tiempos de reacción, obtener rendimientos altos, evitar la formación de subproductos, y disminuir los procesos de purificación (Lidström, 2001).

Perin y col. (2008) llevaron a cabo la transesterificación de aceite de ricino utilizando catálisis ácida ($\text{SiO}_2/50\% \text{H}_2\text{SO}_4$) o catálisis básica ($\text{Al}_2\text{O}_3/50\% \text{KOH}$) bajo calentamiento convencional y radiación de microondas, siendo esta última técnica la que dio los mejores resultados en cuanto a tiempos y rendimientos de reacción (Tabla 1). Sin embargo, la transesterificación implica condiciones severas y su metodología resulta poco reproducible ya que utilizan un horno de microondas casero (Panasonic modelo, Píccolo NN-S42BK).

Tabla 1. Transesterificación del aceite de ricino bajo diferentes condiciones de reacción.

Entrada	Catalizador	Tiempo	Condiciones de reacción	Rendimiento (%)
1	SiO ₂ /50% H ₂ SO ₄	48 h	Agitación/t.a.	78
2	SiO ₂ /50% H ₂ SO ₄	3 h	Agitación/60 °C	95
3	SiO ₂ /50% H ₂ SO ₄	30 min	M.O. (40 W)	95
4	Al ₂ O ₃ /50% KOH	1.5 h	Agitación/t.a.	95
5	Al ₂ O ₃ /50% KOH	1h	Agitación/60 °C	95
6	Al ₂ O ₃ /50% KOH	5 min	M.O. (40 W)	95

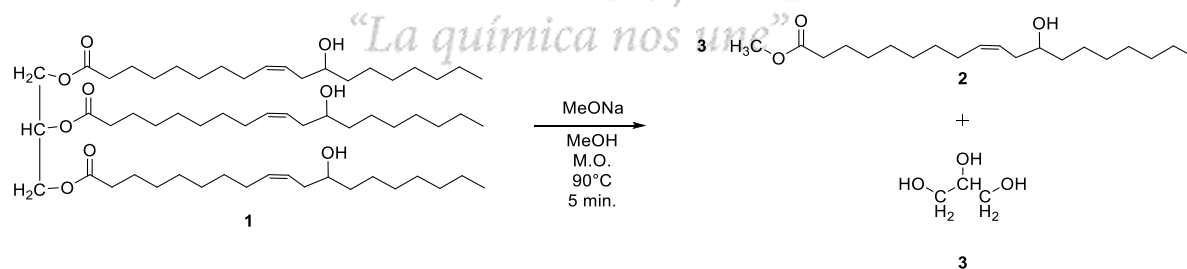
Experimental

La semilla de *Ricinus communis* se recolectó en las plantas silvestres de la región del Valle del Mezquital Hgo. Las semillas con cáscara se secaron al sol, se pelaron, trituraron y molieron. La extracción del aceite se realizó a 80 °C, en un equipo Soxhlet utilizando como disolvente etanol anhidro y equipado con un cartucho de celulosa, la masa de la semilla de fue 80 g, el número de ciclos fue de 12. El etanol se recuperó del producto por destilación. El procedimiento de desgomado se realizó a 100 °C adicionándole al aceite 5 % de agua desionizada y por un tiempo de 2 h.

Habiendo analizado información de las reacciones de transesterificación, las cuales se llevaron a cabo fácilmente con el uso de radiación de microondas (Gedye, 1986), se decidió explorar el uso de esta metodología para llevar a cabo la obtención de biodiesel. Con el objetivo de determinar las condiciones óptimas para llevar a cabo la reacción de transesterificación del aceite de *Ricinus communis* (1) (Esquema 1), mediante el uso de radiación de microondas, para la obtención del éster metílico 2, se realizaron reacciones a 60 minutos, 30 minutos, 15 minutos y 5 minutos en un horno de microondas monomodal.

Resultados

Los resultados obtenidos de la transesterificación del aceite de *Ricinus communis* bajo diferentes condiciones de reacción se muestran en la tabla 2. Los espectros de RMN del triglicérido y del producto de reacción se muestran en la figura 1. En el cual se confirma que la reacción de transesterificación se llevó a cabo debido a que las señales del fragmento glicerol desaparecen en el espectro de RMN de protón del producto de reacción. Así mismo se obtuvo el espectro de IR (Figura 2) del éster 2 en el cual se observa la aparición de la banda en 1437.5 cm⁻¹ que corresponde a la flexión asimétrica del grupo CH₃, así como la aparición de la banda en 1198.4 cm⁻¹ que corresponde al grupo C-OCH₃, por otro lado, la banda que corresponde al grupo carbonilo se mantiene en 1743.4 cm⁻¹, así mismo la banda en 1097.5 cm⁻¹ que corresponde al grupo O-CH₂-C del fragmento del triglicérido desaparece, con lo cual se puede confirmar la obtención del éster 2.



Esquema 1. Reacción de transesterificación del aceite de *Ricinus communis* (1).

Tabla 2. Transesterificación del aceite de *Ricinus communis* bajo diferentes condiciones de reacción

Entrada	MeONa	Tiempo	Condiciones de reacción	Rendimiento (%)
1	1 equiv	60 min	M.O. (25 W)/60 °C	90
2	1 equiv	30 min	M.O. (25 W)/60 °C	90
3	2 equiv	15 min	M.O. (25 W)/90 °C	93
4	2 equiv	5 min	M.O. (25 W)/90 °C	93

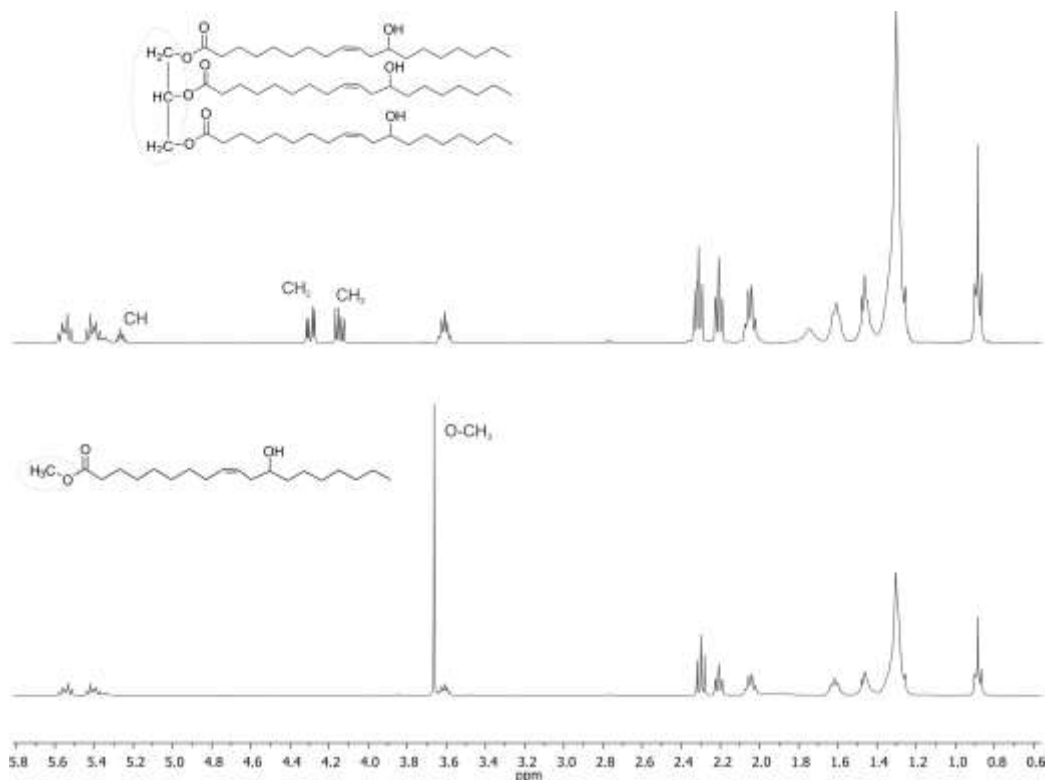


Figura 1. Espectros apilados de RMN de ^1H en CDCl_3 del triglicérido **1** y el éster **2**.

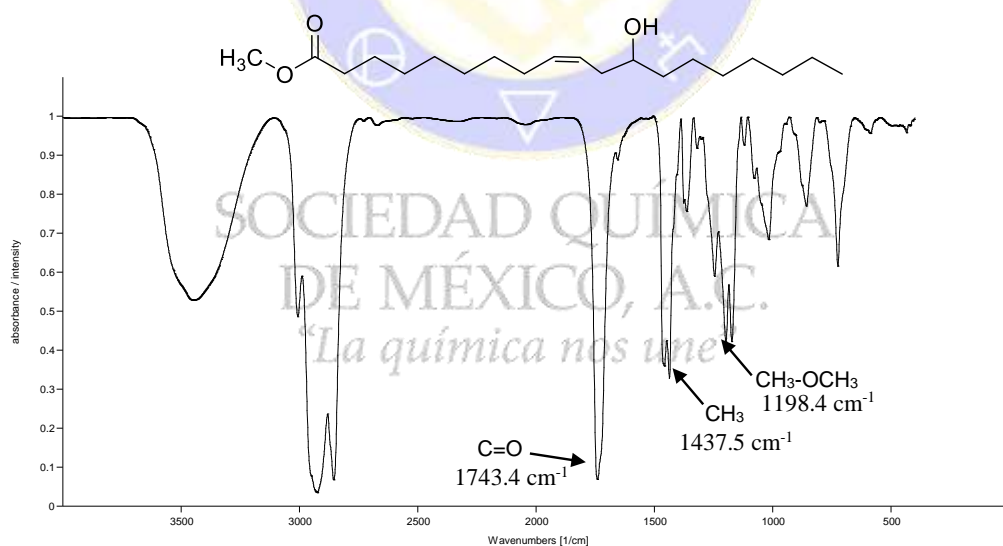


Figura 2. Espectro de IR del compuesto **2** mostrando las bandas características del fragmento éster.

Conclusiones

Se logró realizar la reacción de transesterificación del aceite de *Ricinus communis* asistida con radiación de microondas como se pudo constatar por la técnica de RMN de ^1H por la aparición de la señal intensa de los protones metílicos del éster y la desaparición de los protones metilénicos del triglicérido. Además se corroboró con la técnica de espectroscopia infrarroja al obtenerse la banda que corresponde al grupo $\text{C}-\text{OCH}_3$ del éster y la desaparición de la banda del fragmento del triglicérido, $\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}$. Por lo tanto la

radiación con microondas es viable para realizar las reacciones de transesterificación del aceite de *Ricinus communis* y a tiempos de reacción cortos.

Bibliografía

1. Sharma Y. C., Singh B., Upadhyay S. N. (2008). Advancements in development and characterization of biodiesel: A review, *Fuel*, 87, 2355-2373.
2. Zovinka E. P. y Stock A. E. (2010). Microwave Instruments: Green Machines for Green Chemistry? *Journal of Chemical Education*, 87, 350-352.
3. Varma, R. S., (2002). Advances in Green Chemistry: *Chemical Syntheses Using Microwave Irradiation*; AstraZeneca Research Foundation, Kavitha Printers: Bangalore, India.
4. Lidström P., Tierney J., Wathey B. and Westman J., (2001). Microwave Assisted Organic Synthesis - A Review, *Tetrahedron*, 57, 9225.
5. Perin G., Álvaro G., Westphal E., Viana L. H., Jacob R. G., Lenardao E. J., D'Oca M. G., (2008). Transesterification of castor oil assisted by microwave irradiation, *Fuel*, 87, 2838-2841.
6. Gedye, R.; Smith, F.; Westaway, K.; Ali, H.; Baldisera, L.; Laberge, L.; Rousell, J. (1986). The use of microwave ovens for rapid organic synthesis. *Tetrahedron Lett.* 27, 279–282.



SOCIEDAD QUÍMICA
DE MÉXICO, A.C.
“La química nos une”

Valoraciones ácido-base de productos comerciales a semi-escala para apoyar el aprendizaje en alumnos de los primeros semestres de licenciaturas del área Química.

Botello-Pozos Julio César, Pérez-Damián Guillermina, Jaramillo-Alcantar Adriana, Morales-Galicia Marina Lucia*

Sección de Ciencia Básica. Departamento Ciencias Químicas. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (UNAM), Av. 1° de Mayo s/n, Sta. María las Torres, Cuautitlán Izcalli, C.P. 54740 Estado de México, México

*ianglpdg@hotmail.com

Resumen

Los profesionales de la química se enfrentan en muchas ocasiones a la tarea de implementar, desarrollar, evaluar y diseñar procesos que involucren un menor consumo de insumos; traduciendo lo anterior a un ahorro de presupuestal. Gran variedad de procesos industriales involucra la aplicación de equilibrios ácido-base; ya sea de forma directa o en etapas que encaminan al producto final. La principal desventaja de la aplicación del conocimiento teórico dentro de ambientes controlados y diseñados específicos al tema (es decir un laboratorio escolar) es la pérdida de perspectiva al limitar al alumno a encontrar vías alternas con el fin de solucionar un problema; experiencia valiosa y necesaria requerida día con día en el ambiente laboral.

Se propone que el alumno incurra en la realización de valoraciones en pequeña escala, por lo que en el presente trabajo, se llevaron a cabo, inicialmente, valoraciones como se indica en la literatura y se realizó la disminución de los volúmenes de alícuota hasta que el fenómeno sea aún observable y la manipulación, manejo de materiales y reactivos sea posible y permita que el alumno adquiera las habilidades prácticas necesarias. Con ello se pretende optimizar los recursos en el laboratorio, generar mínimas cantidades de residuos en cada experimento, y obtener resultados similares a los referidos por la química tradicional.

Palabras clave: Valoraciones, acidez, basicidad.

Introducción.

Gran parte de las sustancias que empleamos en nuestra vida diaria (limpiadores, baterías alcalinas, etc.) o ingerimos (vinagre, vino tinto, jugo de limón, etc.) involucran de forma implícita un equilibrio ácido-base, por lo que interactuamos con un sin número de sustancias de origen natural o sintético, con características de este tipo.

En las determinaciones de analitos con características ácido-base, el profesional de la química juega un papel importante, el cual radica no sólo en sus conocimientos sino además en la adecuada implementación y selección del método para la cuantificación del sistema. Una de las técnicas más empleadas para la determinación de este tipo de especies son las valoraciones volumétricas que ofrecen la ventaja de ser rápidas y con requerimientos relativamente sencillos de material, por lo que el aprendizaje de éstas es significativo para el estudiante de licenciatura del área Química.

Sí bien las bases teóricas adquiridas por los estudiantes del área química son lo bastantes buenas como para generar resultados de calidad, tenemos que considerar que se adquieran las habilidades en el trabajo experimental, así como desarrollar la capacidad para adaptar técnicas a las condiciones de laboratorio u optimizarlas de acuerdo a las necesidades del proceso, buscando además un menor impacto ambiental, implicando en ello la selección y consumo de reactivos, rendimiento, material empleado y algunas veces consumo energético requerido.

Método y materiales

El presente trabajo se enmarcó en el escalado de valoraciones ácido base de siete productos comerciales, naturales y alimenticios, para la disminución de cantidades de reactivos empleados (Tabla 1). Para ello, se consideraron las técnicas de análisis descritas en la literatura (4-8).

Tabla 1. Productos y materiales empleados en la experimentación.

Productos
<ul style="list-style-type: none"> • Limpiador de baño • Limpiador de cocina • Jugo de limón • Vino tinto • Crema ácida • Líquido para batería de auto • Ácido muriático

Las características de las sustancias valorantes, como: concentración y estandarización, así como la determinación del indicador de punto final de valoración se establecieron con relación al analito a cuantificar. Cabe mencionar que, para la disminución de cantidades (escalado en lo subsecuente) se consideró la conservación de las peculiaridades de las reacciones, el material de laboratorio empleado y la adquisición de habilidades y destrezas necesarias en el trabajo de laboratorio.

Procedimiento

A manera de ejemplificar, se describe el procedimiento general para la determinación de la acidez en vino, considerada a partir de ácido tartárico en la Figura 1. La valoración para cada producto comercial se realizó al menos por triplicado, para verificar su replicabilidad. El porcentaje de acidez o basicidad se efectuó con base en el Principio de Equivalencia.

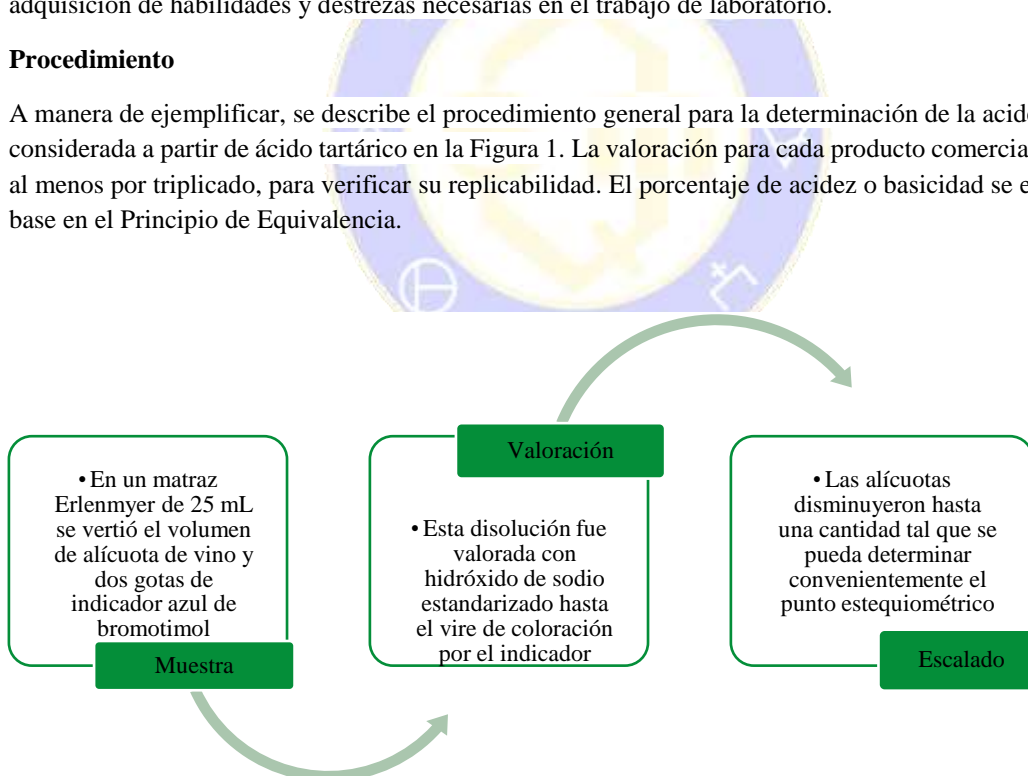


Fig. 1. Proceso experimental para determinación de acidez en vino.

Resultados y discusión

Los resultados obtenidos en el escalamiento de la determinación de basicidad en los productos estudiados se presentan en la Tabla 3, mientras que para la determinación de acidez se exponen en la Tabla 4.

Tabla 3. Determinación la basicidad en productos comerciales determinada por la técnica reportada en la literatura y modificada con disminución de volumen de alícuota, empleando HCl como valorante.

Producto comercial	Masa o volumen de muestra (g o mL)	% de basicidad	% de basicidad reportada
Limpiador de baño	Producto directo	1.9540	2.02%
	5	1.9157	
	3	1.9157	
Limpiador de cocina	Técnica reportada	0.5596	0.5%
	10	0.5628	
	5	0.5628	
	3	0.5628	
	1	0.5628	

Tabla 4. Determinación de la acidez en productos comerciales por la técnica reportada en la literatura y modificada con disminución de volumen de alícuota, empleando NaOH como valorante.

Producto comercial	Masa o volumen de muestra (g o mL)	% de acidez	% de acidez reportada
Crema comestible	Técnica reportada	0.5795	No Menor al 0.5%
	10.2646	0.5640	
	5.1231	0.5650	
	2.6996	0.5584	
	1.3806	0.5678	
Vino Tinto	Técnica reportada	5.2666	4-5.5 g/L
	5	5.2187	
	3	5.2666	
	2	5.2666	
Ácido Muriático	Técnica reportada	12.4027	12.5%
	5	12.5048	
	3	12.7600	
Líquido para batería de auto	Producto directo	37.3268	36%
	5	37.5143	
	3	37.6301	
	2	37.3407	
	1	38.2090	
Jugo de limón	Técnica reportada	6.5780	6% depende de la maduración del fruto
	5	6.5372	
	3	6.5826	

En todos los casos, se determinó que las valoraciones con escalado son equivalentes y cuantificables para la determinación de acidez y basicidad.

Al determinar la acidez y basicidad de algunos productos comerciales a través de valoraciones volumétricas con disminución progresiva de alícuota se permite emplear una menor cantidad de valorante y reactivos, así como una disminución significativa de residuos, favoreciendo el desarrollo de destrezas finas en el trabajo de laboratorio en los alumnos de los primeros semestres del área química, además de contribuir en la formación de habilidades creativas y en la capacidad para adaptar procesos a las condiciones y con los recursos de trabajo, fomentando una conciencia sobre el respeto al medio ambiente.

El beneficio de las valoraciones ácido-base en escala reducida de productos comerciales permite al alumno el aprendizaje de este tipo de determinaciones y con ello se da pauta a que vincule la teoría con la experimentación y la relacione con áreas de la vida cotidiana y en un futuro laboral. Además, se desarrollan habilidades prácticas, toma de decisiones, se fomenta el trabajo colaborativo, y se promueve una menor

utilización de recursos y con ello la disminución en la generación de residuos contribuyendo al cuidado y preservación del medio ambiente.

Conclusiones

Con el fin de encontrar una alternativa que le ofrezca al alumno una experiencia a problemas cotidianos en campo, se propuso el estudio de sistemas ácido-base sobre una gama de productos; los resultados experimentales comprueban que el escalado; es decir la reducción de reactivos para la determinación del porcentaje de acidez o basicidad favorece la disminución en el empleo de reactivos y con ello la reducción de residuos, ayuda a la adquisición de habilidades finas en el trabajo de laboratorio, permite que el alumno se concientice sobre el impacto medioambiental que genera su actividad práctica y despierta su creatividad para poder realizar ajustes e incluso optimización de técnicas de análisis.

Finalmente, éstas experimentaciones refuerzan conocimientos adquiridos de manera teórica y ayudan al alumno a innovar rutas experimentales ya trazadas, al construir su propio conocimiento al interactuar con el objeto de estudio de manera que forja un nuevo conocimiento el cual se verá impulsado en el desarrollo de actividad mental.

Referencias

- [1] D. Harris. Análisis Químico Cuantitativo, 3ª ed. España: Reverté, 2012.
- [2] F. Aguilar. Tesis: material didáctico de apoyo para las materias de Análisis I de la carrera de Químico Farmacéutico Biólogo y Química Analítica Básica para las licenciaturas de Bioquímica Diagnóstica y de Farmacia. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (UNAM), México. 2015
- [3] F. Orozco. Análisis Químico Cuantitativo, 8ª ed. México: Grupo Editorial Porrúa, 1979.
- [4] W. Horwitz. Official Methods of Analysis of AOAC International, 17 ed., AOAC International, USA. 000
- [5] Secretaria de Salud. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, 11 ed., Secretaria de Salud, Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, 2014
- [6] T. Anastas, J. C. Warner, Green Chemistry: Theory and Practice. Oxford University Press, New York. 1998
- [7] J. Guiteras, Curso Experimental de Química Analítica. México: Síntesis. 2003
- [8] R. Giraldo, Manual de Técnicas de Laboratorio Químico. Colombia: Universidad de Antioquia. 2009

Importancia de la Información para la Recuperación de Residuos de Plata, Generados en el Laboratorio

M. en C. Imelda Velázquez Montes^a, Peña López Angelica Jocelyn.^a, Servicios de Información Digital, Hemeroteca, Edificio B, ^aFACULTAD DE QUIMICA. UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO. Ciudad Universitaria, Circuito Interior, Coyoacán, CP. 04510, México, DF, México. Email: ivela@yahoo.com

Introducción

Importancia de la información: En el laboratorio se manejan reactivos y se efectúan diversas reacciones, dando como resultado la generación de residuos, que pueden ser peligrosos para la salud y el medio ambiente. Estos residuos deben ser clasificados y tratados, para ello es indispensable tener la información científicamente probada de los elementos y compuestos contenidos en ellos, dicha información permitirá manejarlos adecuadamente, conocer su reactividad, así como las formas de separarlos adecuadamente y convertirlos en compuestos más estables, a partir de los residuos generados en el trabajo experimental. Su recuperación reduce significativamente la contaminación de agua y del aire, que al lograrse se tendrá un proceso sustentable.

La información científica publicada, permitirá conocer varias alternativas para el manejo de los residuos peligrosos, las principales son las siguientes: Colecta, reciclaje, destrucción, almacenamiento, confinamiento, etc. Se encontraron los siguientes datos del residuo de Plata:

Cloruro de Plata (AgCl)

Es un sólido cristalino muy poco soluble en agua, reacciona en presencia de la luz para dar halógeno elemental y ácidos diluidos, con un punto de fusión de 457°C y uno de ebullición de 1547°C, es un oxidante moderadamente fuerte por lo que se usa como blanqueador capilar; por lo que al contacto con la piel se debe lavar con abundante agua. Se puede trabajar con guantes de vinyl, para evitar contacto con la piel y son obligatorios los lentes de protección para los ojos y la bata de algodón para evitar manchas en la ropa.

Objetivo

Presentar los beneficios de la información científica para la recuperación de residuos químicos generados en el trabajo experimental por los alumnos del Laboratorio de Química Inorgánica I, de la FQUNAM. En particular los residuos de diversos compuestos de Plata.

Hipótesis

A) Obtención de Cloruro de Plata (AgCl).



Lavando con agua destilada y secando en el medio anhidro se retiran $\text{H}_2\text{O} + \text{NaNO}_3$

Metodología

Se requiere recuperar la Ag como AgCl, a partir de una disolución de residuos de los experimentos llamados: Acidez de los cationes metálicos y Oxianiones metálicos; por medio de su filtración, precipitación, lavado y posterior secado de las sales; lo primero que se hace es buscar en las bases de datos la información relativa al tema de trabajo, de manera que se tenga toda la información relevante, para su posterior aplicación en el trabajo experimental del laboratorio.

Material y Reactivos

- Residuos de Plata

- Agua destilada
- Parrilla eléctrica
- Espátula
- Vaso de precipitado de 250 mL
- Soporte universal con pinzas
- Papel filtro
- Embudo y Kirsch con alargadera
- Mangueras de hule

Procedimiento:

1. Dejar sedimentar los residuos de AgCl
2. Filtrar lo obtenido
3. Dejar secar para identificar el posible compuesto de Ag precipitado, para purificarlo, posteriormente.
4. Las aguas madres se evaporan en la parrilla eléctrica hasta $\frac{3}{4}$ de su volumen
5. Se vuelven a filtrar para obtener la mayor cantidad de sales posibles

Resultados

Con la información obtenida, se seleccionan los datos importantes para se elabora un proyecto de trabajo experimental, se reunieron los materiales y reactivos necesarios para ello, luego se procedió a trabajar en el laboratorio.

Después del primer filtrado se obtuvieron la mayoría de las sales de Plata, ya secas, se pesaron en un vaso de precipitados, se identificaron y se disolvieron para convertirlos en AgCl; sin embargo quedaron residuos de estos compuestos en las aguas madres, por lo que se procedió a calentarlas hasta que la mezcla perdió volumen y las sales que quedaban se precipitaron, fue entonces que se filtraron de nuevo, previa identificación. Se repitió el procedimiento descrito, de este mod, se recuperó la mayor cantidad de compuestos de Plata posibles.

Pariendo de la consulta en las bases de datos de información, el compuesto obtenido se identificó como **Cloruro de Plata (AgCl)**. Las sales obtenidas una vez secas se guardaron en un frasco limpio, color ámbar debido a que las sales de plata reaccionan con la luz.

Análisis de resultados

El AgCl es un precipitado blanco, esto se debe a que los iones de plata y los iones cloruro son más estables cuando están unidos entre sí en una red iónica, que cuando están separados y rodeados por moléculas de agua. Debido a que es un compuesto fotosensible, las sales de plata obtenidas, una vez secas e identificadas, se guardaron en un frasco ámbar. Uno de sus usos es en películas fotográficas, otra aplicación es en electroquímica donde se utiliza como electrodo de referencia plata/cloruro de plata.

Conclusiones

Se logró obtener la mayor parte de las sales de Plata, usando métodos físicos y químicos, ya que los compuestos de Plata cambian con la luz, el cloruro de plata obtenido se guardó en un frasco ámbar, debido a que es foto-sensible; se pesó la cantidad de producto obtenido y se concluye que es sustentable la recuperación a partir de los residuos de diversos compuestos de Plata, mismos que son caros y dañan el medio ambiente, así que la Institución educativa también gana porque se ahorra el pago del envío de los residuos citados a confinamiento. Al recuperar residuos los alumnos aprenden el manejo apropiado de los mismos como parte de su formación profesional, así como la importancia de la información científica, para realizar un trabajo científico y su aplicación experimental.

Bibliografía

Chang, Química 10ª edición, Mc Graw Hill, China, 2010 pp. 189

Peter Atkins, Química Inorgánica, 4ta edición, Mc Graw Hill, México, 2008 pp. 278

REGLAMENTO DE MANEJO DE RESIDUOS PELIGROSOS. UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN.

Disponible en:

http://www2.udec.cl/sqrt/reglamento/reglresiduos.html#_Toc431695720. Consultado 08-05-17 12:20 PM.

Plata - Ag. LENNTECH. Disponible en: <http://www.lenntech.es/periodica/elementos/ag.htm>. Consultado 17-05-17 11:51 AM.

NTP 276 Eliminación de residuos en el laboratorio: procedimientos generales. Gaeda, E., Guardino, X.

Disponible en:

http://www2.uca.es/serv/prevencion/higiene/normas_generales_seguridad_y_salud/NTP_276.PDF

Consultado 08-05-17 12:55 PM.

McMonagle, D. (2006). CHEMISTRY: An Illustrated Guide to Science. New York. Editorial: Chelsea House Pp. 51, 60, 95



SOCIEDAD QUÍMICA
DE MÉXICO, A.C.
“La química nos une”

Evaluación de la cadena de producción del proceso de deslignificación partiendo de residuos lignocelulósicos como una parte del esquema de biorrefinerías.

Alma Hortensia Serafin Muñoz^{1*}, Alan Paulus Landeros Mejía¹, Berenice Noriega Luna, Norma Leticia Gutiérrez Ortega¹, Julio César Leal Vaca¹, Ulises Emiliano Rodríguez Castrejón²,

¹Universidad de Guanajuato, División de Ingenierías, Av. Juárez #77, Col. Centro, Guanajuato, Gto., C.P. 36000

²Universidad de Guanajuato, Posgrado de Ciencias del Agua, Av. Juárez #77, Col. Centro, Guanajuato, Gto., C.P. 36000

*semuah@ugto.com.mx

Resumen

Se realizó la evaluación integral de la cadena de producción del proceso de deslignificación alcalina/H₂O₂ de paja de maíz como residuo lignocelulósico. El porcentaje de recuperación, para cada cadena productiva: fue para la celulosa se obtuvo el 46.76 ± 1.4 %, hemicelulosa 29.7 ± 0.2 % y 13.54 ± 2.1 % de lignina. La integración completa permitió el ahorro de agua en 66 ± 3.5 %. Separadamente, a fin de integrar la obtención de polímeros con valor agregado, de la última fracción líquida remanente se aisló hemicelulosa y lignina.

Palabras Clave: Alkox, paja de trigo, celulosa, hemicelulosa, lignina, agua reciclada.

Introducción

El panorama actual apunta al desarrollo de biorefinerías; instalaciones en las que se integran procesos de conversión de biomasa para la producción de combustibles y productos de alto valor agregado [1]. Lo cual en general involucra; 1) pretratamiento de la biomasa, 2) hidrólisis de polisacáridos, 3) fermentación de los azúcares y 4) purificación de los productos. El pretratamiento es la transformación física, química y/o biológica para: incrementar la formación o la habilidad de producir azúcares fermentables, al mejorar la accesibilidad de las enzimas al sustrato, remover la lignina y hemicelulosa, y evitar la formación de inhibidores enzimáticos o de fermentación, pero sobre todo ser económicamente viable (es la operación unitaria más costosa). La reducción en el consumo de agua y el autoabastecimiento de enzimas son los principales retos a la viabilidad económica [2,3]. El pretratamiento alcalino con H₂O₂ (deslignificación ALKOX) separa la paja de trigo en celulosa, hemicelulosa y lignina, mejora la consecuente hidrólisis enzimática y presenta una pérdida mínima de carbohidratos [4,5]. Debido a esta separación, los productos generados no se limitan a los mono azúcares C5/C6, sino que también incluyen potenciales poliméricos [4-8]. Este trabajo presenta la evaluación del porcentaje de recuperación de los sólidos poliméricos de valor agregado, la integración de la deslignificación ALKOX a través del tratamiento y recirculación del agua reintegrada al esquema del proceso, además de la composición del material lignocelulósico.

Materiales y Métodos

Recolección de muestras: La materia prima fue el material lignocelulósico obtenido del rastrojo del cultivo de maíz proveniente de las comunidades de Xichú, Gto. (La Laja y Ahuamuchil).

Pretratamiento de muestras: El material lignocelulósico fue lavado con agua destilada, secada por 48 hrs a temperatura ambiente, molido, tamizada y secado a 50°C por 24 hrs.

Deslignificación ALKOX: Se realizó a volumen de 1L de material pretratado seco al 6% p/v, H₂O₂ 2% p/v, pH 11.5 con NaOH, 60 °C y durante 5h. El líquido remanente del pretratamiento fue reciclado con su respectivo ajuste de condiciones PM, pH y H₂O₂ a fin de reducir el consumo de agua y reactivos.

Aislamiento de bioproductos: Las fracciones sólidas y líquidas se separaron por filtración. La fracción sólida, o paja de maíz pretratada (PCS), se lavó cinco veces con agua destilada (EcoPura SA de CV,

Santiago de Querétaro, Qro., México) hasta que el pH del filtrado fue neutral, consumiendo 150-250 ml de agua por gramo de paja. PCS se secó a 50°C durante 24 h. Las fracciones sólidas después del tratamiento con AlkOx se formaron principalmente de celulosa bruta. La fracción líquida (FCS) se mantuvo y almacenó a 4 ° C, hasta su uso posterior. La hemicelulosa se obtuvo por precipitación. Primero, el FCS se ajustó a pH 5,5 con HCl 5M. Las hemicelulosas solubilizadas se precipitaron mediante la adición de etanol anhidro a una relación de 3: 1 (v / v). La muestra se centrifugó a 7000 rpm durante 10 minutos, y finalmente, el sólido se secó en un horno de convección a 60°C durante 8 h. La lignina se obtuvo secando la fracción líquida restante durante 6 días a 25°C.

Resultados

En la tabla 1, se muestra la composición porcentual de la materia prima. Las muestras de tuvieron la siguiente composición (% p / p): 43.5% de celulosa, 35.8% de hemicelulosa, 11.1% de lignina y 9.2% de otros componentes en base al peso seco (Tabla 1). El contenido de lignina fue ligeramente menor que en otras obras informadas [1,10]. En la figura 1, se muestra la cadena de producción para la obtención de los tres bioproductos de alto valor agregado. El porcentaje de recuperación, para cada cadena productiva: fue para la celulosa se obtuvo el $46.76 \pm 1.4 \%$, hemicelulosa $29.7 \pm 0.2\%$ y $13.54\% \pm 2.1\%$ de lignina. Es importante mencionar que los valores por arriba del 100% es debido por al porcentaje de humedad en la celulosa. La hemicelulosa presento una cantidad de recuperación baja la cual se requiere analizar y optimizar el proceso para aumentar el porcentaje de recuperación (w/w). Sin embargo, sí el interés de producción es enfocado a la lignina se obtuvieron resultados altamente factibles para su posible escalamiento a producción piloto y satisfactoriamente para el caso de la celulosa.

Table 1. Composición porcentual de la material lignocelulósico (paja de maíz) comunidades de Xichú, Gto.

Componentes	Porcentaje (%)
Material seco	90.2 ± 3.3
Celulosa	43.5 ± 1.6
Hemicelulosa	35.8 ± 1.2
Lignina	11.1 ± 1.8
Cenizas	9.2 ± 2.0

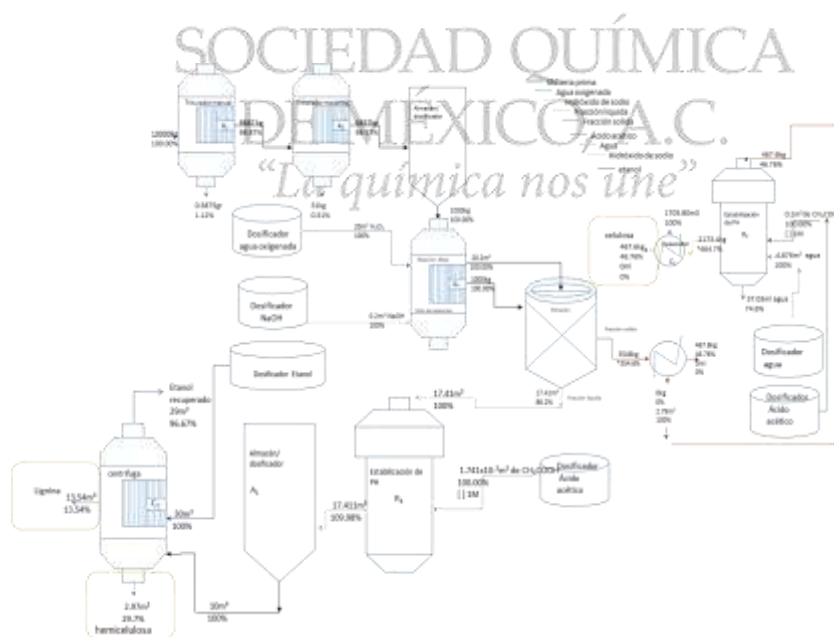


Figura 1. Cadena de producción para la obtención de celulosa, hemicelulosa y lignina.

Discusión de Resultados. El análisis de composición del material después de la deslignificación mostró que tenía 75.1% de celulosa, 5.9% de hemicelulosas y 0.6% de lignina, informes anteriores sobre el pretratamiento oxidativo alcalino de la paja de maíz para la producción de bioproductos son similares [10-11]. Comparando los resultados con otros estudios para la deslignificación de CS, el contenido de lignina fue ligeramente menor que el obtenido por nosotros [10]. Es importante señalar que la metodología propuesta incluye el tratamiento con NaOH y H₂O₂. Por lo tanto, en comparación con el pretratamiento con álcali, el tratamiento con peróxido alcalino es más efectivo en la solubilización de la lignina [12-14] y mejora la digestibilidad del residuo del cultivo. De acuerdo con los resultados obtenidos el porcentaje que se obtiene de celulosa a partir de la paja de maíz es comparable a los resultados reportados con anterioridad contando con un 46.76% de recuperación de celulosa, un 29.7% de hemicelulosa un 13.54% de lignina y un 10% de otros materiales no determinados por esta metodología, adicionalmente se obtiene un ahorro de agua cercano al 66 ± 3.5 % por estandarizar el proceso de producción y fijar las concentraciones de los reactivos, de la misma forma es posible optimizar aún más el proceso si se recirculan los insumos (agua y etanol) ya que debido a la naturaleza del proceso, es posible recuperarlos y recircularlos si se les da un tratamiento previo para reincorporarlos al proceso de producción. Como se observa en la figura 1 las cantidades reportadas son a escala industrial, por lo que es factible la producción en masa, obteniendo una cantidad considerable de subproductos con un mínimo costo por la materia prima, de igual modo la producción de residuos es muy baja ya que estos al ser provenientes de materia agroindustrial es posible disponerlos como abono, aprovechando de esta forma la biomasa vegetal de una manera óptima.

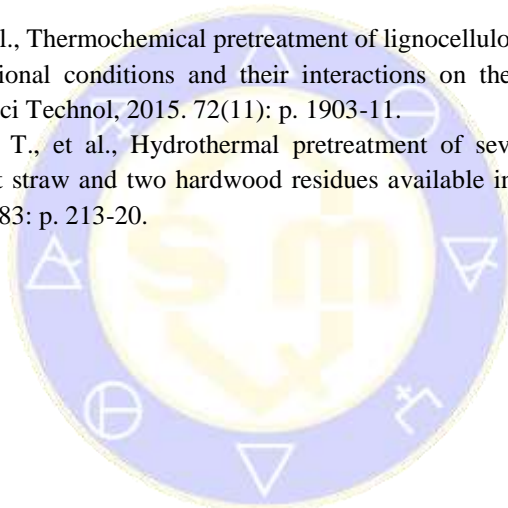
Conclusiones.

El aprovechamiento de la biomasa de origen agroindustrial es una opción viable que cuenta con un gran número de aplicaciones industriales para los diferentes subproductos que se obtiene a partir del proceso de deslignificación de la biomasa vegetal. Desde una perspectiva de tecnologías limpias y sostenibles, una contribución muy importante de este trabajo es la reutilización de los efluentes del tratamiento de la deslignificación de los residuos lignocelulósicos, para integrarlos dentro de la misma cadena de procesos. Esta forma de reducir considerablemente el uso de recursos como el agua y la materia prima, en paralelo reduce el costo de producción. Por otro lado, estos resultados pueden ser parte y contribuir al desarrollo de una biorrefinería que se puede aplicar en el tratamiento de residuos lignocelulósicos. En México, las biorrefinerías representan grandes oportunidades para aprovechar el beneficio económico de los desechos agroindustriales y para desarrollar sistemas aún más eficientes y sostenibles.

Bibliografía.

1. Serafin-Muñoz, et al. Characterization and integrated process of pretreatment and enzymatic hydrolysis of corn straw. Waste and Biomass Valorization (2018). <https://doi.org/10.1007/s12649-018-0218-9>.
2. Adney, B. Measurement of Cellulase Activities. Laboratory Analytical Procedure (LAP) National Renewable Energy Laboratory (NREL/TP-510-42628).
3. Demirbas, A. (2010). *Biorefineries*. For Biomass Upgrading Facilities, Springer-Verlag, 244-245p.
4. Dworzanski, J. *Et al.* (1986). Characterization of Lignocellulosic Materials and Model Compounds by Combined TG/(GC)/FTIR/MS. *The University of Utah, Center for Micro Analysis and Reaction Chemistry research*: 725-732p
5. Higson, F. (1991). Degradation of xenobiotics by white rot fungi. *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*. 122-125.
6. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (AOAC 973.18).

7. Patel, M. M.; Bhatt, R. M. (1992). Optimization of the alkaline peroxide pretreatment for the delignification of rice straw and its applications. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 53, 253.
8. Selig, M. J., *Et al.* (2009). The effect of lignin removal by alkaline peroxide pretreatment on the susceptibility of corn stover to purified cellulolytic and xylanolytic enzymes. *Appl. Biochem. Biotechnol.* (10).
9. Kristensen, J.B., et al., Cell-wall structural changes in wheat straw pretreated for bioethanol production. *Biotechnol Biofuels*, 2008. 1(1): p. 5.
10. Hansen, M.A., et al., Pretreatment and enzymatic hydrolysis of wheat straw (*Triticum aestivum* L.) the impact of lignin relocation and plant tissues on enzymatic accessibility. *Bioresour Technol*, 2011. 102(3): p. 2804-11.
11. Wang, Q., et al., Cell wall disruption in low temperature NaOH/urea solution and its potential application in lignocellulose pretreatment. *Cellulose* 2015. 22p. 3559–3568.
12. Bussemaker, M.J., F. Xu, and D. Zhang, Manipulation of ultrasonic effects on lignocellulose by varying the frequency, particle size, loading and stirring. *Bioresour Technol*, 2013. 148: p. 15-23.
13. Vasquez, D., et al., Thermochemical pretreatment of lignocellulose residues: assessment of the effect on operational conditions and their interactions on the characteristics of leachable fraction. *Water Sci Technol*, 2015. 72(11): p. 1903-11.
14. Silva-Fernandes, T., et al., Hydrothermal pretreatment of several lignocellulosic mixtures containing wheat straw and two hardwood residues available in Southern Europe. *Bioresour Technol*, 2015. 183: p. 213-20.



SOCIEDAD QUÍMICA
DE MÉXICO, A.C.
“La química nos une”

Fuentes energéticas alternas en síntesis de moléculas heterocíclicas: química verde.

Omar Fuentes Aguilar, María Olivia Noguez Córdova, **Judith García Arellanes**, René Miranda Ruvalcaba, Gabriel Arturo Arroyo Razo,

Sección de Química Orgánica, Departamento de Ciencias Químicas, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Universidad Nacional Autónoma de México, Cuautitlán Izcalli, Estado de México 54740. Correo: maestra3judithgarcia@hotmail.com

Resumen

El presente trabajo, expone los resultados experimentales obtenidos al sintetizar cinco moléculas heterocíclicas de interés farmacéutico empleando energías alternas de activación como: Infrarrojo, Microondas, Ultrasonido y Triboquímica, disminuyendo el riesgo por el manejo de sustancias peligrosas, así como, de accidentes que impacten tanto a la sociedad como a la naturaleza, abatiendo el consumo energético, minimizando la formación de residuos y aumentando los rendimientos de reacción, todo ello encaminado a favorecer procesos químicos verdes.

Introducción

El consumo de energía es uno de los grandes medidores del progreso y bienestar de una sociedad, actualmente, las fuentes de energía alternativa pueden suplir a las energías o fuentes energéticas actuales, ya sea por su menor efecto contaminante, o fundamentalmente por su posibilidad de renovación.

Asimismo, la aplicación de los principios de la Química Verde en la realización de las prácticas de laboratorio de Química Orgánica, se refiere¹ al diseño, desarrollo e implementación de productos y procesos que reducen o eliminan el uso y generación de sustancias peligrosas para la salud humana o el medio ambiente. Se trata de una metodología imprescindible cuando se hace necesario introducir mejoras tecnológicas ya que se ocupa de estudiar y modificar todos los aspectos de los procesos químicos que generen impactos negativos tanto sobre la salud humana como sobre el ambiente.

Los principios de la Química Verde son 12 y fueron desarrollados por Anastas y Warner^{2,3}, su fundamento es contribuir a valorar cuan verde⁴ puede ser un producto químico, una reacción o un proceso. Para integrar estos principios a la experimentación, se hizo una serie de experimentos que consistieron en sintetizar 5 moléculas heterocíclicas induciendo energía alterna proveniente de equipos de: Infrarrojo, Microondas, Ultrasonido y Triboquímica; asimismo, se trabajó a microescala, fomentando así, el uso de menor cantidad de reactivos y por ende disminución al mínimo la cantidad de residuos generados durante las prácticas, también se mejoraron los rendimientos de reacción, promoviendo una química más verde en lo posible.

Equipos utilizados para incidir energías alternas.

Equipos	Nombre comercial	Características
1.Infrarrojo	FLAVORWAVE® Turbo (AX-767MH)	Voltaje/Frecuencia: 110V/120V, 60Hz; 220V - 240V, 50/60Hz Potencia: 1300W
2.Microondas	Microondas LG® MS-0745V	Voltaje/Frecuencia: 120V-60Hz Potencia: 950W
3.Ultrasonido	Branson® 1510R-DTH Ultrasonic Cleaner	Voltaje/Frecuencia: 117 V, 50-60Hz Potencia: 160W, 1.4 Amp
4.Molino de bolas	RETSCH® PM 100 Molino planetario de bolas PM 100	Voltaje/Frecuencia: 220-230V, 50/60Hz Potencia: 750W
5.Triboquímica	Agitador "Intelli-Mixer® RM-2M	Potencia: 12W Se suministra con transformador: 12V-1000mA

Metodología: Síntesis del 2-fenil Indol

Mezclar 2 mL de acetofenona, 1.8 mL de fenil hidracina, 2 gotas de ácido acético glacial y 5 gramos de cloruro de zinc anhidro.

Incidir energía de alguna de las fuentes alternas utilizando las condiciones experimentales señaladas en la tabla 1. Dejar enfriar ligeramente y se añaden 15 mL de ácido acético glacial, la mezcla se calienta hasta disolver el producto de reacción.

Verter la solución a otro vaso de precipitados y dejar que cristalice el producto, adicionar 20 mL de agua para que se disuelva el cloruro de zinc y filtrar.

Recristalizar el producto de reacción con etanol-agua. **Síntesis del 2-fenil-bencimidazol.** 250 mg de 1,2-feniléndamina y 439 mg de bisulfito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), se maceran en un mortero para homogeneizar el tamaño de partícula y se colocan en el reactor. A continuación se añade el benzaldehído, cuidando de que la mezcla de sólidos se moje por completo. Incidir energía de alguna de las fuentes alternas utilizando las condiciones experimentales señaladas en la tabla 2. Añadir 20 mL de agua destilada, se agita manualmente con el agitador de vidrio y se filtra. El sólido se lava con 10 mL más de agua destilada. El sólido se trasvasa a un vaso de precipitados y se le añaden 10 mL de tolueno, la suspensión resultante se agita manualmente y se filtra, se lava con otra porción de 5 mL más de tolueno. El sólido insoluble se deja secar para determinarle su punto de fusión y rendimiento. Recristalizar con Hexano-Acetato de Etilo (40:60). **Síntesis de 5,5-difenilhidantoína.** Mezclar 0.5 g de bencilo con 0.25 g de urea en 75 mL de etanol con 1.5 mL de hidróxido de sodio al 30% e incidir energía de alguna de las fuentes alternas utilizando las condiciones experimentales señaladas en la tabla 3. Una vez fría la mezcla de reacción, se añade 12.5 mL de agua para de esta forma obtener la difenilacetilendiurea, que no es más que un subproducto color amarillo en esta reacción. Tras filtrar el subproducto se acidula a pH=2 el filtrado para obtener de esa forma el producto final de esta reacción, la 5,5-difenilhidantoína. Los cristales se recogen por filtración a vacío y se recristalizan con etanol. **Síntesis del 2-fenil-5-metil-1,2-dihidropirazol-3-ona.** Mezclar 6.5 mL de acetato de etilo y 5 mL de hidracina e incidir energía de alguna de las fuentes alternas utilizando las condiciones experimentales señaladas en la tabla 4. Enfriar la mezcla de reacción sobre baño de agua-hielo y se añaden 40 mL de éter, agitando con una varilla mientras se observa la separación de un sólido. Una vez que la cristalización es completa, los cristales se recogen por filtración a vacío y se recristalizan en mezcla de etanol-agua 1:1. **Síntesis de la 2,6-dimetil-3,5-dicarboxietil-4-fenildihidropiridina.** Mezclar 0.5 mL de benzaldehído, 1.3 mL de acetoacetato de etilo, 1 mL de metanol y 1 mL de hidróxido de amonio concentrado (adicionarlo en la campana). Incidir energía de alguna de las fuentes alternas utilizando las condiciones experimentales señaladas en la tabla 5, con agitación utilizando la barra magnética o cuerpos de ebullición cuando sea posible. Adicionar la mezcla de reacción a un vaso de precipitados con aproximadamente 15 g hielo picado, aparecerá un precipitado amarillo. Filtrar y dejar secar.

Resultados y discusión

Las fuentes de energía alterna nos brindan muchos beneficios verdes, inicialmente porque cumplen con la disminución de consumo energético en las síntesis de nuestras moléculas, apuntando con esto al principio 6 de la Química Verde; minimizando la formación de residuos, haciendo alusión al principio 1; así como también apostando al principio 12 con la minimización de accidentes.

Las tablas del 1-5 presentan las síntesis de 5 moléculas heterocíclicas, que fueron activadas con diferentes fuentes energéticas, y presentan a detalle cómo se programaron los equipos usados, también incluyen las propiedades físicas obtenidas así como el rendimiento obtenido. En este sentido para el caso de la síntesis del Indol 98% y 79%, e Hidantoína 83%, 74%, los mejores resultados de rendimiento de las reacciones se obtuvieron con energía infrarroja, seguido de la energía de microondas. Para el caso de la Pirazolona el rendimiento de reacción se invirtió con energía de microondas se obtuvo 88% y con energía infrarroja 74%. Para la síntesis de Bencimidazol tres métodos arrojaron resultados alentadores, en el caso del ultrasonido se obtuvo un rendimiento del 98%, para la energía infrarroja 92% y de la energía del microondas el 84%. La Hidropiridina se tuvo rendimientos del 92% y 84% para la energía infrarroja y molino de bolas. Se puede apreciar que los mejores rendimientos de reacción fueron conseguidos por la energía infrarroja,

microondas y/o molino de bolas, en su mayoría, ni el ultrasonido ni la triboquímica generaron altas expectativas, sin embargo, es posible que modificando las condiciones de reacción, sea posible mejorar los resultados aquí expuestos. Es de esperarse que la energía de activación tanto del microondas e infrarrojo se alcancen en cortos tiempo, dada la alta energía que proporcionan. En el caso del equipo ultrasónico empleado en este trabajo, la limitante de no poder alcanzar en su tina de agua temperaturas no mayor a los 60°, obliga a las reacciones a ocupar más tiempo para su síntesis, y con esto, se adjudica que los rendimientos fueron muy pobres o nulos.

Los resultados obtenidos con el molino de bolas son buenos, los rendimientos oscilaron entre 25%-84%. El equipo de molino de bolas, trabaja con una fuerza centrífuga muy alta, pero modulable, donde sus molinos de bolas planetarios generan una energía de trituración muy alta, lo cual se traduce en tiempos muy cortos de molienda. El tamaño de balines y número, genera una disminución del tamaño de partícula, al parecer esta condición, es la que suministra mayor energía mecánica a los sustratos. El número de intentos de reacción a futuro, deben considerar variables desde el diámetro de los balines usados, así como la cantidad de estos a emplear y el tiempo aplicado para diferentes frecuencias. Los sistemas que funcionaron con el agitador “Intelli -Mixer RM-2M” son: Indol, Bencimidazol e Hidantoína, con rendimientos aceptables de entre 46%-65%, con posible mejora, optimizando variables como: la agitación combinada entre velocidad, tiempo y ángulo variable.

Tabla 1. Resultados de la síntesis del 2-fenil Indol con 5 fuentes de energías alternas.

Condiciones de reacción	Temperatura	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	
Infrarrojo	120°C	7 min.	98 %	190 °C	Cristales blancos	
Condiciones de reacción	Potencia	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Aspecto	
Microondas	30	25 s	79%	190 °C	Cristales blancos	
Condiciones de reacción	Temperatura	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	Sonicación
Ultrasonido	70°C	30 min	55%	190 °C	Cristales blancos	60
Condiciones de reacción	Diámetro del balín	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	rpm
Molino de Bolas	1 cm	8 min	74%	190 °C	Cristales finos blancos	400
Condiciones de reacción	Modo	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	rpm
Triboquímica	UU	20 min	53 %	190 °C	Cristales blancos	90

Tabla 2. Resultado de la síntesis del 2-fenil-bencimidazol con 5 fuentes de energías alternas.

Condiciones de reacción	Temperatura	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	
Infrarrojo	120°C	8 min	92%	187°C	Sólido blanco	
Condiciones de reacción	Potencia	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	
Microondas	40 watts	2 s	84%	182°C	Cubos blancos	
Condiciones de reacción	Temperatura	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	Sonificación
Ultrasonido	70°C	40 min	98%	183°C	Cubos blancos	60
Condiciones de reacción	Diámetro del balón	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	rpm
Molino de Bolas	----	50 min	60%	178°C	Cubos blancos	200
Condiciones de reacción	Modo	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	rpm
Triboquímica	UI	20 min	46%	180°C	Sólido blanco	99

Tabla 3. Resultado de la síntesis de la 5,5-difenilhidantoina con 5 fuentes de energías alternas.

Condiciones de reacción	Temperatura	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia
Infrarrojo	120°C	30 min	83%	286-290°C	Sólido blanco cristalino

Condi ciones de reacci ón	Pote ncia	Tiem po	Rendi mient o	p.f.	Aparienci a	
Microo ndas	40	30 s	74%	291- 296° C	Sólido blanco cristalino	
Condi ciones de reacci ón	Tem perat ura	Tiem po	Rendi mient o	p.f.	Aparienci a	Soni cació n
Ultraso nido	70°C	30 min.	34%	255- 260° C	Sólido blanco cristalino	60
Condi ciones de reacci ón	Diá metr o del balín	Tiem po	Rendi mient o	p.f.	Aparienci a	rpm
Molino de Bolas	1 cm	50 min	25%	289- 293° C	Sólido blanco cristalino	350
Condi ciones de reacci ón	Modo	Tiempo	Rendimie nto	p.f.	Apariencia	rpm
Triboquím ica	F6	60 min	65%	300°C	Sólido blanco opaco	99

Tabla 4. Resultados de la síntesis de la 2-fenil-5-metil-1,2-dihidropirazol-3-ona con 2 fuentes de energías alternas.

Condi ciones de reacci ón	Temperatura	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia
Infrarrojo	177°C	60 min.	74.%	121-124°C	Sólido blanco
Condi ciones de reacci ón	Potencia	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Aspecto
Microondas	70	5 min.	88.%	123-124°C	Sólido blanco

Tabla 5. Resultado de la síntesis de la 2,6-dimetil-3,5-dicarboxietil-4-fenildihidropiridina con 3 fuentes de energías alternas.

Condiciones de reacción	Temperatura	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	
Infrarrojo	120°C	25 min.	92.%	160°C	Sólido Amarillo	
Condiciones de reacción	Potencia	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	
Microondas	70	40 s	10%	160°C	Sólido amarillo	
Condiciones de reacción	rpm	Tiempo	Rendimiento	p.f.	Apariencia	Diámetro del balón
Molino de Bolas	300	40 min	84%	161°C	Sólido Rojo-café	1cm

Conclusiones. La integración de la filosofía de la química verde en el proceso de enseñanza-aprendizaje, valora la incidencia real de su implementación experimental. Las competencias de ciencias experimentales están orientadas a que los estudiantes conozcan y apliquen los métodos y procedimientos dentro de ellas, su desarrollo favorece acciones responsables y fundadas por parte de los estudiantes hacia el ambiente y hacia sí mismos. Las energías alternas Infrarrojo, Microondas, Ultrasonido y Triboquímica en la síntesis de moléculas heterocíclicas: disminuyen el riesgo por el manejo de sustancias peligrosas, así como, de accidentes que impacten tanto a la sociedad como a la naturaleza, abatiendo el consumo energético, minimizando la formación de residuos, y aumentando el rendimiento de la reacción, todo ello encaminado a favorecer procesos químicos verdes.

Agradecimiento: FESC PIAPIME 2017 ID 2.12.15.17 Y DGAPA PAPIME PE210618

Referencias

1. Maldonado, J. M. (2009). Cities and pollution. *Revista de Ingeniería* (30), 19-40.
2. Anastas, Paul T., Lauren B. Bartlett, Mary M. Kirchhoff y Tracy, C. Williamson: "The Role of Catalysis in the Design, Development, and Implementation of Green Chemistry", *Catalysis Today*, 55, 2000, pp. 11–22.
3. Anastas, Paul T. y Mary M. Kirchhoff: "Origins, Current Status, and Future Challenges of Green Chemistry", *Accounts of Chemical Research*, n. 35, 2002, pp. 686-694.
4. Marina Morales Galicia, René Miranda Ruvalcaba, et al; *Educación Química*, julio 2011, 240-248.

Evaluación del Grado de Verdor de la Síntesis de Oxalatos de Magnesio, Calcio y Estroncio, Bajo el Protocolo de la Química Verde Empleando la Métrica Escala Verde.

Guillermo Garzón G.¹, Juan Guillermo Morales G.¹, ggarzon@usc.edu.co¹-Facultad de Ciencias Básicas, Programa de Química, Universidad Santiago de Cali, Cali, Colombia.

Se usó la métrica Escala Verde para evaluar el grado de verdor de la reacción de síntesis de los oxalatos $M(C_2O_4)$, donde $M = Mg, Ca$ y Sr , metales alcalinotérreos, mediante la evaluación del cumplimiento de los 12 principios de la química verde. La herramienta metodológica usada es mixta: cualitativa, mediante un código de colores (café a verde) y semi cuantitativa, a través del uso de una escala numérica tipo Likert (1-10), indicando así cuál es el grado de acercamiento al protocolo de la química verde. Se muestra el diagrama de flujo experimental para la reacción con magnesio, incluyendo sus pictogramas e indicando, a la vez, para los reactivos y solventes, qué tipo de daño y/o riesgo pueden representar al ambiente y la salud. La evaluación del acercamiento verde para la obtención del oxalato de magnesio da un valor promedio de **8** que corresponde a “muy buen acercamiento verde”. Para las reacciones con calcio y estroncio el valor promedio fue semejante. La metodología seguida permite al estudiante entender la aplicación de los principios de la química verde a una reacción química e identificar los riesgos para la salud y el ambiente. El modelo seguido se puede ajustar fácilmente en el currículo de un laboratorio de química inorgánica a nivel de pregrado. Este trabajo es una contribución al compromiso de enseñar química con criterios de sostenibilidad.

Introducción

El principal objetivo de la química verde (Anastas, 2000) es el diseño de productos y procesos químicos que reducen o eliminan la síntesis y uso de sustancias peligrosas y otros impactos perjudiciales para la salud humana y el medio ambiente. Los objetivos básicos de la Química Verde se fundamentan en los 12 principios formulados por Anastas. Los mayores esfuerzos investigativos de la Química Verde se han orientado hacia el área educativa, particularmente en el área de síntesis orgánica, buscando nuevas formas de activación de las reacciones (Miranda, 2012) y diseñando modelos de evaluación de los grados de verdor (Miranda, 2013; Ribeiro, 2012). Para la evaluación del grado de verdor de la síntesis inorgánica propuesta (Canal, 2009) se ha usado la métrica Escala Verde de acuerdo a la metodología sugerida por Miranda (2011). En la educación química también se ha usado la métrica Estrella Verde (Ribeiro, 2012). El caso estudiado corresponde a una práctica de laboratorio de Química Inorgánica a escala micro para un programa de pregrado en Química.

Metodología

Para evaluar el grado de verdor de este tipo de reacción empleando la Escala Verde, la construcción de la métrica comienza con un inventario de todas las sustancias involucradas. Luego se colecciona para cada sustancia la información sobre riesgos a la salud humana, el medio ambiente y accidentes químicos potenciales, de acuerdo a las fichas de seguridad y los símbolos indicativos del Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos (Ribeiro, 2014).

La herramienta metodológica que se usa en este trabajo (Miranda, 2011) es mixta: cualitativa, mediante un código de color y semicuantitativa, a través del uso de una escala numérica tipo Likert (**1-10**), indicada entre paréntesis. La herramienta de evaluación incluye el código de colores y la escala tipo Likert que va de totalmente café (**1**) a totalmente verde (**10**), como se observa en la Figura 1.

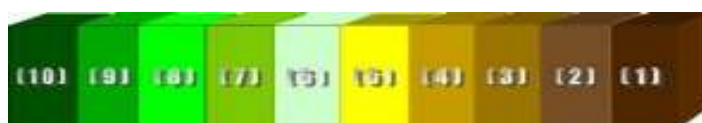


Figura 1. Código de color para evaluar un acercamiento verde

Para aplicar la métrica Escala Verde, primero se hace el diagrama de flujo del método experimental de la síntesis que se va a evaluar, luego se incluyen los pictogramas de los reactivos, solventes y residuos, después para cada paso experimental se muestra el principio de la Química Verde que se está evaluando y qué tan verde o café es su aplicación o incidencia en la escala del 1 al 10 conforme a lo mostrado en la Figura 1.

El esquema básico para evaluar el verdor de la reacción de síntesis propuesta, consta de los siguientes pasos: 1-Leer e interpretar el protocolo de la reacción a evaluar; 2-Dibujar la reacción general del proceso; 3-Construir un diagrama de flujo del método experimental; 4-Colocar para cada etapa experimental un cuadro que contenga un número que indique el principio que se abarca, y evaluar, mediante el código de color propuesto en la Figura 1, el grado de acercamiento verde;5-Incluir los pictogramas correspondientes a la toxicidad, inflamabilidad, corrosión y daño al medio ambiente, de todas las sustancias involucradas; 6-Elaborar la evaluación justificada en los Doce Principios de la Química Verde;7- Realizar la evaluación integral del acercamiento verde del proceso; 8- Presentar al final del diagrama de flujo experimental la evaluación total del proceso empleando la escala tipo Likert de asignación numérica y de color correspondiente. El diagrama de flujo se muestra en la figura 2.

A continuación se presenta la reacción química y el diagrama de flujo correspondiente para Mg:

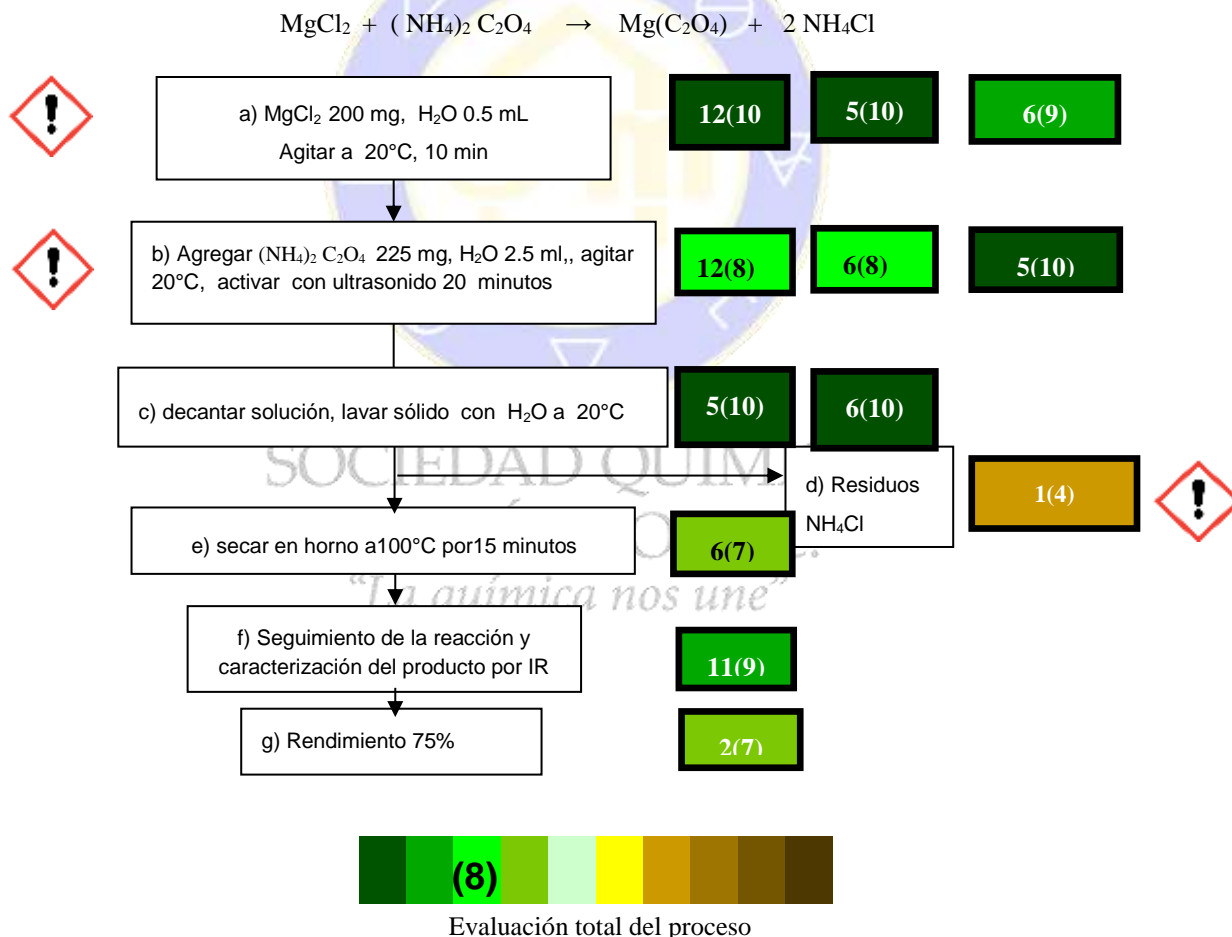


Figura 2 Diagrama de flujo del proceso

Resultados y Discusión

Se asignaron los valores de la evaluación del acercamiento verde de la reacción a cada uno de los pasos, como sigue: Paso a: El MgCl₂ no está catalogado como peligroso según la legislación de la Unión Europea ni para el ambiente ni para el ser humano, además como la cantidad usada es a

nivel de micro escala, este paso se califica como totalmente verde (10) con relación al principio 12. Se emplea agua como solvente, el cual es considerado como el mejor solvente verde. Por esta razón, se puede considerar esta parte del proceso con respecto al principio 5 como totalmente verde (10). En cuanto al diseño de la eficiencia energética, principio 6, el gasto energético es bajo, por ser la temperatura ambiente y el tiempo corto, por lo que es adecuado evaluarlo con un gran acercamiento verde (9); Paso b: El oxalato de amonio es nocivo para la salud pero no es considerado peligroso para el medio ambiente, además por su uso a escala micro, este paso se considera con muy buen acercamiento verde (8) con relación al principio 12. Con relación al diseño de la eficiencia energética, principio 6, dado que el tiempo de reacción no es prolongado y la temperatura es baja, es apropiado evaluarlo con un muy buen acercamiento verde (8). Se emplea agua como solvente, por esta razón, se puede considerar esta parte del proceso con respecto al principio 5 como totalmente verde (10). Paso c: La separación del sólido se hizo por decantación lavándolo con agua a temperatura ambiente. Por esta razón se considera esta parte del proceso con respecto al principio 5 (solvente) como totalmente verde (10). Con relación al diseño de la eficiencia energética, principio 6, dado que el tiempo de separación del sólido es corto y la temperatura es la ambiente, es apropiado evaluarlo como totalmente verde (10).

Paso d: El subproducto generado es NH_4Cl , catalogado como nocivo para la salud y el ambiente, pero como la cantidad obtenida es a nivel de micro escala, este paso se califica como ligeramente café (4) con relación al principio 1. Paso e: El producto se secó al horno a $100\text{ }^\circ\text{C}$ por 15 minutos, lo cual califica al proceso en cuanto al principio 6 con un buen acercamiento verde (7); Paso f: La caracterización del compuesto formado se hizo por espectroscopia infrarroja, lo cual califica al proceso en cuanto al principio 11 con un gran acercamiento verde (9); Paso g: Activando la reacción con ultrasonido la economía atómica es de 75%, lo que implica para el principio 2 un buen acercamiento verde (7).

La evaluación final se determinó mediante la sumatoria de todas las evaluaciones realizadas (102), la cual se divide entre el total de eventos realizados (12), obteniendo de esta forma la evaluación correspondiente para esta reacción, la cual se considera con un “muy buen acercamiento verde” (8).

Conclusiones

1- Después de revisar paso a paso el cumplimiento de los principios de La Química Verde, la evaluación del verdor dio como resultado “muy buen acercamiento verde”, con un valor numérico de 8 en la escala Likert para cada una de las reacciones con Mg, Ca y Sr.

2-El empleo de la escala micro, del solvente agua y de la temperatura ambiente, influyeron apreciablemente en el resultado “La química nos une”

3-El uso de ultrasonido como medio de activación produjo un aumento de 10% en la eficiencia de la reacción con Mg.

4-La metodología seguida permite al estudiante entender la aplicación de los principios de la química verde a una reacción química e identificar los riesgos para la salud y el ambiente.

5-Este trabajo ilustra una forma sencilla de introducir la Química Verde en el currículo de Química Inorgánica a nivel de laboratorio, contribuyendo a la educación para el desarrollo sostenible.

Bibliografía

Anastas, P.T.;Heine,L. G.;Williamson, T.C. *Green Chemical Syntheses and Processes*; American Chemical Society: Washington , DC. 2000.

Canal,J.P. *An Inorganic Green Chemistry Experiment: The Preparation and Analysis of Group II Metal Oxalate Hydrates*. *Chem. Educator*.2009, 14, 26-29.

Miranda, R. *Qué tan verde es un experimento?* *Edu. Quim.* 22, 214-248.2011

Miranda R. *Química Verde Experimental*. Primera Edición .Universidad Nacional Autónoma de México. **2012**.

Miranda, R.. *Química Verde: Un tema de presente y futuro para la educación de la química*. *Educ.Quim.*, 24,94-95,**2013**.

Miranda R. *Química Verde: Una vía para contribuir a la sostenibilidad*” 51° Congreso Mexicano de Química. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. Septiembre 28-Octubre 2.Pachuca, México. **2016**.

Ribeiro, M. Gabriela T.; Machado A. *Novas Metricas Holisticas Para Avaliacao da Verduras de reacoes de sintese em laboratorio*. A.S.C. Quim Nova, **2012**, 35, 1879-1883.Ribeiro, M. Gabriela T.; Yunes, S.F.;Machado A. J. *Assessing the Greenness of Chemical Reactions in the Laboratory Using Updated Holistic Graphic Metrics Based on the Globally Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals*. J.Chem. Educ. **2014**, 91, 1901-1908.



SOCIEDAD QUÍMICA
DE MÉXICO, A.C.
“La química nos une”

Rediseño de la Metodología Experimental hacia la Química Verde de las Nitraciones en Anillos Aromáticos PAPIME PE210618.

Judith García Arellanes, María del Pilar Castañeda Arriaga, Bernardo Francisco Torres, René Miranda Ruvalcaba, María Olivia Noguez Córdova, Gabriel Arturo Arroyo Razo.

UNAM Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán Campo 1, Edificio L-1, Lab. L-122. Av. 1ro de mayo s/n, esquina con Av. del vidrio, Colonia Santa María de las Torres, Cuautitlán Izcalli, Estado de México, C.P. 54740. Correo: maestra3judithgarcia@hotmail.com

Resumen

Los anillos se pueden nitrar generalmente con una mezcla de HNO_3 y H_2SO_4 concentrados, este proceso es realmente importante para la industria de los explosivos, pigmentos y farmacia, pero genera residuos muy corrosivos y tóxicos y desafortunadamente estos mismos reactivos se emplean en los laboratorios de docencia, de esto resulta el interés por rediseñar las prácticas que emplean estos reactivos y en lugar de estos, utilizar reactivos más amigables con el ambiente, como lo son los nitrato metálicos y el ácido acético, también es importante emplear la microescala y las fuentes alternas de activación como la triboquímica, la irradiación infrarroja, las microondas y así tener buenos acercamientos verdes, optimizar y economizar los recursos materiales y por ende monetarios y estar acorde con la filosofía de la Química Verde.

La Química Verde es la química para la prevención de la contaminación. Se ha definido como el diseño, la manufactura y el uso de sustancias químicas y procesos que reducen o eliminan el uso o la generación de residuos y productos nocivos para el medio ambiente.

La Química Verde, en sus diferentes vertientes, es un ámbito científico actual, innovador y en rápido desarrollo alrededor del mundo que utiliza principios químicos que garantizan no solamente el logro de los objetivos económicos de las industrias, sino también los objetivos de calidad ambiental.

Esta orientación de la ciencia juega un papel decisivo para reducir la contaminación y simultáneamente asegurar el desarrollo competitivo industrial, porque sus objetivos básicos son la minimización del flujo de materia desde los recursos naturales hasta los procesos productivos de la economía humana, el incremento de la selectividad de los procesos sintéticos, la reducción del uso de la energía, la disminución de la dispersión de contaminantes que dañan la capa de ozono o son persistentes y bioacumulables. Algunas de sus metas por alcanzar son las siguientes:

- Rutas sintéticas de bajo impacto ambiental: para proporcionar nuevas síntesis que reduzcan, en su conjunto, el uso intensivo de materias primas, energía y la formación de residuos, especialmente aquellos que son más tóxicos o difíciles de tratar.
- Sustitución de los disolventes orgánicos: que no sean inflamables, ni tóxicos.
- Generar reacciones en ausencia de disolventes.
- Reactivos "verdes": sustituyendo reactivos peligrosos por otros más benignos.
- Productos químicos más seguros: reduciendo la toxicidad de una molécula sin sacrificar la eficacia de su función.
- Materias primas renovables: utilizando materias primas que reduzcan su impacto ambiental.

Con relación a lo anterior, actualmente estamos desarrollando un nuevo manual de prácticas para la enseñanza experimental de la Química Orgánica, integrando tanto los conceptos fundamentales de los principios de la Química Verde, así como la aplicación de la microescala y las diversas fuentes de activación de reacciones, asimismo se incluirá una propuesta fundamentada en donde se analice "Que tan verde es una metodología o proceso" porque es revelador analizar, evaluar y visualizar que tan benignos son los procedimientos experimentales relacionados con las áreas de la química.

Porque además dentro de esta propuesta con enfoque en la Química Verde, se enmarcara que la enseñanza tanto teórica como experimental debe propiciar la utilización racional de recursos, hacer conciencia sobre la contaminación y conservación del medio ambiente, desarrollar capacidades para trabajar en el laboratorio con mayor precisión, reducir la cantidad de residuos, sustancias tóxicas y accidentes, fomentar la creatividad e inventiva, tomar conciencia que la eficiencia del proceso influye sobre el costo monetario de los experimentos y finalmente integrar interdisciplinariamente la enseñanza experimental.

Así con todos estos conceptos integrar y proveer a la UNAM-FESC y en particular para la Sección de Química Orgánica, un Manual de Química Orgánica Verde, porque con esto se resolvería el inconveniente de que la Sección de Química Orgánica de la UNAM-FESC se sigan realizando los mismos experimentos de antaño, con todo lo que eso con lleva, despilfarro de reactivos, disolventes y material diverso y lo peor de todo es que se sigue poniendo en riesgo la seguridad de la comunidad universitaria involucrada en los laboratorios y se continua generando una gran cantidad de residuos peligrosos y por lo tanto contaminantes del medio ambiente.

Por otro lado, una de las reacciones más importante de los compuestos aromáticos es la sustitución electrofílica aromática, esto es, un electrófilo (E^+) reacciona con un anillo aromático y sustituye uno de los hidrógenos.

Mediante este tipo de reacción es posible anexar distintos sustituyentes al anillo aromático, se le puede halogenar, nitrar sulfonar, alquilar etc.

Nitración Aromática: Los anillos se pueden nitrar con una mezcla de ácido nítrico y ácido sulfúrico concentrados. Se piensa que el electrófilo es el ion nitronio, NO_2^+ , que se genera a partir del ácido nítrico, por protonación y pérdida de H_2O . Este reacciona con el anillo aromático generando un carbocatión intermediario, cuando este sistema pierde un protón se regenera la aromaticidad y se obtiene la nitración sobre el anillo aromático como producto de sustitución, este proceso es realmente importante para la industria: de los explosivos, de los pigmentos y farmacéutica.

Por eso al trabajar rigiéndonos por la filosofía de la química verde nos propusimos transformar esta práctica utilizando reactivos menos dañinos para el ambiente como lo son las sales metálicas de nitrato, en esta ocasión utilizamos el nitrato de magnesio y el ácido acético glacial, y como fuente de energía un baño María. Como resultado de esta propuesta se obtuvo la nitración de varios sistemas aromáticos, con buenos rendimientos y condiciones de reacción muy amigables con el medio ambiente.

Desarrollo Experimental

Es conveniente mencionar que se han rediseñado las prácticas para la obtención de: ácido pícrico(trinitrofenol), ácido 2-hidroxi-5-nitrobenzoico, 2-nitrotiofeno, 4-nitroanilina, *p*-nitroacetanilida y solo para ejemplificar se desarrollará la nitración del ácido salicílico.

Método convencional, obtención del nitrobenzeno.

Para tener un punto de comparación, en primera instancia se desarrolló el método de nitración con la mezcla sulfonítrica y benceno: Para recordar cómo se lleva a cabo esta práctica y por motivo de ahorro de espacio, me permito poner solo la primera parte de la práctica: Coloque 10 g (7 mL.) de ácido nítrico concentrado en un matraz de bola de 100 mL. y póngalo en baño de hielo. Agregue en porciones y agitando, 7.4 g (8 mL.) de ácido sulfúrico concentrado. Ponga un termómetro en la mezcla ácida, agregue 5.2 g (6 mL.) de benceno en porciones de 2 mL. Agite el matraz perfectamente después de cada adición cuidando que la temperatura no exceda los 55 °C (enfriando en baño de agua o hielo-agua de ser necesario). Cuando se ha agregado todo el benceno, adapte un condensador a reflujo al matraz y caliente (mechero Bunsen) en baño de agua manteniendo la temperatura a 60 °C durante 40-45 minutos, agitando vigorosamente de vez en cuando.

La parte final: Filtre el precipitado, reciba el filtrado en un matraz de bola de 50 mL con un refrigerante de aire. Destile y colecte la fracción entre 206 y 211 °C. Deje residuo y no permita que la mezcla rebase los

214 °C, pues podría haber *m*-dinitrobenceno o compuestos polinitrados mayores que pueden provocar una explosión.

Método verde, obtención del ácido 2-hidroxi-5-nitrobenzoico:

Colocar en un matraz Erlenmeyer de 25 mL, 2 mL de ácido acético y 0.5 g de nitrato de magnesio, calentar en baño maría hasta disolver, una vez disuelto el nitrato, agregar 0.3 g de ácido salicílico (como sustrato aromático), se tapa con una bolita de algodón y se mantiene con agitación hasta tener una coloración rojo intenso, si esto no ocurre calentar a baño María(50 a 60 °C) hasta obtener la coloración indicada, después de lo anterior introducir el matraz en baño de hielo (al hielo se le adiciona sal o acetona) y agregarle 10 mL de agua helada, observar la formación de los cristales, filtrar y lavar los cristales con la mínima cantidad de agua fría (hasta quitar la coloración rojiza), secar, pesar el producto para obtener su rendimiento y punto de fusión.

Agradecimiento: DGAPA PAPIME PE210618 Y FESC PIAPIME 2017 ID 2.12.15.17

Método Convencional (Sustancias): Análisis de costos para la nitración del benceno

Sustancia	Por Kg o L	Por Equipo	Por Grupo (prom. 8 equipos)	Por Curso 5 Licenciaturas (2 gpos por Lic.)
Benceno	\$1,378.00	48 mL	\$66.00	\$528.00
H ₂ SO ₄	\$629.00	64 mL	\$40.0	\$320.00
HNO ₃	\$1,555.00	56 mL	\$87.00	\$696.00
CaCl ₂	\$1,748.00	8 G	\$14.0	\$112.00
Total		\$207.00	\$1,656.00	\$16,560.00

Método Verde (Sustancias): Análisis de costos para la nitración del ácido salicílico

Sustancia	Kg o L	Por Equipo	Por Grupo (prom. 8 equipos)	Por Curso 5 Licenciaturas (2 gpos por Lic.)
Ácido salicílico	\$2,762.5	2.4 G	\$6.60	\$52.8
Ácido acético	\$292.00	16 mL	\$4.60	\$36.8
Mg(NO ₃) ₂	\$2,627.00	4 G	\$10.50	\$84.0
Total		\$18.1	\$144.8	\$1,736.00

Comparación General

Rubro	Método Convencional	Método Verde
	8 equipos x 10 grupos/semestre	8 equipos x 10 grupos/semestre
Costo de reactivos	\$ 16,560.00	\$ 1,448.00
Cantidad de agua residual	480 L	1.6 L
Energía	Mayor(6,400 min de uso de gas LP)	Menor(800 min electricidad)
Residuos	Mezcla sulfonítrica 1.0 L, benceno 1.6 L, dinitrobenzenos o compuestos polinitrados (0.2 L)(Tóxicos)	Solución en agua de ácidos salicílico-acético y nitrato de magnesio(No Tóxicos)
Costo del equipo	El laboratorio cuenta con lo necesarios	Se cuenta con lo necesarios
Tiempo (experimental)	200 min	25 min
Riesgo (PÓLIZAS)	mayor	menor
Espacio de bodega	Grande	Pequeño
Que tan verdes son*	Totalmente Café	Totalmente verde

*Que tan verdes son los experimentos, este análisis se basa en la escala de medida tomada del artículo publicado en la revista de Educación Química **XXII**, 240-248, 2011 por Morales *et al.*

Discusión y Conclusiones

Como podemos observar un simple cambio de visión para ejemplificar una nitración, hace una gran diferencia, en la que pasamos de la utilización de sustancias altamente corrosivas y tóxicas, además empleadas en gran cantidad y por lo tanto residuos que tratar, además de generar una cantidad excesiva de gastos como lo son: sustancias, agua, energía, tiempo y por lo tanto económicas, dándonos un proceso experimental totalmente café; mientras que la alternativa que proponemos es un proceso totalmente verde, ya que subsana prácticamente todos los rubros anteriores, los residuos son inocuos, no hay desperdicio de agua, economiza energía y por lo tanto se economiza dinero, que puede ser utilizado para tener mejor infraestructura, transformar los manuales y mejorar las condiciones de seguridad en los laboratorios.