

2022

Colección Memorias de los Congresos de la Sociedad Química de México

Congreso Internacional de
la Sociedad Química de
México 2022:

*"Una Química: Muchas
voces"*

29 de agosto al 2 de septiembre

Modalidad Híbrida

Mérida, Yucatán, México



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

Sociedad Química de México, A.C
Ciudad de México
Publicación anual

ISSN 2448-914X
Versión digital
www.sqm.org.mx



CONGRESO INTERNACIONAL de la Sociedad Química de México 2022

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



UADY
UNIVERSIDAD
AUTÓNOMA
DE YUCATÁN



CONACYT
Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología
Proyecto No. 31762

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Créditos

Presidente de la Sociedad Química de México, A.C.
Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo

Presidente Nacional electo y Presidente de Congresos
Dr. David Quintanar Guerrero

Coordinador del CISQM2022
Dr. Alfonso Ramón García Márquez

Presidente del Comité Local del CISQM2022
M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza

Autoridades de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Yucatán

M. en C. Amílcar Ramsés Aguilar González. Director

Dr. Gumersindo Mirón López. Secretario Académico

Dr. Víctor Emilio Arana Argáez. Jefe de la Unidad de Posgrado e Investigación

Q.B.B. Reyna Gabriela Baas Valdez. Secretaria Administrativa

M.I. Jasmín Salett Novelo Castilla. Coordinadora de Licenciatura en QFB

Comité Organizador, Sociedad Química de México

- Dr. Alberto Vela Amieva
- Dr. Alfonso Ramón García Márquez
- Dra. Annia Galano Jiménez
- Dr. David Quintanar Guerrero
- Dra. Delia Quintana Zavala
- Dr. Eduardo González Zamora

- Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo
- M. en C. Marcela Castillo Figa
- Dra. María Olivia Noguez Córdova
- Dra. Mariana Ortiz Reynoso
- M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza

Comité Organizador Local del Congreso

M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza
Dra. Tania Isolina Coral Martínez
Dr. Rolando David Cáceres Castillo
M. en C. José Rafael López Cetz
Dr. Rubén Marrero Carballo
Dra. Zhelmy del Rocío Martín Quintal
Dr. Gonzalo Joaquín Mena Rejón

Dr. Ramiro Felipe Quijano Quiñones
Dra. Reyna Rendón Osorio
Dr. Miguel Arcadio Rosado Mendoza
Dra. Durcy Verenice Ruiz Ciau
M. en C. Pablo Manuel Sansores Peraza
M. en C. Lorena Evangelina Porras Suárez

Comité Científico Evaluador

Lic. en C. BQ. BM Abigail Garcia Radilla
Dr. Alberto Vela Amieva
Dr. Alejandro Islas Jácome
Dr. Alfonso Ramón García Márquez
Dr Ana Sofia Varela Gasque
Dr Annia Galano
Dr. Antonio Reina Tapia
Dr. David Cáceres
Dr. David Morales-Morales

Dr. David Quintanar Guerrero
Dra. Delia Quintana Zavala
Dr. Edilso F. Reguera
Dr. en C. y T.F. Edna Teresa Alcantara Fierro
Dr. Eduardo González Zamora
Dr. Francisco Javier Garfias Vásquez
Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo
Dr. Gonzalo Joaquín Mena Rejón
Dr. Ignacio González Martínez

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Dr. Jorge Martín del Campo Ramírez
Dr. José Francisco Gómez García
Dr. Juventino Jose Garcia Alejandre
M en C. Lucia del Carmen Márquez Alonso
Dr. Luis Fernando Olguín Contreras
Dr. Marco Polo Jiménez Segura

Dra. María de los Angeles Cornejo Villegas
Dra. María Olivia Noguez Córdova
Dra. en F. y T.F. Mariana Ortiz Reynoso
Dr. Ramiro Felipe Quijano Quiñones
Dr. Violeta Mugica Álvarez
M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza

Expertos/Conferencistas

- PhD. Rebeca López-García Gómez-Deses, Global Head of Regulatory Affairs, Mori; Director of Logre International Food Science Consulting; Board Member Future Tundra Holdings.
- Prof. Rodolfo Lavilla, Full Professor of Organic and Medicinal Chemistry, Faculty of Pharmacy, Medicinal Chemistry & Pharmacology, University of Barcelona & Institute of Biomedicine (IBUB).
- Prof. Germán Salazar Alvarez, Senior Lecturer/Associate, Professor of the Department of Materials Science and Engineering, Solid State Physics Uppsala Universitet.
- Prof. Noemi Waksman Minsky, Investigadora de la Facultad de Medicina, Universidad Autónoma de Nuevo León.
- Prof. Jieping Zhu, Professor of chemistry; Head of the Laboratory of Synthesis and Natural Products, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL).
- Dr. Felipe León Olivares. Escuela Nacional Preparatoria, plantel 1 "Gabino Barreda", Universidad Nacional Autónoma de México.
- Prof. Adrian E. Roitberg, Full Professor of the Department of Chemistry, University of Florida.
- Dr. José Luis Gázquez Mateos, Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.
- Dr. Marcelo Galván Espinosa, Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.
- Prof. Weitao Yang, Department of Chemistry, Department of Physics, Duke University, USA.
- Prof. Paul Ayers, Faculty of Science, Department of Chemistry & Chemical Biology, McMaster University.
- Dr. Leobardo Manuel Gómez Oliván, Profesor Investigador, Laboratorio de Toxicología Ambiental, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México. Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas.
- Dra. María de la Luz Zambrano Zaragoza, Facultad de Estudios Superiores- Cuautitlán, Universidad Nacional Autónoma de México. Premio Nacional de Química "Andres Manuel del Río", área Tecnológica, categoría Desarrollo Tecnológico, edición 2022.
- M. en C. Francisca Johana Aguilar Costilla, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Premio a la Mejor Tesis de Maestría "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022.
- Dr. en C. José Abraham Colin Molina, Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México. Premio a la Mejor Tesis de Doctorado "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022.
- Gabriela Guerra Rey, escritora, periodista y editora cubano-mexicana.
- Mtra. Miroslava María Talavera Vázquez, Gestor de Proyectos y Analista en Inteligencia de Mercados Oficina de Transferencia de Tecnología Dirección de Gestión Tecnológica del Centro de Investigación Científica de Yucatán.
- Mtro. Francisco Javier García Villalobos, Centro de Investigación Científica de Yucatán.
- Dra. María José Dávila Rodríguez, Customer Consultant, ELSEVIER | Life Sciences – Latam.
- M. en C. José Pablo Montoya Ángel. Responsable de la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT), Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.
- I.Q. Fernando Hilerio Flores, Gerente de Desarrollo de Negocios, BUCHI Latinoamérica.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

- Eleazar Rojas Santiago, GC/MS & ICP/MS
Applications Scientist, Agilent Technologies México.

Moderadores

Dr Alfonso Ramón García Márquez
Dr. Alberto Vela Amieva
Dra. Annia Galano Jiménez
Dr. David Cáceres
Dr. Eduardo González Zamora
Dr. Gabriel E. Cuevas González-Bravo
Dr. Gonzalo Mena
M. en C. Guillermo Roura Pérez

Dr. Marcelo Galván Espinosa
Dra. Mariana Ortiz Reynoso
Dr. Ramiro Felipe Quijano Quiñones
Dr. Rubén Marrero
Director operativo Raúl Vázquez Cassani
M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza

Concurso Nacional de Carteles Estudiantiles (CNCE)

Presidenta Honoraria

M. en C. Natalia E. de la Torre Aceves, FQ - UNAM

Presidente de la Comisión del CNCE en el CISQM2022

Dr. David Quintanar Guerrero, FESC - UNAM

Coordinadores la Comisión del CNCE

M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza, FQ-UADY
Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo, IQ-UNAM

Comité Evaluador del CNCE

Dr Alfonso Ramón García Márquez, FQ-UNAM
Dr. David Cáceres, FQ-UADY
Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González-Bravo, IQ-UNAM
Dr. Gonzalo Mena, FQ-UADY

Dr. Rubén Marrero, FQ-UADY
Dra. Violeta Mugica Álvarez, UAM-Azc
M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza, FQ-UADY

Administración, Logística, Planeación, Soporte Técnico, Difusión, Publicación

Adriana Vázquez Aguirre
Alejandro Nava Sierra
Claudia Adriana Martínez Reyes
Mauricio Vargas Hernández

Diseño

Alejandro Nava Sierra
Adriana Vázquez Aguirre

Maquetación Programa CISQM2022

Adriana Vázquez Aguirre

Maquetación y Diseño de la Colección de Memorias del CISQM2022

Alejandro Nava Sierra

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

La Sociedad Química de México, A.C. (SQM), emplea los términos alumnos, jóvenes, académicos, etc., aludiendo a ambos géneros con la finalidad de facilitar la lectura; sin embargo, este criterio editorial no determina el compromiso que la SQM asume para consolidar la equidad de género. Los autores son los únicos responsables del material que utilizan en sus respectivos trabajos (imágenes, referencias, etc.), debiendo respetar siempre los derechos de autor de terceras personas.

CONGRESO INTERNACIONAL de la Sociedad Química de México 2022

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



ÍNDICE

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

ÍNDICE

TIPOS DE PARTICIPACIÓN	XVI
TIPOS DE CONTRIBUCIÓN	XVI
TEMÁTICAS Y CLAVES	XVI
SPONSORS	XVII
EXPERTOS / CONFERENCISTAS	XVIII
PROGRAMA COMPLETO	XXI
PROGRAMA DÍA 1 LUNES 29 DE AGOSTO	XXII
PROGRAMA DÍA 2 MARTES 30 DE AGOSTO	XXIII
PROGRAMA DÍA 3 MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO	XXIV
PROGRAMA DÍA 4 JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE	XXV
PROGRAMA DÍA 5 VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE	XXVI
SALAS CENTRO CULTURAL UNIVERSITARIO	XXVII
PLENARIA	XXVIII
"LA CIENCIA Y LA TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS AL SERVICIO DE LA HUMANIDAD"	XXVIII
PLENARIA	XXVIII
"TOWARDS A SUSTAINABLE EXPLORATION OF THE CHEMICAL SPACE. MULTICOMPONENT REACTIONS WITH HETEROCYCLES: NEW PROCESSES, NOVEL SCAFFOLDS AND BIOMED APPLICATIONS"	XXIX
PLENARIA	XXIX
"ASSEMBLING IRON OXIDE NANOPARTICLES INTO MESOCRYSTALS: TIME RESOLVED STUDIES"	XXX
PLENARIA	XXX
"TURNERA DIFFUSA (DAMIANA) PROPIEDADES BIOLÓGICAS, COMPUESTOS AISLADOS Y MÉTODOS ANALÍTICOS DESARROLLADOS"	XXXI
PLENARIA	XXXI
"CATALYTIC ENANTIOSELECTIVE 1,2-REARRANGEMENT"	XXXIII
PLENARIA	XXXIII
"JESÚS ROMO ARMERÍA: PIONERO DE LA INVESTIGACIÓN QUÍMICA EN MÉXICO"	XXXIV
PLENARIA	XXXIV
"MACHINE LEARNING FOR ACCURATE ENERGIES AND FORCES IN MOLECULAR SYSTEMS. USES IN CONFORMATIONAL SEARCHES AND FREE ENERGY CALCULATIONS."	XXXV
CONFERENCIA	XXXV
Presentación Oficial de la Tabla Periódica Digital de la Sociedad Química de México	XXXVI
CONFERENCIA	XXXVI
"IMPLICACIONES DE LA NANOTECNOLOGÍA EN EL PROCESAMIENTO, CONSERVACIÓN Y ENVASADO DE ALIMENTOS"	XXXVII

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

CONFERENCIA	XXXVIII
"SÍNTESIS Y REACCIONES DE AZIDAS AROMÁTICAS FLUORADAS Y/O NITRADAS"	
CONFERENCIA	
"HACIA LA CONSTRUCCIÓN DE MÁQUINAS MOLECULARES BASADAS EN DERIVADOS DE CARBAZOL: RELACIÓN ENTRE LA ESTRUCTURA CRISTALINA Y EL MOVIMIENTO ROTACIONAL INTRAMOLECULAR"	XXXIX
CONFERENCIA	
"CONSEJO MEXICANO DE CERTIFICACIÓN DE PROFESIONALES DE LAS CIENCIAS QUÍMICO FARMACÉUTICAS. COMECEP"	XL
SIMPOSIO	XLI
"EN HOMENAJE AL PROF. JOSÉ LUIS GÁZQUEZ MATEOS"	
"Some Applications of Softness in Electrochemistry"	XLI
"Conceptual Density Functional Theory for Interacting Species"	XLII
"Describing Chemical Reactivity with Frontier Molecular Orbitals"	XLIII
TERTULIA LITERARIA	XLIV
TALLER	
"UNIDAD DE DESARROLLO TECNOLÓGICO: VINCULACIÓN PARA DESARROLLO, TRANSFERENCIA Y SOPORTE TECNOLÓGICO"	XLV
TALLER	
"¿CÓMO CONVERTIR TU TESIS EN ARTÍCULO?"	XLVI
TALLER	
"EVALUACIÓN DEL NIVEL DE MADURACIÓN DE PROYECTOS TECNOLÓGICOS"	XLVIII
PLATICA DE SPONSORS	
"DIFERENTES ANÁLISIS REQUIEREN DIFERENTES SOLUCIONES NUEVAS OPCIONES EN TECNOLOGÍA GC/MS ¿CÓMO DIFERENCIAR UNA MEJOR ESTRATEGIA?"	L
PLATICA DE SPONSORS	
"AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS POR CROMATOGRFÍA PREPARATIVA"	LI
PLATICA DE SPONSORS	
"¿CÓMO REAXYS ACADEMIC EDITION APOYA EL ALCANCE DE LOS ODS?"	LII
PLATICA DE SPONSORS	LIII
ZONA DE SPONSORS	LIV
Centro Cultural Universitario	
SPONSORS	
Universidad Autónoma de Yucatán	LV
Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Conacyt)	LV
SCIEX	LV
Agilent Technologies	LV
Falcón División Analítica	LVI

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Instrumentación y Servicios Analíticos, S.A de C.V.	LVI
JEOL	LVI
BÜCHI	LVI
Elsevier	LVI
Jaru Servicios Especializados de Alcance Internacional S.A. de C.V.	LVI
Bruker	LVII
Meriequipos S. A. de C. V.	LVII
Shoperya	LVII
Galletas Dondé	LVIII
PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS PRESENTACIONES ORALES	
SESIÓN 1A	LXIX
SESIÓN 1B	LXIX
SESIÓN 2A	LX
SESIÓN 2B	LX
SESIÓN 3A	LXI
SESIÓN 3B	LXI
SESIÓN 4A	LXII
SESIÓN 4B	LXII
SESIÓN 5A	LXIII
SESIÓN 5B	LXIII
SESIÓN 6A	LXIV
SESIÓN 6B	LXIV
PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS	
SESIÓN 1 CARTELES ESTUDIANTILES MODALIDAD PRESENCIAL	LXV
PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS	
SESIÓN 1 CARTELES ESTUDIANTILES MODALIDAD VIRTUAL	LXVI
PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS	
SESIÓN 2 CARTELES PROFESIONALES MODALIDAD VIRTUAL	LXVIII
PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS	
SESIÓN 3 CARTELES PROFESIONALES MODALIDAD PRESENCIAL	LXXI
PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS	
SESIÓN 1 QUÍMICA FLASH	LXXIV
PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS	
SESIÓN 2 QUÍMICA FLASH	LXXIV
SPONSORS	LXXV

DESARROLLO DE METODOLOGÍAS. ABRIENDO PUERTAS A NUEVAS METODOLOGÍAS –
AP

2

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Estandarización de la curva de densidad tumoral para inducir metástasis de células de cáncer de mama hacia pulmón en modelo de ratón Balb/c	7
Determinación del contenido de glicerol y humedad en glicerina cruda por espectroscopia de infrarrojo cercano (FT-NIR)	8
Desarrollo y validación de dispositivos impresos en 3D para la determinación de fármacos antiinflamatorios no esteroideos (AINEs) en muestras de agua por métodos cromatográficos	14 21
Study of calibration curve and sensitivity for Li ₆ MgZr ₃ O ₁₀ by FAAS	
Estandarización de un modelo de rasgado para evaluar procesos de migración de células troncales mesenquimales en presencia de un ambiente cardíaco hipóxico en comparación de un normóxico	26 27
Estrategia computacional para el diseño de fármacos multifuncionales. Caso de estudio: Edaravone	32
Desarrollo de metodología analítica miniaturizada para la determinación de atrazina y simazina en tortilla de maíz	38
Aplicación de nanopartículas de AgInS ₂ /ZnS en la determinación de acrilamida en frituras mediante espectroscopia de fluorescencia	43
Síntesis de pirrolizinas por cicloadición dipolar-1,3 intramolecular de nitronas a partir de N-alenilpirroles	
Chemical multiverses: A novel view of the chemical space	
CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DEVELANDO ESTRUCTURAS - DE	
Determination of the crystal structure of the new complex oxide Li ₆ ZnZr ₃ O ₁₀	49
Caracterización de Recubrimientos Químicos Compuestos de Níquel mediante Microscopía Interferométrica	56
Sustrato SERS removable para el estudio del patrimonio cultural: síntesis y caracterización	61 66
Antioxidants into nopal (<i>Opuntia ficus-indica</i>), important inhibitors of free radicals' formation	72
Estudio de la influencia del impedimento estérico en la barrera energética rotacional del 2,2,3,3-tetrametilbutano	
ENERGÍA. TRANSFORMANDO AL MUNDO UN KJ A LA VEZ- JJ	
Aumento de la producción de hidrógeno en fermentación oscura por medio de la extracción de ácidos carboxílicos	78 79

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Efecto de la concentración de Mn como dopante en Cuprato de litio como cátodo para baterías de ion litio	84
Synthesis of NiMn layered double hydroxides/N-doped carbon composites as bifunctional electrocatalysts	
Fabricación y caracterización de películas absorbedoras de Cu(In,Ga)Se ₂ elaboradas mediante electrodeposición, utilizando diversas sales metálicas, para la construcción de celdas solares	85
INDUSTRIA Y PROCESOS. DEL LABORATORIO A TUS MANOS- LM	
Desarrollo de un co-procesado de un fármaco antimicótico de velocidad de disolución mejorada mediante la técnica de granulación por fusión en un mezclador de alto corte	92
MATERIALES Y CATÁLISIS. POR UN PLANETA MÁS EFICIENTE- PE	
Polímeros: Innovación como nanoacarreadores de fármacos hidrofóbicos	94
Desarrollo de sensores amperométricos de glucosa basados en nanocompuestos de GO-NiO	95
Estudio de propiedades de titanato de calcio (CaTiO ₃) vía experimental y por DFT	100
Alcoxicarbonilación de 3-Alil-2-hidroxi-naftoquinona: Síntesis regioselectiva de esteres ramificados	105
Síntesis de nanocristales de perovskita de haluro (CsPbX ₃) estabilizados por ligantes zwitteriónicos de tipo sulfobetaina	110
Alcoxicarbonilación regioselectiva de 2-Alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona catalizada por paladio	111
Preparación de un catalizador heterogéneo cobre (I)-quitosano y evaluación de su actividad catalítica	117
Propiedades optoelectrónicas y mecánicas de titanitas sintéticas (CaTiSiO ₅)	123
Mejoramiento de la actividad fotocatalítica de CeO ₂ mediante el uso de urea como combustible	128
Inserción de Zn ²⁺ en Al ₂ O ₃ sintetizado por el método sol-gel con actividad fotocatalítica en la mineralización de compuestos fenólicos	133
Efecto de la temperatura de calcinación en nanovarillas de MnO ₂ para la Reacción de Reducción Oxígeno (ORR)	137
Puntos cuánticos dopados con plata y cobre: propiedades antimicrobianas	142
Efecto de la incorporación de nanotubos de carbono en ánodos para celdas solares sensibilizadas con colorante	145

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PRODUCTOS NATURALES. LO QUE OBTENEMOS DE LA MADRE NATURALEZA- PN

Hidrólisis química de las fracciones de vaina de mezquite en la obtención de azúcares reductores para la fermentación	151
Análisis comparativo de dos métodos cuantitativos en la extracción tánica de la corteza de <i>Quercus</i>	157
Combinación de Linezolid y <i>Larrea tridentata</i> contra SARM	158
La chaya aminora el daño provocado por la exposición a Arsénico	161
Síntesis y caracterización de nanopartículas de oro preparadas con extracto de <i>Eucalyptus globulus</i> como antioxidantes naturales	164
Aprovechamiento de las ondas ultrasónicas en la preparación de derivados tipo éster del ácido 2 α -hidroxieperuico	169
Comparación del potencial nutracéutico en hojas de kiwi bajo diferentes condiciones de secado	175
Actividad anticancerígena <i>in vitro</i> de análogos del ácido <i>meso</i> -dihidroguaiarético	176
Platillos tradicionales preparados a base de begonias	177
Análisis de la reactividad de los hidroxilos C-2 y C-3 del ácido alfitólico	181
Estudio de interacciones intramoleculares en derivados de damnacantal y su relación con sus propiedades ópticas	184

MEDIO AMBIENTE. PROTEGIENDO AL PLANETA- PP

Determinación de la abundancia de emisores gamma en ladrillos producidos en el municipio de Guadalupe, Zcatecas, México	190
Evaluación de las tendencias tecnológicas orientadas a la biodegradación de polímeros persistentes a partir de la inteligencia tecnológica	196
Análisis Fisicoquímico de aguas residuales emitidos desde la Zona Industrial del distrito de Paramonga-Perú al Océano Pacífico	197
Uso de tensoactivos para el estudio de retención de contaminantes	198
Aplicación de campos eléctricos en la fisicoquímica de la desorción de una mezcla de hidrocarburos y tensoactivos: dodecilsulfato de sodio (SDS), sobre grafito: un estudio por dinámica molecular	199
Perfil proteico por SDS-PAGE 1D de extractos celulares de <i>Selenastrun capricornutum</i> con actividad para degradar benzo(a)pireno	200
Efecto de la fuerza iónica y co-iones sobre la biosorción de níquel divalente a partir de soluciones acuosas por la cáscara de la bellota de encino <i>Quercus crassipes</i> Humb. & Bonpl.	207
Biosorción de cobre a partir de soluciones acuosas por la cabeza de camarón	208
	209

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Determinación de Hidrocarburos Policíclicos Aromáticos y Carbono Orgánico, Carbono Elemental presentes en partículas PM2.5 de dos sitios de la Ciudad de México	213
Obtención de una Nanoemulsión orgánica basada en aceites esenciales de <i>Eucalyptus globulus</i> y <i>Thymus vulgaris</i>	220
Base de Datos (1984-2022) de Composición Química de Sargazo: Análisis elemental	
Remoción eficiente de Cu (II) en solución acuosa empleando tereftalohidrazida obtenida a partir de la degradación de PET de desecho asistida por ultrasonido	230
Identificación de Microplásticos en Agua, Sedimento y Peces de las Ciénagas San Juan De Tocagua y Luruaco (Atlántico, Colombia)	231
Identificación de potenciales inhibidores peptidomiméticos dirigidos a M ^{pro} del SARS-CoV-2 a través del modelado farmacofórico basado en estructura	232
Determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en muestras acuosas usando poliestireno reciclado aplicado en extracción en fase sólida en punta de pipeta mediante HPLC-FLD	236
OTROS TEMAS DE QUÍMICA. LA QUÍMICA EN TODAS PARTES- QP	
Actividad enzimática de HNL de semillas de <i>Pouteria sapota</i> (Mamey) inmovilizada sobre celita	243
Inmovilización de HNL de semilla de <i>Pouteria sapota</i> (Mamey) para la obtención de (R)-mandelonitrilo	248
Medición y modelado de espectros de resonancia magnética nuclear en complejos de platino y oro con inclusión de efectos relativistas	253
Preparación de copolímeros tipo estrella/ramificados vía RAFT de PNVCL y PNIPAM con respuesta doble a la temperatura	254
Estudio computacional del proceso de inversión de 1,3-dionas	259
Tailored Synthesis and Biotin-functionalization of Dual-colored Silica Nanosystems for Biomedical Approaches	260
Síntesis de sistemas aza-BOPIDY para su aplicación en bioimagen	261
Caracterización de la selenita (CaSO ₄ •2H ₂ O) como posible fase mineral relevante en química prebiótica	262
QUÍMICA DE POLÍMEROS- QPOL	
Estudio de propiedades termosensibles de copolímeros tipo estrella de PHEA- <i>block</i> -PNIPAM	264
SALUD. LA QUÍMICA AL SERVICIO DE LA SALUD- QS	

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Derivados de quinoxalinonas como inhibidores del <i>quorum sensing</i> en <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	269
Síntesis de azinas y azoles y su evaluación como inhibidores del <i>quorum sensing</i>	270
Caracterización fisicoquímica de dispersiones solidas de desvenlafaxina succinato basadas en la cuarta generación	271
Estudio teórico, diseño racional y síntesis orgánica de nuevos inhibidores de la biosíntesis de proteínas como bioisómeros de oxazolidinonas sobre bacterias Gram positivas	272
Efecto de los niveles de allatotropina sobre el sistema inmune del mosquito <i>Aedes aegypti</i>	277
Evaluación del efecto de la avenantramida c sobre la fibrilación de la insulina <i>in vitro</i>	278
Síntesis verde de nanopartículas de platino	279
Método de convolución como una herramienta de pronóstico del perfil plasmático: liberación <i>in vitro</i> de warfarina sódica en pH fisiológico	280
Predicción del desempeño <i>in vivo</i> de metronidazol en tabletas mediante estudio de disolución <i>in vitro</i>	281
Comparación de la calidad de productos genéricos de metformina-HCl a través de estudios de disolución	282
Cinética de liberación de propranolol-HCl bajo el aparato de canastillas USP y los medios biorrelevantes FaSSGF y FaSSIF	285
Influencia de la dosis en el proceso de liberación de ácido acetilsalicílico/cafeína en tabletas utilizando el método de celda de flujo continuo (Aparato 4 USP)	288
Aplicación de un método espectrofotométrico derivativo para determinar los perfiles de disolución de una mezcla ternaria de fármacos analgésicos	289
Efecto de la modificación del anillo de piperazina sobre la actividad anti-influnza de nucleozina	290
Síntesis y evaluación de la citotoxicidad de Derivados Ciclopentanpiridinona-amina con Actividad Potencial en la Inhibición de VIH-1	291
Separación diastereomérica de complejos quirales de renio y su estudio citotóxico: Una aproximación al mecanismo de acción contra el glioblastoma	295
Cuantificación de metformina y glibenclamida en suero por HPLC	296
Síntesis, caracterización espectroscópica y estudio <i>in silico</i> de hidroxí-isoxazolinonas e isoxazoles con potencial actividad antibacteriana	297
Desarrollo de redes poliméricas interpenetradas (IPNs) de gelatina-polivinilpirrolidona para su potencial aplicación como apósitos cutáneos de tipo hidrogel	303
Diseño <i>in silico</i> , síntesis y evaluación <i>in vitro</i> de compuestos dirigidos a GPER con posible actividad antiproliferativa en células de cáncer de mama	304

ALIMENTOS. SOMOS LO QUE COMEMOS- SC

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Comparación de la aportación antioxidante del nopal <i>Opuntia ficus-indica</i> en fresco vs deshidratado cultivado en Tepoztlán, Morelos principal productor del país	306
Determinación de fenoles totales y capacidad antioxidante en cáscaras de dos variedades de cacao (<i>Theobroma cacao</i> L. var. Carmelo y var. Trinitario) provenientes de la región de Tabasco	307
Amaranto: proteínas de reserva y sus propiedades benéficas para la salud	312
Estudio químico, nutrimental y funcional de semillas de garbanzo	313
Estudio en la caracterización de Tequila 100% agave y sus clases por técnicas electroquímicas empleando electrodos de óxido de grafeno	317
Amaranto: proteínas de reserva y sus propiedades benéficas para la salud	322
SÍNTESIS. TRAYENDO AL MUNDO SUSTANCIAS NUEVAS- SN	
Epoxidación de eugenol como punto de partida en la obtención de derivados 1,2,3-triazólicos	324
Use of Mander's reagent in the synthesis of oxoalkene nitriles	328
Autoensamble de una jaula molecular a partir de la condensación del ácido 2-formilfenilborónico, 1,3-diaminopropano y 2,3,6,7,10,11-hexahidroxitriifenileno	334
Síntesis, caracterización y acoplamiento molecular de <i>N</i> -4-[(4'-clorofenil)-tiazol-2-il]alquilamidas como inhibidores de <i>quorum sensing</i> en <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	335
Reacción de adición Aza-Michael de arilaminas a maleimida facilitada en el DES cloruro de colina / ácido <i>p</i> -Toluensulfónico y agua	336
Síntesis de un alcohol propargílico derivado de acetofenona	340
Síntesis de benzo[<i>b</i>]carbazoldionas a partir de 1,4-naftoquinona en disolventes eutécticos	344 349
Apertura de saponinas 23-espirostánicas promovida con TiCl ₄	354
Síntesis, comportamiento fotofísico en disolución, agregados, estado sólido y estudio computacional de nuevos derivados de 2,2 -bis(indolil)metano-trifenilamina	360
Macrociclos dimericos con complejos de boro impulsados por una reacción de autoensamble	361
Síntesis de ferrocenil-oxazoles vía una reacción de Ugi-Zhu (UZ-3CR)	366
Síntesis y caracterización de nanopartículas de sílice mesoporosa tipo MCM-41 producidas a partir de silicato de sodio extraído de vidrio reciclado	372
Síntesis y caracterización de nanoesferas de Au ⁰ y Ag ⁰ obtenidas a partir de los taninos de <i>Rubus palmeri</i> y evaluación de su actividad antioxidante	373
Reactividad de cúmulos metálicos con ligantes derivados de piridina	377
Metabolitos como carbenos: Síntesis de carbenos NHC de Ag(I) y Au(I) derivados de teofilina	378

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Síntesis de un nuevo sistema híbrido farmacofórico del tipo tetrazol 1,5-disustituido-1,2,3-triazol fusionado mediante una secuencia RMC de alto orden/ S_N2 /Ciclación intramolecular alquino-azida	382
Síntesis de <i>bis</i> -furyl-pirrol[3,4- <i>b</i>]piridin-5-onas <i>vía</i> una reacción de Ugi-Zhu y ensayos de actividad profiláctica <i>in vitro</i> contra el SARS-CoV-2 humano	387
Síntesis de derivados del producto natural 6 β -acetoxivouacapano mediante la reacción de multicomponentes Ugi-azida	391
Síntesis de nuevos 1,2,3-triazoles fluorados mediante química "click"	396
Síntesis de moléculas híbridas de 1,2,3-triazoles derivados de triterpenos pentacíclicos con esqueleto lupano aislado del <i>Chrysophyllum cainito</i> L.	
ÍNDICE ONOMÁSTICO	400

Tipos de participación

- **Participación presencial**, con la colaboración de la **Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Yucatán (UADY), en su 100 aniversario**. En las instalaciones del Centro Cultural Universitario: Auditorio Manuel Cepeda Peraza, Salón de Consejo Universitario, Sala Dr. Eduardo Urzaiz Rodríguez y Patio Central. Ubicación: C. 60 491A, Parque Santa Lucía, Centro, 97000 Mérida, Yuc.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



- **Participación virtual** a través del sistema de videoconferencias de la SQM.

Tipos de contribución

Este año, se consideró conveniente que los temas de las sesiones estuvieran relacionados con una Temática General, en lugar de las disciplinas tradicionales de la química; con el fin de promover la discusión interdisciplinaria y abordar de una forma integral las distintas problemáticas que enfrenta el país.

- **Presentación Oral- PO**
- **Química Flash- QF**
- **Carteles (Estudiantil y/o Profesional)- CE /CP**

Temáticas y claves

Desarrollo de metodologías. Abriendo puertas a nuevas metodologías - AP

Caracterización estructural. Develando estructuras - DE

Salud. La química al servicio de la salud - QS

Otros temas de química. La química en todas partes - QP

Productos naturales. Lo que obtenemos de la madre naturaleza - PN

Materiales y catálisis. Por un planeta más eficiente - PE

Medio Ambiente. Protegiendo al planeta - PP

Alimentos. Somos lo que comemos - SC

Energía. Transformando al mundo un kJ a la vez - JJ

Síntesis. Trayendo al mundo sustancias nuevas - SN

Industria y procesos. Del laboratorio a tus manos - LM

Química de Polímeros- QPOL

AGRADECEMOS EL APOYO DE NUESTROS SPONSORS:



CONGRESO INTERNACIONAL de la Sociedad Química de México 2022



"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



UADY
UNIVERSIDAD
AUTÓNOMA
DE YUCATÁN



Agilent



Reaxys



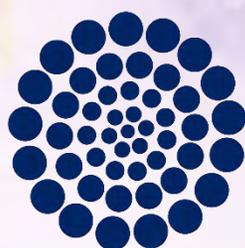
MERIEQUIPOS S.A. DE C.V.



shoperya



LA SOCIEDAD QUÍMICA DE MÉXICO, A.C. AGRADECE EL APOYO DE CONACYT A TRAVÉS DEL PROYECTO No. 317612 "CONVOCATORIA DE FORTALECIMIENTO DE ACTIVIDADES VINCULADAS CON LA PROMOCIÓN, DIFUSIÓN Y DIVULGACIÓN DE LAS HUMANIDADES, CIENCIAS, TECNOLOGÍAS Y LA INNOVACIÓN ACADEMIAS Y SOCIEDADES CIENTÍFICAS 2021".



CONACYT

Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

Expertos / Conferencistas

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



Ph.D. Rebeca López-García Gómez-Deses.

Global Head of Regulatory Affairs, Mori; Director of Logre International Food Science Consulting; Board Member Future Tundra Holdings.



Prof. Rodolfo Lavilla.

Full Professor of Organic and Medicinal Chemistry, Faculty of Pharmacy, Medicinal Chemistry & Pharmacology, University of Barcelona & Institute of Biomedicine (IBUB).



Prof. Germán Salazar Alvarez.

Senior Lecturer/Associate, Professor of the Department of Materials Science and Engineering, Solid State Physics Uppsala Universitet.



Prof. Noemi Waksman Minsky.

Investigadora de la Facultad de Medicina, Universidad Autónoma de Nuevo León.



Prof. Jieping Zhu.

Professor of chemistry; Head of the Laboratory of Synthesis and Natural Products, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL).



Prof. Adrian E. Roitberg.

Full Professor of the Department of Chemistry, University of Florida.



Dr. Felipe León Olivares.

Escuela Nacional Preparatoria, plantel 1 "Gabino Barreda", Universidad Nacional Autónoma de México.



Dra. Violeta Mugica Álvarez

Departamento de Ciencias Básicas, Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco.



Dr. José Luis Gázquez Mateos.

Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.



Dr. Marcelo Galván Espinosa.

Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



Prof. Weitao Yang.
Department of Chemistry, Department
of Physics, Duke University, USA.



Prof. Paul Ayers.
Faculty of Science, Department of
Chemistry & Chemical Biology,
McMaster University.



**Dra. María de la Luz Zambrano
Zaragoza.**
Facultad de Estudios Superiores-
Cuautitlán, Universidad Nacional
Autónoma de México. Premio Nacional
de Química "Andrés Manuel del Río",
área Tecnológica, categoría Desarrollo
Tecnológico, edición 2022.



**M. en C. Francisca Johana Aguilar
Costilla.**
Facultad de Ciencias Químicas,
Universidad Autónoma de San Luis
Potosí. Premio a la Mejor Tesis de
Maestría "Rafael Illescas Frisbie",
edición 2022.



Dr. en C. José Abraham Colin Molina.
Instituto de Química, Universidad
Nacional Autónoma de México. Premio
a la Mejor Tesis de Doctorado "Rafael
Illescas Frisbie", edición 2022.



Dr. Leobardo Manuel Gómez Oliván.
Profesor Investigador, Laboratorio de
Toxicología Ambiental, Facultad de
Química, Universidad Autónoma del
Estado de México. Consejo Mexicano
de Certificación de Profesionales de las
Ciencias Químico Farmacéuticas.



Gabriela Guerra Rey.
Escritora, periodista y editora cubano-
mexicana.



M. en C. José Pablo Montoya Ángel.
Responsable de la Unidad de Desarrollo
Tecnológico (UDT), Instituto de Química,
Universidad Nacional Autónoma de
México.



Dra. María José Dávila Rodríguez.
Customer Consultant, ELSEVIER | Life
Sciences – Latam.



**Mtra. Miroslava María Talavera
Vázquez.**
Gestor de Proyectos y Analista en
Inteligencia de Mercados Oficina de
Transferencia de Tecnología Dirección
de Gestión Tecnológica del Centro de
Investigación Científica de Yucatán.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



Mtro. Francisco Javier García Villalobos.
Centro de Investigación Científica de Yucatán.



I.B.Q. Eleazar Rojas Santiago.
GC/MS & ICP/MS Applications
Scientist, Agilent Technologies México.



I.Q. Fernando Hilerio Flores. Gerente
de Desarrollo de Negocios, BUCHI
Latinoamérica.

Día Hora	29 de agosto	30 de agosto	31 de agosto	1 de septiembre	2 de septiembre
09:00	INAUGURACIÓN	Química Flash	Química Flash	CONFERENCIA COMECEP Prof. Leobardo Manuel Gómez Oliván Universidad Autónoma del Estado de México	CONFERENCIA Premio a las Mejores Tesis de Licenciatura, Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022
09:30	ENTREGA DE PREMIOS Premio Nacional de Química "Andrés Manuel del Río" 2022 Y Premio a las Mejores Tesis de Licenciatura, Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas "Rafael Illescas Frisbie" 2022	CONFERENCIA PLENARIA Towards a sustainable exploration of the chemical space. Multicomponent reactions with heterocycles: new processes, novel scaffolds and biomed applications. Prof. Rodolfo Lavilla Universidad de Barcelona	CONFERENCIA PLENARIA Prof. Germán Salazar Alvarez Uppsala Universitet	CONFERENCIA PLENARIA Catalytic Enantioselective 1,2-Rearrangement Prof. Jieping Zhu École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL)	CONFERENCIA PLENARIA Prof. Adrian E. Roitberg University of Florida
10:00	Presentación Oficial de la Tabla Periódica Digital de la Sociedad Química de México, A.C.				
10:30	CONFERENCIA PLENARIA La Ciencia y la Tecnología de Alimentos al Servicio de la Humanidad PhD. Rebeca López-García Gómez-Deses Mori; Logre International Food Science Consulting; Tundra Holdings	Sesiones Orales 1A	Sesiones Orales 1B	Sesiones Orales 3A	Sesiones Orales 3B
11:00				Sesiones Orales 5A	Sesiones Orales 5B
11:30	BRINDIS				
12:00					
12:30	Comida	Carteles Estudiantiles Presencial/Virtual	Carteles Profesionales Virtual	Carteles Profesionales Presencial	Plática de Sponsors
13:00					Premiación Nacional de Carteles Estudiantiles
13:30					CLAUSURA
14:00					
15:00		Comida	Comida	Comida	
15:30					
16:00	TALLER 1 Unidad de Desarrollo Tecnológico: Vinculación para Desarrollo, Transferencia y Soporte Tecnológico M. en C. José Pablo Montoya Ángel. Instituto de Química, UNAM	TALLER 2 ¿Cómo convertir tu tesis en un artículo? Dra. María José Dávila Rodríguez y Dr. Leobardo Manuel Gómez Oliván. Elsevier	TALLER 3 Sesión 1 Evaluación del nivel de maduración de proyectos tecnológicos. Mtra. Miroslava María Talavera Vázquez y Mtro. Francisco Javier García Villalobos. Red OTT México-CICY	CONFERENCIA Premio Nacional de Química "Andrés Manuel del Río" 2022 Sesiones Orales 2A	Sesiones Orales 2B
16:30				CONFERENCIA PLENARIA En Honor a "Jesús Romo Armería: pionero de la investigación química en México" Dr. Felipe León Olivares Escuela Nacional Preparatoria, Plantel 1 UNAM	TERTULIA LITERARIA Escritora Gabriela Guerra Rey
17:00				CONFERENCIA Premio a las Mejores Tesis de Licenciatura, Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022	TALLER 3 Sesión 2 Evaluación del nivel de maduración de proyectos tecnológicos.
17:30					
18:00				SIMPOSIO En Homenaje al Prof. José Luis Gázquez Mateos	
18:30					
19:00				Sesiones Orales 4A	Sesiones Orales 4B
19:30					



*sujeto a cambios
sin previo aviso

Día	Lunes 29 de agosto		
Hora	INAUGURACIÓN		
09:00	AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA		
	ENTREGA DE PREMIOS		
09:30	Premio Nacional de Química "Andrés Manuel del Río" 2022 Y Premio a las Mejores Tesis de Licenciatura, Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas "Rafael Illescas Frisbie" 2022		
	AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA		
10:00	Presentación Oficial de la Tabla Periódica Digital de la Sociedad Química de México, A.C. AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA		
10:30	CONFERENCIA PLENARIA		
11:00	La Ciencia y la Tecnología de Alimentos al Servicio de la Humanidad PhD. Rebeca López-García Gómez-Deses Global Head of Regulatory Affairs, Mori; Director of Logre International Food Science Consulting; Board Member Future Tundra Holdings Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA		
11:30	BRINDIS		
12:00	Comida		
12:30			
13:00			
13:30			
14:00			
15:00			
15:30	Unidad de Desarrollo Tecnológico: Vinculación para Desarrollo, Transferencia y Soporte Tecnológico M. en C. José Pablo Montoya Ángel. Responsable de la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT), Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ Modera: M. en C. Guillermo Roura Pérez	¿Cómo convertir tu tesis en un artículo? Dra. María José Dávila Rodríguez. ELSEVIER Life Sciences - Latam Dr. Leobardo Manuel Gómez Olivan. Profesor Investigador, Laboratorio de Toxicología Ambiental, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México. Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dra. Mariana Ortiz Reynoso	Sesión 1 Evaluación del nivel de maduración de proyectos tecnológicos. Mtra. Miroslava María Talavera Vázquez. Gestor de Proyectos y Analista en Inteligencia de Mercados Oficina de Transferencia de Tecnología Dirección de Gestión Tecnológica del Centro de Investigación Científica de Yucatán M. en C. del Mar y Limnología Francisco Javier García Villalobos. Centro de Investigación Científica de Yucatán SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO Modera: M. en C. Marcela Castillo Figa Director Operativo Raúl Vázquez Cassani,
16:00			
16:30			
17:00			
17:30			
18:00			
18:30			
19:00			



Día	Martes 30 de agosto	
09:00	<p>Química Flash Sesión 1 CISQM-AP-QF02, CISQM-DE-QF01, CISQM-PE-QF01, CISQM-PN-QF01, CISQM-PN-QF02 AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Eduardo González Zamora</p>	
09:30	<p>CONFERENCIA PLENARIA</p>	
10:00	<p>Towards a sustainable exploration of the chemical space. Multicomponent reactions with heterocycles: new processes, novel scaffolds and biomed applications. Prof. Rodolfo Lavilla Full Professor of Organic and Medicinal Chemistry, Faculty of Pharmacy, Medicinal Chemistry & Pharmacology, University of Barcelona & Institute of Biomedicine (IBUB) AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Eduardo González Zamora</p>	
10:30	<p>Sesiones Orales 1A Modalidad Virtual y Presencial</p>	<p>Sesiones Orales 1B Modalidad Virtual y Presencial</p>
11:00	CISQM-DE-PO01, CISQM-DE-PO02, CISQM-DE-PO03	CISQM-PN-PO01, CISQM-PN-PO02, CISQM-SC-PO01
11:30	CISQM-JJ-PO01, CISQM-JJ-PO02, CISQM-QPOL-PO01	CISQM-SC-PO02, CISQM-QP-PO01, CISQM-QP-PO02
12:00	<p>SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO Modera: M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza</p>	<p>Auditorio Manuel Cepeda Peraza Modera: Dr. David Cáceres</p>
12:30	<p>CARTELES ESTUDIANTILES MODALIDAD VIRTUAL https://bit.ly/3dQFIIM</p>	<p>CARTELES ESTUDIANTILES MODALIDAD PRESENCIAL</p>
13:00	<p>Desarrollo de metodologías. Abriendo puertas a nuevas metodologías - AP Materiales y catálisis. Por un planeta más eficiente - PE Productos naturales. Lo que obtenemos de la madre naturaleza - PN Medio Ambiente. Protegiendo al planeta - PP Otros temas de química. La química en todas partes - QP Salud. La química al servicio de la salud - QS Alimentos. Somos lo que comemos - SC</p> <p>AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA</p>	<p>Industria y procesos. Del laboratorio a tus manos - LM Materiales y catálisis. Por un planeta más eficiente - PE Productos naturales. Lo que obtenemos de la madre naturaleza - PN Medio Ambiente. Protegiendo al planeta - PP Otros temas de química. La química en todas partes - QP Salud. La química al servicio de la salud - QS Síntesis. Trayendo al mundo sustancias nuevas - SN</p> <p>1ER Y 2DO PISO, CENTRO CULTURAL UNIVERSITARIO</p>
14:00	Comida	
15:00	Comida	
15:30	Comida	
16:00	<p>CONFERENCIA</p> <p>Premio Nacional de Química "Andrés Manuel del Río", Área: Tecnológica, Categoría: Desarrollo Tecnológico, edición 2022 "Implicaciones de la nanotecnología en el procesamiento, conservación y envasado de alimentos" Dra. María de la Luz Zambrano Zaragoza. Facultad de Estudios Superiores- Cuautitlán, Universidad Nacional Autónoma de México. AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo</p>	
16:30	<p>Sesiones Orales 2A Modalidad Virtual y Presencial</p>	<p>Sesiones Orales 2B Modalidad Virtual y Presencial</p>
17:00	CISQM-AP-PO02, CISQM-AP-PO04, CISQM-AP-PO05, CISQM-PN-PO03	CISQM-PE-PO01, CISQM-PE-PO02, CISQM-PE-PO03, CISQM-PP-PO02
17:30	CISQM-PN-PO04, CISQM-QS-PO01, CISQM-QS-PO02, CISQM-QS-PO03	CISQM-PP-PO03, CISQM-PP-PO04, CISQM-SN-PO01, CISQM-SN-PO02
18:00	<p>Auditorio Manuel Cepeda Peraza Modera: Dr. Gonzalo Mena</p>	<p>Salón de Consejo Universitario Modera: Dr. Rubén Marrero</p>
18:30		
19:00		

Día Hora	Miércoles 31 de agosto	
09:00	Química Flash Sesión 2 CISQM-QP-QF01, CISQM-QP-QF02, CISQM-QS-QF01, CISQM-QS-QF03, CISQM-SC-QF01 AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez	
09:30	CONFERENCIA PLENARIA Prof. Germán Salazar Alvarez Senior Lecturer/Associate, Professor of the Department of Materials Science and Engineering, Solid State Physics Uppsala Universitet. AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez	
10:00		
10:30	Sesiones Orales 3A Modalidad Virtual y Presencial CISQM-AP-PO06, CISQM-AP-PO07, CISQM-AP-PO08 CISQM-PE-PO04, CISQM-PE-PO05, CISQM-PE-PO06 AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Gonzalo Mena	Sesiones Orales 3B Modalidad Virtual y Presencial CISQM-PP-PO05, CISQM-PP-PO06, CISQM-PP-PO07 CISQM-QP-PO03, CISQM-QP-PO04, CISQM-SN-PO03 SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO Modera: M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza
11:00		
11:30		
12:00		
12:30	CARTELES PROFESIONALES MODALIDAD VIRTUAL https://bit.ly/3AgbUNy	
13:00		
13:30	Desarrollo de metodologías. Abriendo puertas a nuevas metodologías - AP Caracterización estructural. Develando estructuras - DE Energía. Transformando al mundo un kJ a la vez - JJ Industria y procesos. Del laboratorio a tus manos - LM Materiales y catálisis. Por un planeta más eficiente - PE Productos naturales. Lo que obtenemos de la madre naturaleza - PN Medio Ambiente. Protegiendo al planeta - PP Otros temas de química. La química en todas partes - QP Salud. La química al servicio de la salud - QS Alimentos. Somos lo que comemos - SC Síntesis. Trayendo al mundo sustancias nuevas - SN AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA	
14:00		
15:00	Comida	
15:30		
16:00	CONFERENCIA PLENARIA Turnera diffusa (damiana) propiedades biológicas, compuestos aislados y métodos analíticos desarrollados. Prof. Noemi Waksman Minsky Investigadora de la Facultad de Medicina, Universidad Autónoma de Nuevo León Modera: Dr. Gabriel E. Cuevas González Bravo AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA	
16:30		
17:00	CONFERENCIA Premio a las Mejores Tesis de Licenciatura, Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022, Categoría: Maestría "Síntesis y reacciones de azidas aromáticas fluoradas y/o nitradas" M. en C. Francisca Johana Aguilar Costilla. Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de San Luis Potosí. AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo	
17:30		
18:00		
18:30		
19:00	Sesiones Orales 4A Modalidad Virtual y Presencial CISQM-SN-PO04, CISQM-SN-PO05, CISQM-QP-PO05 CISQM-QP-PO06, CISQM-PP-PO08, CISQM-PP-PO09 SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez	Sesiones Orales 4B Modalidad Virtual y Presencial CISQM-PE-PO07, CISQM-PE-PO08, CISQM-PE-PO09 CISQM-QS-PO04, CISQM-QS-PO05, CISQM-QS-PO06 AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. David Cáceres
19:30		

Día	Jueves 1 de septiembre	
09:00	<p align="center">CONFERENCIA</p> <p align="center">"Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas. COMECEP Dr. Leobardo Manuel Gómez Oliván Profesor Investigador, Laboratorio de Toxicología Ambiental, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México. Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas</p> <p align="center">AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo</p>	
09:30	<p align="center">CONFERENCIA PLENARIA</p> <p align="center">Catalytic Enantioselective 1,2-Rearrangement Prof. Jieping Zhu Laboratory of Synthesis and Natural Products, Institute of Chemical Sciences and Engineering, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, EPFL-SB-ISIC-LSPN, Switzerland</p> <p align="center">AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Eduardo González Zamora</p>	
10:00	<p align="center">Sesiones Orales 5A Modalidad Virtual y Presencial CISQM-PE-PO10, CISQM-PE-PO11, CISQM-PP-PO10 CISQM-PP-PO11, CISQM-PP-PO12, CISQM-SN-PO06</p> <p align="center">Auditorio Manuel Cepeda Peraza Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez</p>	
10:30	<p align="center">Sesiones Orales 5B Modalidad Virtual y Presencial CISQM-QP-PO07, CISQM-QP-PO08, CISQM-QP-PO09 CISQM-QS-PO07, CISQM-QS-PO08, CISQM-QS-PO09</p> <p align="center">Salón de Consejo Universitario Modera: Dr. Rubén Marrero</p>	
11:00	<p align="center">CARTELES PROFESIONALES MODALIDAD PRESENCIAL</p> <p align="center">Desarrollo de metodologías. Abriendo puertas a nuevas metodologías - AP Caracterización estructural. Develando estructuras - DE Energía. Transformando al mundo un kJ a la vez - JJ Materiales y catálisis. Por un planeta más eficiente - PE Productos naturales. Lo que obtenemos de la madre naturaleza - PN Medio Ambiente. Protegiendo al planeta - PP Otros temas de química. La química en todas partes - QP Salud. La química al servicio de la salud - QS Alimentos. Somos lo que comemos - SC Síntesis. Trayendo al mundo sustancias nuevas - SN</p> <p align="center">1ER Y 2DO PISO, CENTRO CULTURAL UNIVERSITARIO</p>	
11:30	<p align="center">"Diferentes análisis requieren diferentes soluciones Nuevas opciones en tecnología GC/MS ¿Cómo diferenciar una mejor estrategia?" I.B.Q. Eleazar Rojas Santiago. GC/MS & ICP/MS Applications Scientist, Agilent Technologies México.</p> <p align="center">SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ Modera: Dr. Rubén Marrero</p>	
12:00	<p align="center">Comida</p>	
12:30	<p align="center">CONFERENCIA PLENARIA</p> <p align="center">"Jesús Romo Armería: pionero de la investigación química en México" Dr. Felipe León Olivares Escuela Nacional Preparatoria. UNAM, Plantel 1 "Gabino Barreda"</p> <p align="center">AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo</p>	
13:00	<p align="center">TERTULIA LITERARIA</p> <p align="center">Escritora Gabriela Guerra Rey</p> <p align="center">SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO Modera: Dra. Annia Galano</p>	
13:30	<p align="center">SIMPOSIO</p> <p align="center">"En Homenaje al Prof. José Luis Gázquez Mateos" Dr. José Luis Gázquez Mateos. Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa. Dr. Marcelo Galván Espinosa. Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa. Prof. Weitao Yang. Department of Chemistry, Department of Physics, Duke University, USA. Prof. Paul Ayers. Faculty of Science, Department of Chemistry & Chemical Biology, McMaster University.</p> <p align="center">AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Marcelo Galván Espinosa Organizadores: Dr. Alberto Vela Amieva, CINVESTAV Dra. Annia Galano Jiménez. UAM-Iztapalapa</p>	
14:00	<p align="center">TALLER 3 Sesión 2</p> <p align="center">Evaluación del nivel de maduración de proyectos tecnológicos.</p> <p align="center">Mtra. Miroslava María Talavera Vázquez. Gestor de Proyectos y Analista en Inteligencia de Mercados Oficina de Transferencia de Tecnología Dirección de Gestión Tecnológica del Centro de Investigación Científica de Yucatán M. en C. del Mar y Limnología Francisco Javier García Villalobos. Centro de Investigación Científica de Yucatán</p> <p align="center">SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO Modera: M. en C. Marcela Castillo Figa Director Operativo Raúl Vázquez Cassani</p>	
15:00		
15:30		
16:00		
16:30		
17:00		
17:30		
18:00		
18:30		
19:00		
19:30		



Día Hora	Viernes 2 de septiembre		
09:00	<p align="center">CONFERENCIA</p> <p align="center">Premio a las Mejores Tesis de Licenciatura, Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022, Categoría: Doctorado "Hacia la construcción de máquinas moleculares basadas en derivados de carbazol: relación entre la estructura cristalina y el movimiento rotacional intramolecular" Dr. en C. José Abraham Colin Molina. Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México</p> <p align="center">AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo</p>		
09:30 10:00	<p align="center">CONFERENCIA PLENARIA</p> <p align="center">Prof. Adrian E. Roitberg Full Professor of the Department of Chemistry, University of Florida</p> <p align="center">AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: Dr. Alberto Vela Amieva</p>		
10:30 11:00 11:30 12:00	<p align="center">Sesiones Orales 6A Modalidad Virtual y Presencial CISQM-SN-PO07, CISQM-SN-PO08, CISQM-SN-PO09 CISQM-SN-PO10, CISQM-PP-PO13, CISQM-PP-PO14 CISQM-PP-PO15, CISQM-PP-PO16 AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA Modera: M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza</p>	<p align="center">Sesiones Orales 6B Modalidad Virtual y Presencial CISQM-LM-PO01, CISQM-QS-PO10 CISQM-QS-PO11, CISQM-PN-CP10 SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO Modera: Dr. David Cáceres</p>	<p align="center">"Aislamiento y purificación de compuestos por cromatografía preparativa" I.Q. Fernando Hilerio Flores. Gerente de Desarrollo de Negocios, BUCHI Latinoamérica 10:30 - 10:50 H</p> <p align="center">"¿Cómo Reaxys Academic Edition apoya el alcance de los ODS?" Dra. María José Dávila Rodríguez. ELSEVIER Life Sciences - Latam 10:50 - 11:10 H</p> <p align="center">FALCÓN DIVISIÓN ANALÍTICA 11:11 - 11:17 H</p> <p align="center">SCIEX 11:18 - 11:24 H</p> <p align="center">INSTRUMENTACIÓN Y SERVICIOS ANALÍTICOS, S.A DE C.V. 11:25 - 11:31 H</p> <p align="center">JARU SERVICIOS ESPECIALIZADOS DE ALCANCE INTERNACIONAL S.A. DE C.V. 11:32 - 11:38 H</p> <p align="center">ELSEVIER 11:39 - 11:42 H</p> <p align="center">SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ Modera: Dr. Rubén Marrero</p>
13:00			<p align="center">Premiación Nacional de Carteles Estudiantiles</p>
13:30	<p align="center">CLAUSURA</p>		
14:00			



"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Salas Centro Cultural Universitario



"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLENARIA

"La Ciencia y la Tecnología de Alimentos al Servicio de la Humanidad"

Rebeca López-García, PhD.

Global Head of Regulatory Affairs, Mori; Director of Logre International Food Science Consulting; Board Member Future Tundra Holdings

Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

LUNES 29 DE AGOSTO, 10:30 – 11:30 H

SEMBLANZA

La **doctora Rebeca López-García** estableció LOGRE INTERNATIONAL FOOD SCIENCE CONSULTING hace 22 años y desde entonces trabaja como consultor para la industria de alimentos, bebidas y suplementos en todo el mundo. Ha participado en proyectos en más de treinta países con compañías multinacional es y agencias internacionales como la Agencia para la Agricultura y la Alimentación de la Organización de las Naciones Unidas (FAO) y la Agencia para el Desarrollo Internacional de los Estados Unidos (USAID). Sus proyectos abarcan la seguridad e inocuidad alimentaria, toxicología, gestión y comunicación de riesgo y asuntos regulatorios. Ha logrado la aprobación regulatoria de numerosos aditivos e ingredientes nuevos en diferentes países. Asimismo, desde el año 2020 colabora con la empresa Mori, basada en Boston donde actualmente es Vicepresidente de Asuntos Científicos



y Regulatorios y desde el 2021 es miembro del Consejo del Fondo de Inversión Future Tundra Holdings. Rebeca es miembro del Consejo Científico en diferentes compañías multinacionales y de la Confederación de Industria y Comercio de Alimentos de la India. Participa como profesor invitado de legislación alimentaria internacional en la Universidad Estatal de Michigan e imparte cursos en la Universidad Estatal de Nuevo México. Actualmente es Presidente del Jurado Calificador del Premio Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos.

Rebeca recibió el doctorado en Ciencia de los Alimentos y Toxicología en la Universidad Estatal de Louisiana en 1998 y es Licenciada en Química por La Universidad La Salle en México.

RESUMEN

Hace ya algunos años se reconoció la necesidad de aumentar significativamente la producción de alimentos para atender las necesidades de la creciente población mundial. El llamado reto de seguridad alimentaria del 2050 requería el uso de todas las herramientas disponibles para lograr aumentar la producción de alimentos sin talar más bosques, sin usar más energía y con menor disponibilidad de agua dulce. En el 2022, ¿dónde estamos? Estamos en una alarmante situación. Los problemas de cadena de suministro, la falta de personal dedicado a la producción primaria de alimentos y la crisis de disponibilidad de personal para la producción primaria y el proceso de alimentos traídos por la pandemia de COVID-19 se han agravado por el conflicto en Ucrania, la sequía y los incendios que azotan diversas regiones de producción de alimentos. ¿Qué significa esto en números? El Banco Mundial reporta que el índice de precios agrícolas a junio del 2022 ha aumentado un histórico 19% y la Organización de las Naciones Unidas calcula que en el 2022 hasta 323 millones de personas sufrirán inseguridad alimentaria grave. En México, el precio de alimentos de la canasta básica ha alcanzado este año niveles históricos con el mayor impacto en las proteínas de origen animal, los cereales y las frutas y verduras. El huevo que era la principal fuente de proteína animal para muchas familias ha tenido la mayor repercusión con un aumento mensual de 8.3%. Por otro lado, no se puede dejar de mencionar la pérdida y desperdicio de alimentos que siguen siendo elevados. En México se pierden y/o desperdician hasta el 34% de los alimentos producidos lo que representa un valor de aproximadamente el 2.5% del PIB. Datos alarmantes que solo pueden llevar a concluir que hay mucho que hacer en materia de producción y conservación de alimentos y los profesionales que trabajen en estos temas tienen una gran oportunidad de aportar su talento a resolver problemas trascendentales. Existen diferentes ejemplos de compañías que inspiran con nuevas ideas y tecnología para atender estos problemas, pero de igual manera enfrentan retos únicos que abren una serie de oportunidades.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLENARIA

"Towards a sustainable exploration of the chemical space. Multicomponent reactions with heterocycles: new processes, novel scaffolds and biomed applications"

Prof. Rodolfo Lavilla.

Full Professor of Organic and Medicinal Chemistry, Faculty of Pharmacy, Medicinal Chemistry & Pharmacology, University of Barcelona & Institute of Biomedicine (IBUB).

Modera: Dr. Eduardo González Zamora

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

MARTES 30 DE AGOSTO, 9:30 – 10:30 H

BIOSKETCH

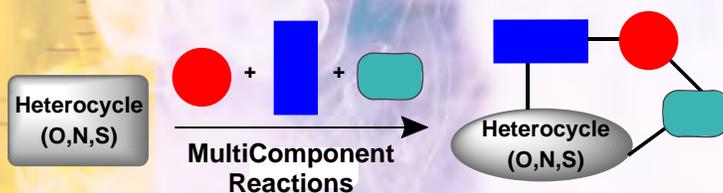
Rodolfo Lavilla studied Pharmacy in the University of Barcelona, and did a PhD in the total synthesis of natural products under the guidance of Prof. Mercedes Alvarez. After a postdoctoral stage in the University of California, San Diego with Prof. Ernest Wenkert, he joined faculty in the Faculty of Pharmacy (U. Barcelona) where he is now full professor in Pharmaceutical and Organic Chemistry and leads a research group in the



Medicinal Chemistry laboratory. He has over 100 research articles, reviews, book chapters and patents in the fields of synthetic, heterocyclic, medicinal, natural products and biological chemistry. His research projects deal with multicomponent reactions, medicinal chemistry and also involve applied collaborations with pharma companies.

ABSTRACT

The use of fundamental of heterocycles as privileged substrates for Multicomponent Reactions, based on mechanistic considerations, leads to unparalleled structural diversity, is a platform for reaction discovery and also constitutes a potent tool for the combinatorial generation of chemsets. Typically, thousands of relatively similar compounds should be prepared along the drug discovery process. In this respect, our approach offers advantages over traditional stepwise sequences in terms of synthetic economies as well as the fast access to compound collections to study the Structure Activity Relationships. In the lecture, these aspects will be commented together with their implication in the exploration of dark zones of the chemical space.



Chemical Space Exploration
Basic MCR Reactivity
Reaction Discovery
BioMed Applications

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLENARIA

"Assembling iron oxide nanoparticles into mesocrystals: time resolved studies"

Prof. Germán Salazar Álvarez.

Senior Lecturer/Associate, Professor of the Department of Materials Science and Engineering, Solid State Physics Uppsala Universitet.

Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 9:30 – 10:30 H

BIOSKETCH



Prof. Salazar Álvarez was graduated in Chemistry from the Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), followed by Lic and PhD in Materials Chemistry from the Royal Institute of Technology (KTH) and a postdoc at the Universitat Autònoma de Barcelona (UAB) and the Institut Català de Nanotecnologia (ICN) in Bellaterra, Catalonia, Spain. He became a researcher and group leader in Materials Chemistry at Stockholm University working mainly on the self-assembly and functional properties of nanoparticles, including nanocellulose. In 2019 I was appointed Senior Lecturer at the Solid State Physics at UU.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLENARIA

"*Turnera diffusa* (damiana) propiedades biológicas, compuestos aislados y métodos analíticos desarrollados"

Prof. Noemí Herminia Waksman Minsky.

Investigadora de la Facultad de Medicina, Universidad Autónoma de Nuevo León

Modera: Dr. Gabriel E. Cuevas González Bravo

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 16:00 – 17:00 H

SEMBLANZA

La Dra. Noemí Herminia Waksman Minsky es profesora investigadora de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 1980 a la fecha. Jefa del Departamento de Química Analítica, Facultad de Medicina, UANL, 2000 a la fecha. Subdirectora de Pregrado para la Licenciatura de Químico Clínico Biólogo del 2011 a agosto del 2020.

Formación académica Licenciatura y Doctorado en Ciencias Químicas, UBA, Buenos Aires, Argentina, Beca DAAD para posdoc en Universidad de Freiburg, Alemania.

Producción científica y formación de recursos humanos: Cuenta con 140 publicaciones, 124 de ellas en revistas indexadas, y 7 patentes otorgadas. Ha dirigido 56 tesis de posgrado: 33 de maestría y 23 de doctorado y 12 de licenciatura. Muchos de sus egresados se desempeñan como académicos en diversas instituciones y aproximadamente el 50% de sus egresados de doctorado han sido incorporados al SNI.

Formación de grupos de investigación: Lider del cuerpo académico consolidado UANL CA-433 Química y Actividad Biológica de Plantas Medicinales. LGAC: "Aislamiento biodirigido de productos naturales con actividad farmacológica" y "Desarrollo, validación y aplicación de métodos analíticos".

Liderazgo científico, tecnológico y académico: Participó en el diseño e implementación de los posgrados (maestría y doctorado) en Química Biomédica que, desde 1989 forma parte de los posgrados en Ciencias (Maestría y Doctorado) de la Facultad de Medicina, promovió su ingreso en 1991 al Padrón de excelencia del CONACYT, donde se han mantenido; actualmente están en el PNPC con Alcance Internacional. Ha promovido la vinculación



con el sector productivo como directora del Laboratorio de Servicio Analítico del Departamento (LASEQUA), que cuenta con certificación ISO 9001 desde 2007.

Proyectos: Ha sido responsable de numerosos proyectos de investigación financiados por UANL (PAICYT), PROMEP, CONACYT, así como de proyectos de colaboración multidisciplinaria de CONACYT, CYTE, PRODEP

Docencia: Dicta clases en pregrado en la licenciatura de Químico Clínico Biólogo, así como diversidad de cursos en el posgrado.

Distinciones: Miembro del SNI nivel 3. Ha recibido en seis ocasiones el premio de Investigación de la UANL, fue galardonada con el premio estatal Xorge Alejandro Domínguez, otorgado por la SQM, Sección N.L., diciembre 2002 por trayectoria científica. Reconocimiento a la trayectoria, U.A.N.L., mayo 2003. Premios a la mejor tesis de maestría en cuatro ocasiones. Galardonada por la AMIPRONAT (Asociación de Investigación en Productos naturales), mayo 2022.

Actividades de gestión y coordinación: Ha sido presidenta de la región noreste de la AMC en el período 2003-2005. Miembro de la Comisión de Premios de la AMC: 2011-2013, miembro del Comité de Ciencias Básicas en el área de Química del CONACYT: 2011-2014. Miembro de la Comisión Dictaminadora del SNI Área 2, 2015-2017 y 2021-2023. Miembro del Comité de Posgrado y del Comité de Investigación de la UANL. Ha sido evaluadora de PIFI y PNPC. Evaluador líder del Premio TECNOS del Estado de Nuevo León. Miembro fundador AMIPRONAT.

RESUMEN

Turnera diffusa Willd es la especie más representativa del género *Turneraceae*, generalmente es conocida como damiana. Crece en zonas desérticas y semidesérticas del sur de Texas, México, América Central y Brasil. Esta planta ha sido parte de la medicina popular desde tiempos ancestrales y fue considerada una de las más importantes en la medicina maya antigua por sus propiedades como afrodisíaco y tónico contra neurastenia e impotencia y contra el asma. Otros usos registrados son frente a enfermedades gastrointestinales, respiratorias, como hipoglucemiante. Incluso se puede mencionar el uso de la infusión a partir de sus hojas para tratar el paludismo y la fiebre. Distintos grupos de investigación han comprobado muchas de estas actividades y, en algunos casos, se han aislado, el o los compuestos responsables de las actividades biológicas reportadas.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Es una planta rica en flavonoides. Algunos de los reportados en *T. diffusa* que pueden dar cuenta de sus propiedades son: la acacetina, el cual ha mostrado su efecto benéfico como neuro protector, antiinflamatorio, frente al estrés oxidativo, cáncer, e infecciones virales. Apigenina que puede presentar actividades como antiinflamatoria, antigenotoxicidad, anti-angiogénica, y antioxidante. Pinocembrina como inhibidor de aromatasa que resulta en elevados niveles de testosterona y mejoramiento de la libido. El hepatodamianol, un C-glucósido de luteolina, que demostró ser un excelente hepatoprotector, con actividad *in vitro* e *in vivo* semejante a la silibinina.

También se reportan terpenoides, como ejemplo la teuhetenona, sesquiterpenoide que se aisló como uno de los responsables de la actividad hipoglucemiante de damiana.

Esta es una planta rica también en aceites esenciales que, además de conferirle propiedades aromáticas para la elaboración de bebidas y aditivos en alimentos, demostraron tener actividad antimicrobiana, entre otras.

Todo esto nos indica que damiana es una fuente potencial para generar medicamentos herbolarios. En nuestro laboratorio hemos desarrollado un extracto estandarizado que da cuenta de la actividad hepatoprotectora y antioxidante de la planta y que podría ser propuesto como medicamento herbolario. Para ello la optimización de los métodos de extracción, así como el desarrollo de métodos analíticos para el control de calidad de los mismos es fundamental. Especialmente la RMN cuantitativa ha resultado ser una excelente herramienta para dichos fines.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLENARIA

"Catalytic Enantioselective 1,2-Rearrangement"

Prof. Jieping Zhu.

Laboratory of Synthesis and Natural Products, Institute of Chemical Sciences and Engineering, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, EPFL-SB-ISIC-LSPN, Switzerland. Jieping.zhu@epfl.ch

Moderada: Dr. Eduardo González Zamora

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 9:30 – 10:30 H

BIOSKETCH

Prof. Jieping Zhu, received BSc from Hangzhou Normal University and MSc. degree from Lanzhou University (P. R. China) under the guidance of Professor Li Yulin. He got his Ph.D. degree from University Paris XI, France under the supervision of Professor H.-P. Husson and Pr. J. C. Quirion. After 18 months post-doctoral stay with Professor Sir D. H. R. Barton at Texas A & M University in USA, he joined the "Institut de Chimie des Substances Naturelles", CNRS, France as Chargé de Recherche and was



promoted to Director of Research 2nd class in 2000 and then 1st class in 2006. He moved to Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (Swiss Federal Institute of Technology Lausanne), Switzerland in September 2010 as a full professor.

His group is involved in the development of synthetic methodology, catalytic enantioselective transformations and total synthesis of complex natural products.

ABSTRACT

Rearrangement reaction is a broad class of organic transformation involving the migration of an atom or a group from one center (migration origin) to another (migration terminus) within the same molecule.¹ Such bond reorganization process affords a structural isomer of the original substrate allowing, in many cases, construction of the molecular frameworks not easily accessible by other approaches. The peculiarity of some representative 1,2-anionotropic rearrangements is that they could involve either a carbon cation intermediate or are reversible rendering the development of catalytic enantioselective version challenging. In this talk we will present our recent work on the development of catalytic enantioselective 1,2-anionotropic rearrangements and their applications in the synthesis of natural products as well as bioactive compounds.² A novel type of 1,2-dyotropic rearrangement involving Pd(IV) as one of the migrating groups and its potential implication in reaction design will also be discussed.³

Anionic 1,2-Rearrangement

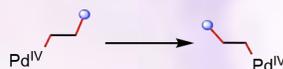


Pinacol, Meinwald
Wagner-Meerwein
.....



α -ketol
 α -iminol
 α -aminoketone

Pd(IV)-based 1,2-dyotropic rearrangement



Acknowledgments: We thank EPFL (Switzerland), Swiss National Science Foundation for financial supports.

¹ For a review, see: B. Delayre, Q. Wang, J. Zhu, *ACS Cent. Sci.* **2021**, 7, 559.

² a) H. Wu, Q. Wang, J. Zhu, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2016**, 55, 15411; b) H. Wu, Q. Wang, J. Zhu, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2017**, 57, 5858; c) H. Wu, R. Andres, Q. Wang, J. Zhu, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2019**, 58, 499; d) H. Wu, Q. Wang, J. Zhu, *J. Am. Chem. Soc.* **2019**, 141, 11372; e) G. Li, C. Piemontesi, Q. Wang, J. Zhu, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2019**, 58, 2870-2874; f) B. Delayre, C. Piemontesi, Q. Wang, J. Zhu, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2020**, 59, 13990-13997; g) H. Wu, Q. Wang, J. Zhu, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2020**, 59, 7261; h) Y.-P. He, H. Wu, Q. Wang, J. Zhu, *J. Am. Chem. Soc.* **2021**, 143, 7320.

³ a) J. Cao, H. Wu, Q. Wang, J. Zhu, *Nat. Chem.* **2021**, 13, 671; b) G. Yang, H. Wu, S. Gallarati, C. Corminboeuf, Q. Wang, J. Zhu, *J. Am. Chem. Soc.* **2022**, 144, 14047.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLENARIA

"Jesús Romo Armería: pionero de la investigación química en México"

Dr. Felipe León Olivares.

Escuela Nacional Preparatoria, UNAM, Plantel 1 "Gabino Barreda", felipeleon@unam.mx

Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 16:00 – 17:00 H

SEMBLANZA

Felipe León Olivares es Químico por la Facultad de Química de la UNAM, realizó sus estudios de Maestría en Ciencias en Metodología de la Ciencia en el Proyecto de Estudios Sociales, Tecnológicos y Científicos (PESTYC) del IPN. Así como el Doctorado en Ciencias en la especialidad de Investigaciones Educativas por el CINVESTAV-IPN. Adscrito a la Escuela Nacional Preparatoria de la UNAM en el Colegio de Química como Profesor de Carrera Titular C de Tiempo Completo definitivo, es tutor en la Maestría en Enseñanza Media Superior (MADEMS) en Facultad de Química de la UNAM. Actualmente es profesor invitado en el Posgrado de Filosofía de la Ciencia de la UNAM en el Seminario de Temas Selectos de Historia de la Ciencia. Impartió el curso de Ciencia y Sociedad en Facultad de Química de la UNAM entre 2012 - 2016. Sus líneas de investigación son: Historia de la educación química en México 1867-1971 y la cultura material en los gabinetes de ciencias en el siglo XIX. Actualmente su interés está centrado en la vida y obra del Dr. José F. Herrán. Es miembro de la Sociedad Química de México y de Historiadores de las Ciencias y las Humanidades. Ha impartido 220 conferencias tanto en México como en el extranjero. Así mismo, ha impartido una serie de cursos en la UNAM a través de DGAPA. Fue invitado por la Academia de Ciencias de Viena, Austria como ponente en el "Symposium Roots of Sexual Hormone Research", en homenaje a Carl Djerassi, en 2008. Participó como ponente en el simposio "Momentos Relevantes y Algunos Protagonistas en la Historia de la Química, celebrado en El Colegio Nacional, en 2015. Asimismo, fue ponente el Seminario del Departamento de Química CINVESTAV, tema "Los Laboratorios de Investigación Syntex: génesis y desarrollo de una industria estratégica para México", celebrada el 29 de junio de 2016 en Cinvestav, IPN, entre otras. Entre sus estancias académicas



destacan: Estancia en el Instituto de Investigaciones Sobre la Universidad y la Educación (IISUE)-UNAM: Estudios de género, la mujer en la química, bajo la dirección de la Dra. Ma. De Lourdes Alvarado, de enero a junio de 2008; Asimismo en el Departamento de Química en CINVESTAV, bajo la dirección del Dr. Pedro Joseph-Nathan, en 2006; Estancia en el Área de Educación Química en el Instituto de Química de la Universidad Federal de Rio Grande do Sul-Brasil, de mayo - agosto de 2010 bajo la dirección del Dr. José Claudio Del Pino. Así como la estancia en la Universidad de Valencia, bajo la dirección del Dr. Bertomeu, en 2016. Ha publicado 58 trabajos entre artículos, capítulos y libros. Ha sido invitado como árbitro en diferentes revistas de Historia de la ciencia.

Entre sus distinciones académicas destacan:

1. La Cátedra Especial "Gabino Barreda" en la Escuela Nacional Preparatoria de la UNAM en el ciclo escolar 2019-2020.
2. Premio Nacional "Andrés Manuel del Río" Nivel Educación Media Superior de Sociedad Química de México, en 2021.

Sus publicaciones más recientes:

León, Felipe (2021). Roberto Medellín y la institucionalización de la química en México. Boletín de la Sociedad Química de México, 15 (2), pp. 20-24.
León, Felipe y Gabriel Cuevas. (2022). Luis E. Miramontes: reflexiones a 70 años de la síntesis del principio activo del primer anticonceptivo oral. Boletín de la Sociedad Química de México, 16 (2), pp. 25-29.
Ramos, María de la Paz y Felipe León y Daniela Uresty (coord.), 2022, Perspectivas, desafíos y trascendencia de la Escuela Nacional Preparatoria hasta los albores del siglo XX. Homenaje a 150 años de su fundación, CEIICH/IQ, UNAM, México. EN PRENSA.

RESUMEN

La presente ponencia tiene por objetivo analizar y explicar la trayectoria académica del Dr. Jesús Romo Armería (1922-1977), cuya práctica profesional estuvo centrada en la síntesis orgánica, esteroides y productos naturales. La exposición destaca su formación académica en la Escuela Nacional de Ciencias Químicas, hoy Facultad de Química de la UNAM y en la Escuela de Graduados de la UNAM. Así como su trabajo de investigación en los Laboratorios de Investigación Syntex y su labor como investigador en el Instituto de Química de la UNAM. Su productividad científica lo hizo acreedor al Premio Nacional de Ciencias

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

y Artes, en 1971. La exposición pretende conmemorar el centenario del nacimiento del Dr. Romo Armería, como el químico mexicano más destacados en el México de siglo XX.

PLENARIA

Machine Learning for Accurate Energies and Forces in molecular systems. Uses in conformational searches and free energy calculations.

Prof. Adrián E. Roitberg

Full Professor of the Department of Chemistry, University of Florida

Modera: Dr. Alberto Vela Amieva

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 9:30 – 10:30 H

BIOSKETCH



Adrian E. Roitberg is a Professor in the Chemistry Department at the University of Florida. He has been funded by DOE, NIH, and NSF over the years. His research resides on development and uses of enhanced sampling techniques for molecular modeling. He is one of the core-developers of the suite of programs AMBER. His group works on biomolecular systems, but also on excited electronic states in polymers with importance in green energy harvesting. Recently his emphasis has been on adding variables like pH to the molecular modeling toolbox, and also on the development and use of machine learning techniques to mimic quantum mechanical energies and forces, but at very low computational cost.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

CONFERENCIA

Presentación Oficial de la Tabla Periódica Digital de la Sociedad Química de México

Dra. Violeta Mugica Álvarez

Departamento de Ciencias Básicas, Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco

Modera: Dr. Gabriel E. Cuevas González Bravo

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

LUNES 29 DE AGOSTO, 10:00 – 10:30 H

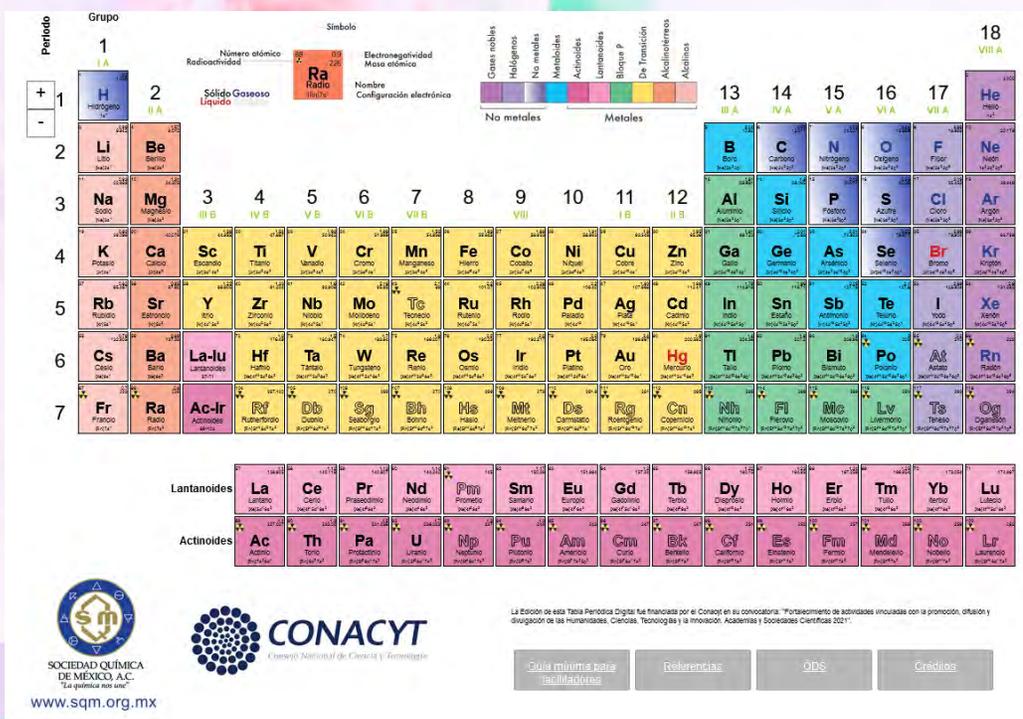
https://youtu.be/Hhv4G_wuEJg

SEMBLANZA

La **Dra. Violeta Mugica Álvarez** obtuvo la Licenciatura en Química en la FES-Cuautitlán-UNAM y su maestría y doctorado en Ingeniería Ambiental en la Universidad Nacional Autónoma de México. Es profesora titular C en el Depto. de Ciencias Básicas de la UAM-Azcapotzalco y en 2016 fue galardonada como Profesora Distinguida de Universidad Autónoma Metropolitana por su trayectoria como académica e investigadora. Ha dirigido 6 tesis de doctorado, 29 tesis de maestría y 34 de licenciatura. Ha publicado alrededor de 70 artículos en revistas indexadas, en Scopus tiene un Factor H de 20 y su nombramiento en el Sistema Nacional de Investigadores de Nivel III. Ha sido profesor visitante en el



Instituto Tecnológico de Rochester en Química Atmosférica y ha realizado estancias cortas de investigación en la Universidad Politécnica de Barcelona y el Instituto de Catálisis y Petroquímica en Madrid. Destaca su colaboración en el desarrollo de proyectos financiados por SEMARNAT, INECC, y el Programa de Naciones Unidas para el Desarrollo enfocadas en la evaluación de problemas ambientales. Sus líneas de investigación se relacionan con la aplicación de métodos químicos para la evaluación de la calidad del aire, agua y suelo, así como para la prevención, mitigación y solución de dichos problemas. Actualmente es Prosecretaría Ejecutiva de la Sociedad Química de México.

The image shows a detailed digital periodic table of elements. It includes the following features:

- Grid Structure:** Rows are labeled 'Período' (1-7) and columns are labeled 'Grupo' (1-18).
- Element Properties:** Each element cell contains its symbol, name, atomic number, and state (e.g., 'Sólido', 'Gaseoso', 'Líquido').
- Color Coding:** Elements are color-coded by groups: Group 1 (blue), Group 2 (orange), Groups 3-10 (yellow), Groups 11-12 (green), Groups 13-16 (purple), Group 17 (red), Group 18 (pink).
- Legend:** A color key at the top identifies groups: Grupos nobles (purple), Gases nobles (pink), No metales (yellow), Metales (orange), Actinoides (red), Lantanoides (blue), Bloque P (purple), De Transición (green), Alcalinotérreos (orange).
- Additional Data:** Headers include 'Número atómico', 'Radioactividad', 'Electronegatividad', 'Masa atómica', 'Nombre', and 'Configuración electrónica'.
- Lanthanoides and Actinoides:** These series are shown below the main table.
- Logos and Text:** The SQM logo is in the top left, and the CONACYT logo is in the bottom left. A small text block at the bottom right mentions the table was financed by CONACYT.
- Navigation Buttons:** Buttons for 'Química mínima para facilitadores', 'Referencias', 'ODS', and 'Créditos' are located at the bottom.

<https://sqm.org.mx/TPD-SQM/>

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

CONFERENCIA

"Implicaciones de la nanotecnología en el procesamiento, conservación y envasado de alimentos"

Dra. María de la Luz Zambrano Zaragoza.

Facultad de Estudios Superiores- Cuautitlán, Universidad Nacional Autónoma de México, Premio Nacional de Química "Andrés Manuel del Río", área Tecnológica, categoría Desarrollo Tecnológico, edición 2022.

Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

MARTES 30 DE AGOSTO, 16:00 – 16:30 H

<https://youtu.be/taZmAXPvxd0>



SEMBLANZA

La **Dra. María de la Luz Zambrano Zaragoza**, nació en Tepic Nayarit el 3 de septiembre de 1967, es Ingenieria Bioquímica (1989) por el Tecnológico Nacional de México (ITTepic). Laboró en Liconsa S. A. de C. V. Querétaro (1989-1992). Actualmente es Profesor de Carrera Titular "C", PRIDE "D" (2020-2025) y SNI II (2020-2024). En 1992 realizó sus estudios de Maestría en Ciencias con especialidad en alimentos ENCB-IPN. En 1993 inició su labor docente en la FES-Cuautitlán-UNAM como profesor de asignatura de Tecnología de Alimentos III (frutas y hortalizas), Tecnología de Alimentos IV (Biotecnología), Ingeniería de Alimentos IV (Bioingeniería) y LEM IV (Transferencia de calor), en 2004 obtiene la plaza de carrera en el área "Vida útil y comportamiento termodinámico y mecánico en los alimentos". En 2013 obtuvo el doctorado en Ciencia de los Alimentos en el PROPAC de la UAQ. Es responsable del Laboratorio de Transformación y Tecnologías Emergentes



de Alimentos en la UIM. Su línea de investigación es sobre aplicaciones de la nanotecnología y otras tecnologías emergentes para el incremento de la vida útil de alimentos. Ha sido responsable de 5 proyectos PAPIIT, 7 proyectos PIAPI y participado en 1 proyecto de Ciencia Básica y 2 de infraestructura CONACyT. Cuenta con 41 publicaciones JCR, y 7 capítulos de libro, 82 tesis de licenciatura, 7 de maestría y 2 de doctorado, 7 patentes otorgadas, 4 solicitudes de patente en evaluación por el IMPI, ganadora en 3 ocasiones del Premio PROFOP-UNAM, ganadora el premio COMECARNE a la innovación para productos frescos otorgado por el Consejo Mexicano de la Carne. Fue miembro del Comité Académico del Posgrado en Ciencias Químicas y Miembro del Comité Nacional y Científico de SOMEICCA A. C. Ha participado con más de 150 trabajos en congresos internacionales y 70 en nacionales.

RESUMEN

Durante los últimos 20 años la nanotecnología ha tenido gran impacto en el área de procesamiento, conservación y envasado de alimentos. Inicialmente los sistemas nanoestructurados se desarrollaron con la finalidad de aprovechar el positivo efecto que implica el tamaño nanométrico y por ende el área superficial expuesta que permite una mejor distribución de sustancias activas con capacidad antioxidante y antimicrobiana; sumado al hecho de que los nanosistemas con bioactivos son capaces de proteger los alimentos de las condiciones ambientales, logrando además tener un control de liberación lo que permite que los componentes como fenoles, flavonoides, terpenoides y otros metabolitos secundarios puedan liberarse en matrices alimentarias controlando de esta manera reacciones de oxidación que contribuyen a su deterioro y por ende a cambios sensoriales, físicos, químicos y microbianos. Nuestro grupo de investigación multidisciplinario lleva más de 15 años desarrollando, caracterizando y evaluando nanocontenedores alimenticios como vectores capaces de modificar las actividades enzimáticas, reacciones de oxidación y crecimiento microbiano. En las etapas iniciales de nuestras investigaciones se probó β -caroteno y α -tocoferol, posteriormente se desarrollaron técnicas de nanoencapsulación para aceites esenciales y extractos hidroalcohólicos de plantas para ser aplicados en el desarrollo de recubrimientos comestibles, en sistemas protectores térmicos para la pasteurización de bebidas, en el recubrimiento de granos y semillas con efecto inhibidor del crecimiento de hongos e incremento de vida útil. Alternadamente, se desarrollaron nanosistemas funcionalizados con aceites esenciales preparados por secado por aspersión en los que se han probado los cambios en actividad antioxidante y estabilidad del bioactivo. Actualmente, se están desarrollando nanofibras aplicadas como sistemas de recubrimiento para incrementar la vida útil de alimentos, además, de promover el aprovechamiento integral de los subproductos de la industria agroalimentarios llevando a cabo la obtención y nanoencapsulación de péptidos bioactivos, evaluando sus propiedades funcionales y su potencial utilización como aditivos naturales. Todas estas investigaciones han dado lugar al patentamiento y desarrollo de soluciones viables para alimentos más saludables y el aprovechamiento de los recursos naturales provenientes de subproductos de la industria alimentaria. Por lo que en una sociedad en continuo cambio y

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

en la que se requieren nuevos productos con valor agregado la nanotecnología se muestra como una alternativa que promoverá la conservación, funcionalidad de los alimentos y sostenibilidad.

CONFERENCIA

"Síntesis y reacciones de azidas aromáticas fluoradas y/o nitradas"

M. en C. Francisca Johana Aguilar Costilla.

Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Premio a la Mejor Tesis de Maestría "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022.

Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 17:00 – 17:30 H

<https://youtu.be/41wCTs2NpmE>



SEMBLANZA

La M. en C. Francisca Johana Aguilar Costilla es originaria del municipio de Moctezuma, San Luis Potosí. Estudió la Lic. en química en la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, obteniendo el mejor promedio de aprovechamiento de la generación 2014-2018 y titulándose con mención honorífica.

Posteriormente realizó sus estudios de maestría en la misma Universidad, desarrollando el proyecto titulado "Síntesis y reacciones de azidas aromáticas fluoradas y/o nitradas", el cual fue asesorado por la Dra. Elisa Leyva Ramos y co-asesorado por el Dr. Antonio Martínez Richa.



Actualmente es estudiante del Doctorado en Ciencias Químicas en la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí y es profesora-hora clase en la misma institución.

Cuenta con varias publicaciones en la colección de memorias de los congresos de la Sociedad Química de México, en la revista Latinoamericana de Química y en las memorias de la Academia Mexicana de Química Orgánica. Así mismo, ha publicado dos artículos científicos en revistas indexadas.

RESUMEN

Las azidas aromáticas son compuestos ampliamente utilizados en el marcaje por fotoafinidad (técnica empleada en el diagnóstico y terapia contra el cáncer), en la química de materiales y en la síntesis de compuestos heterocíclicos con actividad biológica, como triazoles, azepinas y benzofuroxanos. En este trabajo se presenta la síntesis de varias azidas aromáticas mononitradas, dinitradas, trifluoradas y tetrafluoradas, empleando tres metodologías: i) mediante calentamiento convencional, ii) con calentamiento en presencia del tetrafluoroborato de tetraetilamonio, el cual funciona como un catalizador de transferencia de fase (CTF) y iii) utilizando una fuente de energía alterna como irradiación de microondas. La síntesis se llevó a cabo por una Sustitución Nucleofílica Aromática (SNAr), a partir de azida de sodio y bencenos con un grupo electroattractor, sustituidos con un halógeno en posición orto y/o meta. En presencia del CTF esta reacción se vio favorecida, disminuyendo los tiempos de reacción y mejorando los rendimientos. En este trabajo se pudo demostrar el efecto catalítico del tetrafluoroborato de tetraetilamonio, por lo que el CTF puede ser empleado en otras reacciones que involucren procesos heterogéneos para incrementar la velocidad de reacción. También se llevó a cabo la síntesis de varias trifluorofenilazidas y tetrafluorofenilazidas. Se demostró que el tipo de productos que se obtienen depende de la cantidad de azida de sodio y de la fuerza del grupo electroattractor.

Los 1,2,3-triazoles fluorados son compuestos heterocíclicos de gran importancia, algunos de ellos actúan como agentes antifúngicos, antivirales, antibacterianos, anti-VIH, y vasorelajantes. En este trabajo, se llevó a cabo la síntesis de nuevos 1,2,3-triazoles fluorados mediante una cicloadición 1,3-dipolar de una azida aromática y un alquino terminal, utilizando Cu(I) como catalizador. La metodología empleada entra en el concepto de química "click", ya que conduce a la generación de un solo producto, es fácil de llevar a cabo desde el punto de vista experimental y la purificación del producto resulta relativamente sencilla.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

CONFERENCIA

"Hacia la construcción de máquinas moleculares basadas en derivados de carbazol: relación entre la estructura cristalina y el movimiento rotacional intramolecular"

Dr. en C. José Abraham Colin Molina.

Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México. Premio a la Mejor Tesis de Doctorado "Rafael Illescas Frisbie", edición 2022.

Modera: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 9:00 – 9:30 H

https://youtu.be/wDgkMGd_Ee0



SEMBLANZA

El Dr. José Abraham Colin Molina estudió la Licenciatura en Química en la Universidad Autónoma del Estado de México defendiendo su tesis en síntesis orgánica en 2014 bajo la dirección del Dr. David Corona Becerril. Posteriormente realizó sus estudios de Maestría y Doctorado en Ciencias en el Instituto de Química de la UNAM, trabajando en química del estado sólido bajo la supervisión del Dr. Braulio Rodríguez Molina obteniendo ambos grados con Mención Honorífica en 2016 y 2021 respectivamente. En 2019 fue galardonado con la Medalla



Anual al Mérito Universitario "Alfonso Caso" por haber sido el graduado más distinguido en 2016 del programa de Ciencias Químicas de la UNAM. Cuenta con 14 publicaciones en revistas indexadas y un capítulo de libro. Ha participado en congresos nacionales e internacionales presentando diversos aspectos de su investigación. Actualmente se encuentra realizando una estancia postdoctoral en el campo de la electrónica molecular en el Departamento de Ingeniería Química y Ciencia de Materiales de la Universidad de Minnesota, EUA.

RESUMEN

La investigación reciente en el campo de los sólidos funcionales ha indicado que algunas propiedades emergentes de los cristales muestran una relación sinérgica con el movimiento de sus moléculas; por lo cual, resulta imperativo abordar el estudio de este último. El conocimiento generado en el campo de las máquinas moleculares en estado sólido sugiere que existen requerimientos estructurales que se deben cumplir para observar movimiento molecular de alta frecuencia, por lo que también han sido llamados cristales amfidinámicos. La esencia del presente trabajo fue demostrar como el uso de algunos derivados de carbazol puede dar lugar al ensamblaje de máquinas moleculares con movimientos rotacionales altamente eficientes.

Para evidenciar nuestras ideas, se prepararon diferentes rotores moleculares covalentemente unidos con átomos de halógeno en la periferia y otros con fragmentos alifáticos en la estructura de carbazol. El primer grupo de rotores permitió demostrar que la posición del halógeno es relevante para generar diferentes interacciones intermoleculares dentro del cristal, lo cual resultó en un cambio de la dinámica intramolecular. Los resultados obtenidos se publicaron en la revista insignia de la Royal Society of Chemistry, *Chemical Science*, 2019, 10, 4422 (F.I. 9.97). La segunda idea demostró que los movimientos vibracionales y conformacionales tienen el alcance de activar y modular el movimiento rotacional en cristales y más aún, se comprobó la coexistencia de movimiento molecular y fluorescencia en el estado sólido, los detalles de estos estudios se reportaron en la revista especializada *CrystEngComm*, 2020, 22, 3789 (F.I. 3.84).

Posteriormente, se prepararon una serie de rotores supramoleculares cristalinos ensamblados por enlaces de hidrógeno. El primero se reportó en la prestigiosa revista *Matter*, 2019, 1, 1033 (F.I. 19.96), ya que mostró un cambio macroscópico muy notorio alrededor de 40 °C, con una inesperada transducción de energía térmica en energía mecánica (efecto termosaltante o de cristales saltarines), siendo uno de los primeros ejemplos donde se reporta movimiento a escala molecular y macroscópica. Es importante notar que este trabajo fue resaltado por el Prof. Sir Fraser Stoddart, Premio Nobel de Química 2016 como el futuro de las máquinas cristalinas. Con la intención de explorar el alcance de nuestro diseño molecular investigado anteriormente, se prepararon análogos con átomos de halógeno en su periferia, resultando en sólidos con frecuencias de rotación récord reportadas en la literatura (1.4 THz y 0.76 THz a temperatura ambiente) e inusuales cambios estructurales. Los hallazgos anteriores fueron reportados en la prestigiosa revista *Chem. Eur. J.*, 2020, 26, 11727 (F.I. 5.02), el cual que fue seleccionado como "HOT PAPER". Finalmente, con todo el conocimiento adquirido a partir de los cristales moleculares reportados, se diseñó un par de rotores multicomponente con los cuales se demostró la viabilidad de preparación de materiales cristalinos con dos componentes móviles ultrarrápidos. Esta última aportación fue publicada en la revista más importante del área *Cryst Growth Des.* 2022, 22, 673 (F.I. 4.05). En su conjunto, los resultados de esta tesis demuestran que la ciencia realizada en México puede ser de vanguardia y que

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

es atractiva para grupos de investigación en el extranjero. Se considera que los cristales con movimiento molecular serán clave en el diseño de sólidos con aplicaciones tecnológicas en el futuro, por lo que se espera que la presente tesis contribuya en el entendimiento de la relación entre estructura cristalina y movimiento intramolecular.

CONFERENCIA

"Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas. COMECEP"

Dr. Leobardo Manuel Gómez Oliván.

Profesor Investigador, Laboratorio de Toxicología Ambiental, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México. Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas.

Moderador: Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 9:00 – 9:30 H

SEMBLANZA

El Dr. Leobardo Manuel Gómez Oliván es Químico Farmacéutico Industrial (1997) y Maestro y Doctor en Ciencias Químico-Biológicas con especialidad en Toxicología por el Instituto Politécnico Nacional (en los dos últimos casos obteniendo mención honorífica). Actualmente se desempeña como profesor de tiempo completo de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma del Estado de México en Toluca, Estado de México.

Su carrera como investigador se ha centrado en el área de Toxicología Ambiental Farmacéutica, particularmente en el desarrollo y evaluación de técnicas para identificar los efectos tóxicos de contaminantes como plaguicidas, metales y los denominados "contaminantes emergentes" (fármacos) en aguas de origen natural y residuales (efluentes industriales y hospitalarios) utilizando diferentes modelos biológicos como *Daphnia magna*, *Hyalella azteca*, *Lithobates catesbeianus*, *Xenopus laevis*, *Danio rerio*, *Onchorynchus mykiss* y *Cyprinus carpio*.

Su expertise está documentada por contar con 140 artículos internacionales (el 94% indizados al Journal Citation Reports). A la fecha cuenta con el Hirsch-Index de 28 y el número total de citas en Scopus es de 2079 (agosto 2022) y con 2965 citas y Hirsch-Index de 31 en Google Scholar. Ha sido editor de 7 libros cuatro de ellos nacionales y tres internacionales (Springer International Publishing) y autor de 39 capítulos de libro. En referencia a su actividad como formador de recursos humanos, ha dirigido 61 tesis de licenciatura, 47 de maestría y 24 de doctorado (agosto de 2022). Además ha dirigido tres proyectos posdoctorales y una estancia sabática. Ha sido responsable de 21 proyectos de investigación con diferentes fuentes de financiamiento (institucional, prodep y CONACYT) y ha sido participante en 13 proyectos.

Dentro de sus distinciones, pertenece al Sistema Nacional de Investigadores de CONACYT desde 2007 (Actualmente



Investigador Nacional Nivel 3) y es perfil deseable por el Programa para el Desarrollo Profesional Docente, para el Tipo Superior (PRODEP) de la Secretaría de Educación Pública desde 2001.

Fue Secretario de la Asociación Mexicana de Farmacéuticos de Hospital, A.C. en el periodo 2003-2006, Vicepresidente de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química

Ambiental A.C. en el periodo 2018-2020, Presidente de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental A.C. en el periodo 2020-2023. Presidente del Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas 2022-2023.

Ha sido reconocido por su labor en investigación y ha sido acreedor a diversos premios y reconocimientos en su carrera entre los que destacan: mención honorífica en la obtención de los grados de maestría y doctorado, ganador del primer lugar de proyectos de investigación 2011 otorgado por el Instituto de Nutrición y Salud Kellogg's, recibió el premio a mejor profesor investigador en el área Química de la Universidad Autónoma del Estado de México 2013 por la Asociación Nacional de Escuelas y Facultades de Química AC. En octubre de 2019, ganó el Primer lugar en la Primera edición del Premio Carmen Becerril Martínez otorgado por la Asociación Mexicana de Farmacovigilancia A.C. En diciembre de 2019, se hizo acreedor al Reconocimiento a la Excelencia Farmacéutica en la categoría Trayectoria Profesional Académica por su destacada labor en docencia e investigación, dicho premio fue otorgado por el Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos México, A.C.

Es miembro del Editorial Board de la revista Science of the Total Environment (desde 2017 a la fecha), del Advisory Board de la revista Heliyon Environment (desde enero de 2019), y en septiembre fue nombrado como parte del Editorial Board de Environmental Chemistry and

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Toxicology de la revista Environmental Research. Las tres revistas son de la Editorial Elsevier. Así mismo, la primera y tercera son consideradas como revistas insignias por Elsevier en el área de Medio Ambiente. Así mismo en

2021, lo consideraron con base en su trayectoria en investigación como Member of the Editorial Board (2022-2024) de la revista Water Emerging Contaminants & Nanoplastics.

SIMPOSIO

"En Homenaje al Prof. José Luis Gázquez Mateos"

Dr. José Luis Gázquez Mateos. Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.

Dr. Marcelo Galván Espinosa. Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.

Prof. Weitao Yang. Department of Chemistry, Department of Physics, Duke University, USA.

Prof. Paul Ayers. Faculty of Science, Department of Chemistry & Chemical Biology, McMaster University.

Modera: Dr. Marcelo Galván Espinosa

Organizadores: Dr. Alberto Vela Amieva & Dra. Annia Galano Jiménez

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 17:00 – 19:30 H

"Some Applications of Softness in Electrochemistry"

Dr. Marcelo Galván Espinosa. Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.

SEMBLANZA

El profesor **Marcelo E. Galván Espinosa** estudió la Licenciatura en Química en la Facultad de Química de la UNAM. Obtuvo el grado de Doctor en la División de Ciencias Básicas e Ingeniería de la UAM-I en 1988 y realizó una estancia posdoctoral en el Departamento de Física del Instituto Tecnológico de Massachusetts en el período de 1991 a 1993. Es miembro del Sistema Nacional de Investigadores con el nombramiento de Investigador Nacional nivel III y es profesor titular C adscrito al área de Físicoquímica Teórica del Departamento de Química de la UAM-I. Sus líneas de investigación han sido, 1) el estudio de la estructura electrónica y reactividad de moléculas y biomoléculas; 2) adsorción de átomos y moléculas en superficies metálicas; 3) estudio de coeficientes de respuesta en modelos dependientes del spin; 4) estudios de dinámica molecular ab-initio; 5) estructura electrónica de materiales para el almacenamiento de energía.



Ha graduado como asesor a más de 10 alumnos del posgrado en química de la UAM-I. Ha publicado más de 60 artículos de investigación en revistas de circulación internacional con arbitraje estricto.

Ha sido árbitro de las revistas Journal of the American Chemical Society, Journal of Physical Chemistry A y B, Chemical Physics Letters, Journal of Chemical Physics, Journal of Molecular Structure (THEOCHEM), Journal of the Mexican Chemical

Society. Para CONACYT ha sido evaluador académico de proyectos de investigación, de programas de posgrado, y de los programas fronteras de la ciencia y laboratorios nacionales.

En el ámbito internacional ha sido evaluador de proyectos de investigación para los gobiernos de Chile y de Colombia. Es miembro de la Sociedad Química de México, de la Academia Mexicana de Ciencias y de la American Chemical Society.

ABSTRACT

The use of global and local softness to rationalize some electrochemical processes is presented. On the one hand, the redox process occurring in the cathode of an intercalation battery is analyzed for a series of bimetallic oxide compounds. Also, a relationship of softness to global and local capacitances of a solid-liquid interface is examined; this relationship is tested in graphene and in metal oxides surfaces.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

"Conceptual Density Functional Theory for Interacting Species"

Dr. José Luis Gázquez Mateos. Departamento de Química, Área de Físicoquímica Teórica, Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.

SEMBLANZA

El **Dr. Gázquez Mateos**, es Profesor Distinguido de la UAM.

Nació en la Ciudad de México en 1948. Es Profesor Distinguido de la Universidad Autónoma Metropolitana desde 2009. Realizó sus estudios de licenciatura en Ingeniería Química en la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México, de 1967 a 1971, y de doctorado en Físicoquímica Teórica (Ph. D.) en The Johns Hopkins University de 1971 a 1976.

A su regreso a México trabajó en la Facultad de Química de la UNAM, de 1976 a 1982, y de 1982 a 2001, se desempeñó como Profesor Titular C, en el Departamento de Química, de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería, de la Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Iztapalapa. En ambas instituciones ha realizado tareas de investigación y de docencia, tanto en el nivel de licenciatura como en el de posgrado, en los campos vinculados con la físicoquímica teórica. Ha dirigido 14 tesis, 6 de ellas de doctorado. De éstas, una obtuvo el Premio Weizmann a la mejor tesis doctoral en el Área de Ciencias Naturales y Exactas de la Academia Mexicana de Ciencias (1990), y otra el Premio del Instituto de Investigación en Materiales de la UNAM a la mejor tesis doctoral (1996).

Su trabajo de investigación, en química teórica, ha estado centrado en el desarrollo de la teoría de funcionales de la densidad, como alternativa importante a la química



cuántica convencional, para el cálculo de la estructura electrónica de átomos y moléculas. En este campo ha hecho contribuciones relevantes tanto al desarrollo formal de la teoría, como a su aplicación al estudio y comprensión de la reactividad química, estableciendo relaciones que permiten, por medio de la densidad electrónica, extraer la información química más significativa, contenida en la función de onda multieletrónica, en términos de propiedades tales como la electronegatividad y la dureza.

Es miembro del Sistema Nacional de Investigadores (Nivel III). En la Universidad Autónoma Metropolitana, ocupó los cargos de Jefe del Área de Química Cuántica (1983-1985), Jefe del Departamento de Química (1985-1989), Director de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería (1990-1994), Rector de la Unidad Iztapalapa (1994-1997) y Rector General (1997-2001). De enero de 2002, a mayo de 2005, trabajó en el Instituto Mexicano del Petróleo, donde se desempeñó, primeramente, como Coordinador Académico de Posgrado y, posteriormente, como Director Ejecutivo de Investigación y Posgrado. Desde junio de 2005 es, nuevamente, Profesor del Departamento de Química, de la UAM-Iztapalapa.

En el año de 2008 la Sociedad Química de México le dio el Premio "Andrés Manuel del Río" por su labor de investigación en el desarrollo de la Teoría de los Funcionales de la Densidad (DFT).

ABSTRACT

The theoretical framework of density functional theory has played a very important role in the study of a wide variety of molecular interactions through the analysis of the intrinsic reactivity of a system in terms of quantities with great chemical significance, like the chemical potential (electronegativity), the hardness, the Fukui function, and the dual descriptor. In general, these response functions have been evaluated for the electronic structure of the isolated species. However, it seems to be important to incorporate into the analysis the changes that may occur, particularly in the chemical potential and the hardness, when the two systems are in the presence of each other. In this talk we will present a first order perturbation approach to go beyond the isolated values, and how it translates into the conceptual density functional theory language, to analyze the main elements introduced by this procedure and to discuss its consequences.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

"Describing Chemical Reactivity with Frontier Molecular Orbitals"

Prof. Weitao Yang, Department of Chemistry, Department of Physics, Duke University, USA.

BIOSKETCH

Prof. Yang, the Philip Handler Professor of Chemistry, is developing methods for quantum mechanical calculations of large systems and carrying out quantum mechanical simulations of biological systems and nanostructures. His group has developed the linear scaling methods for electronic structure calculations and more recently the QM/MM methods for simulations of chemical reactions in enzymes.



Current Appointments & Affiliations:

Philip Handler Distinguished Professor of Chemistry, Chemistry, Trinity College of Arts & Sciences 2003.
Professor of Chemistry, Chemistry, Trinity College of Arts & Sciences 1999
Faculty Network Member of The Energy Initiative, Nicholas Institute-Energy Initiative, Initiatives 2012.

ABSTRACT

Locality in physical space is critical in understanding chemical reactivity in the analysis of various phenomena and processes in chemistry, biology, and materials science, as exemplified in the concepts of reactive functional groups and active sites. Frontier molecular orbitals (FMOs) pinpoint the locality of chemical bonds that are chemically reactive because of the associated orbital energies and thus have achieved great success in describing chemical reactivity, mainly for small systems. For large systems, however, the delocalization nature of canonical molecular orbitals makes it difficult for FMOs to highlight the locality of the chemical reactivity. To obtain localized molecular orbitals that also reflect the frontier nature of the chemical processes, we develop the concept of frontier molecular orbitals (FMOLs) for describing the reactivity of large systems. The concept of orbitals was developed recently in the localized orbital scaling correction method, which aims for eliminating the delocalization error in common density functional approximations. Orbitals are localized in both physical and energy spaces and thus contain both orbital locality and energy information. The FMOLs are thus the orbitals with energies highest among occupied orbitals and lowest among unoccupied ones. The applications of FMOLs to hexadeca-1,3,5,7,9,11,13,15-octaene in its equilibrium geometry, inter- and intra-molecular charge-transfer systems, and two transition states of a bifurcating reaction demonstrate that FMOLs can connect quantum mechanical treatments of chemical systems and chemical reactivities by locating the reactive region of large chemical systems. Therefore, FMOLs extend the role of FMOs for small systems and describe the chemical reactivity of large systems with energy and locality insight, with potentially broad applications.

Reference

[1] J. Yu, N. Q. Su, and W. Yang, "Describing Chemical Reactivity with Frontier Molecular Orbitals," JACS Au, vol. 2, no. 6, pp. 1383–1394, Jun. 2022, doi: 10.1021/jacsau.2c00085.

Prof. Paul Ayers, Faculty of Science, Department of Chemistry & Chemical Biology.

BIOSKETCH

Background:

Undergraduate(1992-1996): David Lipscomb University (Nashville, Tennessee, U.S.A.)

Graduate(1996-2001): Department of Chemistry; The University of North Carolina at Chapel Hill (U.S.A.)

Postdoctoral Associate (2001-2002): Department of Chemistry; Duke University (U.S.A.)



Employment History:

Assistant Prof. (2002-2007): Department of Chemistry & Chemical Biology; McMaster University (Canada)

Associate Prof. (2007-2013): Department of Chemistry & Chemical Biology; McMaster University (Canada)

Professor (2013-present): Department of Chemistry & Chemical Biology; McMaster University (Canada).

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

TERTULIA LITERARIA

Escritora Gabriela Guerra Rey,

Modera: Dra. Annia Galano

SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 16:00 – 17:00 H



SEMBLANZA

Gabriela Guerra Rey es Escritora, periodista y editora cubano-mexicana. Aspirante a la libertad física, de palabra y acción. Isla vencida, emigrante eterna, aventurera y respetuosa de los derechos del hombre/la mujer y la naturaleza. El sentido de la vida está en la belleza... Contemplarla es toda mi ilusión!

Nacida en Cuba a principios de los ochenta, se graduó de Economía y Periodismo, fue escritora de Radio Taíno, colaboradora de numerosos medios, escritora para cine, reportera y corresponsal de Prensa Latina, hasta el año 2010 en que emigró a México, país del cual es ciudadana desde 2016.

Ha escrito y trabajado como periodista y editora —en Cuba, México, España y otros países—, para Ecoperiodismo, Radio Taíno, Cubahora, Cubasí, Prensa Latina, Orbe, Efecto TV, Telesur, Netmedia, Cómo Funciona, Inversionista, Valor Corporativo, Culturama, [La Mascarada](#), Malecón, Proceso, México Desconocido, Alto Nivel, Forbes México, Entrepreneur, Experiencia Gourmet, Delicias de la cocina, GM Editores, ¡HOLA! México, Impresiones Aéreas-G21, ContraRéplica y [OnCuba](#).

Durante varios años en Cuba escribió guiones para el dramatizado *Hablando de Cuba*. Trabajó con Alfredo Ureta como guionista de cine. Fue corresponsal de Prensa Latina en México y reportera de Televisión en Efecto TV. Directora editorial de varios proyectos y actualmente dirige la agencia de contenidos editoriales y de comunicación [Aquitania Storytelling](#) y el sitio literario [A4manos](#). Es miembro de la revista internacional [La Ninfa Eco](#), con sede en Reino Unido, dirige el proyecto [Bahía de Talleres](#) y es fundadora junto a Annia Galano de [editorial Aquitania](#).

Ha editado, entre muchos, a escritores como la argentina Liliana Díaz Mindurry (*La Dicha*-Huso 2019), al cubano-mexicano Gustavo Borges (*Los duros del maratón*- Südpol-2019) y a los españoles Iñaki Abad (*Las amargas mandarinas*-Huso-2018) y Miguel Rojo (*Resulta fácil hablar del día que vas a morir*- Huso-2019).

Imparte talleres literarios, de lectura y de Storytelling. En sus tiempos libres viaja por el mundo, sube montañas y corre maratones. Ama las bellas artes y admira la belleza como la única forma de salvación.

https://es.wikipedia.org/wiki/Gabriela_Guerra_Rey

OBRA PUBLICADA

Novela epistolar, *Hellena de Todas Partes*. Finalista de los premios de novela Ciudad de Badajoz, 2020, España. Editorial Aquitania Siglo XXI, 2021, México.



Antología de cuentos inspirados en Jorge Luis Borges, *Borges, el hombre que no sabe morir*. Junto a los escritores Froilán Escobar y Andrey Araya. Editorial Nueva Generación, 2021, Argentina.

Primera antología de cuentos, dividida en cinco libros, *Los amores prohibidos de la muerte*. Editorial Huso, 2019, España.

Antología de cuentos iberoamericanos: *Los cuentos que Pessoa no escribió*, Antología que celebra el 130 aniversario de su nacimiento, en coedición con Mayda Bustamante. Edición bilingüe, Editorial Huso, 2018-2019- para España y Portugal.

Novela testimonial y erótica, *Luz en la piel, cinco voces de mujer*. Editorial Huso, 2018, España.

Antologada en *Rulfo, cien años después. Veintitrés narradores lo celebran*. Antología de cuentos, selección de Mayda Bustamante. Cuento: "Polvo de olvido. Cuentos de aparecidos".

Novela de ficción: *Bahía de Sal*, Premio Juan Rulfo a primera novela, 2016. España y México (2017, 2018) por editoriales Huso e Hiperlibro. Editorial Sumnumérica, Arequipa, 2019, para Perú, Bolivia, Ecuador, Colombia y Chile.

Testimonio: *Nostalgias de La Habana, memorias de una emigrante*. Editorial Sudpol, 2017, Buenos Aires, Argentina.

Colección de cuentos en revistas latinoamericanas: *La Mascarada* (México), *Malecón* (Chile).

Columna Partes de Guerra en revista cubano-estadounidense *OnCuba*.

Blog periodístico y literario: [guerraa4manos.com](#)

Monte y ciervo herido (en coautoría con Félix Guerra), divulgación científica, editorial Gente Nueva, Cuba (2010).

Crónicas literarias y cuentos en numerosos medios de Cuba, México, España, Estados Unidos y otros países.

Integra varias antologías de cuentos y crónicas periodísticas publicadas en España y Estados Unidos.

PREMIOS

Premio Juan Rulfo a primera novela por *Bahía de Sal*, otorgado por el Instituto Nacional de Bellas Artes de México (2016).

Tercer lugar en la 3a. Edición del Premio OCCMundial de Recursos Humanos por el reportaje de género: "Tres mujeres una historia", publicado en la revista *Inversionista*, México (2014).

Segundo premio de la Unión de Periodistas de Cuba en el concurso nacional 26 de Julio, por el análisis sobre la crisis económica internacional de 2008, publicada en Agencia de noticias Prensa Latina (2009).

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

TALLER

"Unidad de Desarrollo Tecnológico: Vinculación para Desarrollo, Transferencia y Soporte Tecnológico"

M. en C. José Pablo Montoya Ángel.

Responsable de la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT), Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.

Modera: M. en C. Guillermo Roura Pérez

SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ

LUNES 29 DE AGOSTO, 15:00 – 18:30 H



Objetivo: Desglosar algunos elementos técnicos y regulatorios que están involucrados en el Desarrollo y Transferencia de Tecnología en la fabricación de principios activos.

¿Qué aprenderá el público?

Conocerá algunos de los elementos técnicos-regulatorios con los cuales se lleva a cabo el desarrollo de un proceso de fabricación, así como los elementos involucrados en transferencia de tecnología.

¿Se requieren conocimientos previos para tomar el taller? No

¿Se requiere de algún material especial para tomar el taller? No

Modalidad del taller: Híbrido

Capacidad máxima: 20 asistentes

Requiere registro previo: Si



UNIDAD DE DESARROLLO TECNOLÓGICO DEL INSTITUTO DE QUÍMICA DE LA UNAM



La Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT) tiene como objetivo vincular al Instituto de Química de la UNAM con la industria Química, Farmoquímica y Farmacéutica a través de la resolución en conjunto de los diferentes desafíos que se presentan durante todo el ciclo de vida de sus productos.

SEMBLANZA

José Pablo Montoya Ángel (Ciudad de México), es Químico Farmacéutico Industrial (ENCB-IPN) con grado de Maestría en Ciencias Químico-biológicas (ENCB-IPN), especializado en el área de Química Orgánica (Síntesis), con trayectoria dentro de la Industria Farmoquímica (I+D), en el desarrollo, escalamiento, transferencia tecnológica e ingeniería de nuevos procesos de fabricación de principios activos, haciendo especial énfasis en elementos regulatorios internacionales para la concepción y puesta en marcha de nuevos procesos productivos así como la optimización de



procesos de línea y el soporte a planta en sus diferentes aspectos.

Actualmente funge como responsable de la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT) del Instituto de Química de la UNAM, en donde brinda asesoría técnica-científica a la industria Química, Farmoquímica y Farmacéutica, dentro del enfoque regulatorio aplicable para la resolución de diferentes problemáticas dentro de sus procesos productivos con perspectiva de riesgos en términos de calidad, optimización y desarrollo de nuevos procesos, entre otros servicios.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

TALLER

"¿Cómo convertir tu tesis en artículo?"

Dra. María José Dávila Rodríguez. ELSEVIER | Life Sciences – Latam

Dr. Leobardo Manuel Gómez Olivan. Profesor Investigador, Laboratorio de Toxicología Ambiental, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México. Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas.

Modera: Dra. Mariana Ortiz Reynoso

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

LUNES 29 DE AGOSTO, 15:00 – 18:30 H

Objetivo: Familiarizar a los participantes con el panorama de la investigación en química a nivel global y nacional; la importancia



Reaxys®

de la recuperación de información relevante para la toma de decisiones y la correcta estructuración de estrategias de búsqueda y de artículos científicos.

¿Qué aprenderá el público?

Parte 1 - Contexto

¿Por qué investigar? ¿Por qué publicar?

Producción académica en el área de química: una mirada detallada a México

Parte 2 – Uso de la información en el desarrollo de la investigación

Uso de la información en procesos de investigación

Consejos prácticos para estructurar búsquedas de información eficientes

Parte 3 – Consejos prácticos para escribir un artículo

Como dar formato a tablas, figuras y esquemas

Consejos para estructurar tu artículo de forma correcta.



¿Se requieren conocimientos previos para tomar el taller? No

¿Se requiere de algún material especial para tomar el taller? Computadora, conexión a internet.

Modalidad del taller: Híbrido

Capacidad máxima: Capacidad de la sala virtual y/o presencial

Requiere registro previo: Si

ELSEVIER



Reaxys®

Ayudamos a los investigadores a hacer nuevos descubrimientos, colaborar con sus colegas y les proporcionamos los conocimientos que necesitan para encontrar financiación. Ayudamos a los gobiernos y universidades a evaluar y mejorar sus estrategias de investigación. Ayudamos a los médicos a salvar vidas, ofreciéndoles información para que puedan encontrar las respuestas clínicas correctas y apoyamos al personal de enfermería y otros profesionales sanitarios a lo largo de sus carreras. Nuestro objetivo es ampliar los límites del conocimiento para el beneficio de la humanidad.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

SEMBLANZAS



Dra. María José Dávila Rodríguez, es Química (2013) por la Universidad del Valle - Colombia y Maestra (2016) y Doctora (2020) en Química por la Universidad Federal de São Carlos - Brasil. Durante sus años de formación académica y de investigación trabajó en las áreas de química organometálica, química inorgánica medicinal y química

computacional orientada al diseño y desarrollo de fármacos. Desde 2021, actúa como Consultora de las Soluciones de Ciencias de la Vida, Química y Farma de Elsevier para América Latina.

Dr. Leobardo Manuel Gómez Olivan, es Químico Farmacéutico Industrial (1997) y Maestro y Doctor en Ciencias Químico-Biológicas con especialidad en Toxicología por el Instituto Politécnico Nacional (en los dos últimos casos obteniendo mención honorífica). Actualmente se desempeña como profesor de tiempo completo de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma del Estado de México en Toluca, Estado de México.



Su carrera como investigador se ha centrado en el área de Toxicología Ambiental Farmacéutica, particularmente en el desarrollo y evaluación de técnicas para identificar los efectos tóxicos de contaminantes como plaguicidas, metales y los denominados "contaminantes emergentes" (fármacos) en aguas de origen natural y residuales (efluentes industriales y hospitalarios) utilizando diferentes modelos biológicos como *Daphnia magna*, *Hyalella azteca*, *Lithobates catesbeianus*, *Xenopus laevis*, *Danio rerio*, *Onchorynchus mykiss* y *Cyprinus carpio*.

Su expertise está documentada por contar con 140 artículos internacionales (el 94% indizados al Journal Citation Reports). A la fecha cuenta con el Hirsch-Index de 28 y el número total de citas en Scopus es de 2079 (agosto 2022) y con 2965 citas y Hirsch-Index de 31 en Google Scholar. Ha sido editor de 7 libros cuatro de ellos nacionales y tres internacionales (Springer International Publishing) y autor de 39 capítulos de libro. En referencia a su actividad como formador de recursos humanos, ha dirigido 61 tesis de licenciatura, 47 de maestría y 24 de doctorado (agosto de 2022). Además, ha dirigido tres proyectos posdoctorales y una estancia sabática. Ha sido responsable de 21 proyectos de investigación con diferentes fuentes de financiamiento (institucional, prodep y CONACYT) y ha sido participante en 13 proyectos.

Dentro de sus distinciones, pertenece al Sistema Nacional de Investigadores de CONACYT desde 2007 (Actualmente Investigador Nacional Nivel 3) y es perfil deseable por el Programa para el Desarrollo Profesional Docente, para el Tipo Superior (PRODEP) de la Secretaría de Educación Pública desde 2001.

Fue secretario de la Asociación Mexicana de Farmacéuticos de Hospital, A.C. en el periodo 2003-2006, Vicepresidente de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental A.C. en el periodo 2018-2020, Presidente de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental A.C. en el periodo 2020-2023. Presidente del Consejo Mexicano de Certificación de Profesionales de las Ciencias Químico Farmacéuticas 2022-2023.

Ha sido reconocido por su labor en investigación y ha sido acreedor a diversos premios y reconocimientos en su carrera entre los que destacan: mención honorífica en la obtención de los grados de maestría y doctorado, ganador del primer lugar de proyectos de investigación 2011 otorgado por el Instituto de Nutrición y Salud Kellogg's, recibió el premio a mejor profesor investigador en el área Química de la Universidad Autónoma del Estado de México 2013 por la Asociación Nacional de Escuelas y Facultades de Química AC. En octubre de 2019, ganó el Primer lugar en la Primera edición del Premio Carmen Becerril Martínez otorgado por la Asociación Mexicana de Farmacovigilancia A.C. En diciembre de 2019, se hizo acreedor al Reconocimiento a la Excelencia Farmacéutica en la categoría Trayectoria Profesional Académica por su destacada labor en docencia e investigación, dicho premio fue otorgado por el Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos México, A.C. Es miembro del Editorial Board de la revista Science of the Total Environment (desde 2017 a la fecha), del Advisory Board de la revista Heliyon Environment (desde enero de 2019), y en septiembre fue nombrado como parte del Editorial Board de Environmental Chemistry and Toxicology de la revista Environmental Research. Las tres revistas son de la Editorial Elsevier. Así mismo, la primera y tercera son consideradas como revistas insignias por Elsevier en el área de Medio Ambiente. Así mismo en 2021, lo consideraron con base en su trayectoria en investigación como Member of the Editorial Board (2022-2024) de la revista Water Emerging Contaminants & Nanoplastics.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

TALLER

"Evaluación del nivel de maduración de proyectos tecnológicos"

Mtra. Miroslava María Talavera Vázquez. Gestor de Proyectos y Analista en Inteligencia de Mercados Oficina de Transferencia de Tecnología
Dirección de Gestión Tecnológica del Centro de Investigación Científica de Yucatán.

M. en C. del Mar y Limnología Francisco Javier García Villalobos. Centro de Investigación Científica de Yucatán.

Modera: M. en C. Marcela Castillo Figa

Director Operativo Raúl Vázquez Carrani,

SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO

LUNES 29 DE AGOSTO, 15:00 – 18:30 H. SESIÓN 1

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 17:00 – 19:30 H. SESIÓN 2



Objetivo: Al finalizar el taller, los participantes serán capaces de aplicar herramientas para identificar el nivel de maduración de sus desarrollos tecnológicos enfocado a la toma de decisiones para su escalamiento y transferencia.

¿Qué aprenderá el público?

- Nivel de maduración tecnológica y su evaluación (TRL)
- -Modelos de transferencia tecnológica
- -Factibilidad de mercado
- -Estudios de mercado en el campo tecnológico de interés
- -Modelos de negocio

Madurez Tecnológica:

¿Qué es y conoces el nivel en el que se encuentra tu proyecto tecnológico?



¿Se requieren conocimientos previos para tomar el taller? No

¿Se requiere de algún material especial para tomar el taller? Computadora personal con acceso a internet. Es deseable contar con un proyecto para trabajar con base en él en el taller.

Modalidad del taller: Sólo presencial

Número de sesiones: 2

Capacidad máxima: 25 personas

Requiere registro previo: Si

Centro de Investigación Científica de Yucatán- CICY



Centro Público de Investigación del Sistema CONACYT enfocado a realizar investigación básica y aplicada en el área de biología, materiales y disciplinas afines; orientado hacia la solución de problemas nacionales, regionales y locales. De acuerdo a la misión, el CICY realiza investigación científica, forma recursos humanos, divulga conocimiento, desarrolla y transfiere tecnología, así como impulsa el desarrollo de la sociedad en armonía con el medio ambiente.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Red OTT México, A.C.



Es la Red Mexicana de Profesionales en Innovación y Transferencia de Tecnología, una asociación privada sin fines de lucro que agrupa a las Oficinas de Transferencia de Tecnología, así como empresas, organizaciones, profesionistas y emprendedores interesados en apoyar y promover la innovación, comercialización y transferencia de tecnología.

OBJETIVOS

- Intercambiar experiencias en el área transferencia tecnológica.
- Fortalecer el ecosistema de innovación en México.
- Crear una cultura en materia de propiedad intelectual.
- Capacitar a los miembros de la Red para su profesionalización y fortalecimiento de competencias.
- Propiciar el desarrollo de nuevas tecnologías y su llegada al mercado.
- Promover la interacción entre la industria, academia, gobierno y sociedad.

SEMBLANZAS

Mtra. Miroslava María Talavera Vázquez, es Maestra en Alta Dirección e Inteligencia Estratégica, especializada en Comercialización de Conocimientos Innovadores. SMAC Srum Master y Project Manager, con más de 9 años de experiencia en proyectos de innovación en el sector público como privado (liderados a través de metodologías ágiles y tradicionales).

Actualmente colabora con la Oficina de Transferencia de Tecnología del Centro de Investigación Científica de Yucatán como Gestor de Proyectos y Analista en



Inteligencia de Mercado, en la cual brinda apoyo a investigadores, empresas, emprendedores, estudiantes, entre otros actores para el desarrollo de rutas comerciales de tecnologías, productos y servicios. Imparte cursos y talleres relacionados con innovación, mercado y negocios. Asimismo, es docente de la academia de Ingeniería en Gestión Empresarial del Instituto Tecnológico Superior Progreso impartiendo las asignaturas relacionadas con innovación, gestión estratégica, entre otras.

M. en C. del Mar y Limnología Francisco Javier García Villalobos, es Químico Farmacéutico Biólogo (UNAM), con Maestría en Ciencias del Mar y Limnología (UNAM). Especialista en gestión de la innovación y propiedad intelectual. Tiene más de 15 años de experiencia profesional, si bien al inicio en el campo de la investigación científica, en los últimos años se ha abocado principalmente a los temas de gestión tecnológica, propiedad intelectual y transferencia de tecnología. Cuenta con capacitación a nivel internacional por instituciones como la Universidad de Davis, Universidad de Texas, la Organización Mundial de la Propiedad Intelectual, la Oficina Europea de Patentes, las Oficina Coreana de Patentes, entre otras instituciones. Posee una certificación internacional en



Design Thinking y un Diplomado en Gestión de la Innovación. Actualmente labora en el Centro de Investigación Científica de Yucatán, donde se ha desempeñado como técnico académico en el área de análisis fisicoquímico, posteriormente fungió como Gestor de Propiedad Intelectual de la Institución, ha colaborado en la coordinación del Nodo Binacional de Innovación del Sureste y actualmente está al frente de la Dirección de Gestión Tecnológica, área que coordina las actividades de la Oficina de Transferencia de Tecnología, la Oficina para la Protección de la Propiedad Intelectual y las Unidades de Apoyo al Sector Social y Productivo, como la Biofábrica, la Unidad Productora de Semillas y los laboratorios de servicio del CICY.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLATICA DE SPONSORS

"Diferentes análisis requieren diferentes soluciones Nuevas opciones en tecnología GC/MS ¿Cómo diferenciar una mejor estrategia?"

I.B.Q. Eleazar Rojas Santiago.

GC/MS & ICP/MS Applications Scientist, Agilent Technologies México.

Modera: Dr. Rubén Marrero

SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ
JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 12:30 – 12:50 H



SEMBLANZA

I.B.Q. egresado de la Escuela Nacional de ciencias biológicas.

Durante los últimos 22 años a desempeñado diferentes funciones en Agilent Technologies Méxic. Tanto como ingeniero de servicio como ingeniero de aplicaciones para los productos de gases masas e ICPMS, tomando de 3 a 4 entrenamientos en las diferentes plantas cada año. Y apoyando a los



clientes en solucionar problemas tanto de instrumentación como de aplicaciones. Actualmente científico de aplicaciones la línea de Gases Masas e ICP/MS en Agilent Technologies México, Latinoamérica y Puerto Rico.

RESUMEN

Los desafíos de hoy en un contexto económico en la que prevalece la tensión y la incertidumbre requieren de la optimización de los recursos de operación, tecnología y recursos humanos. Durante esta charla evaluaremos las mejores opciones para optimizar los flujos de trabajo de acuerdo a las operaciones en los tipos de análisis en diferentes laboratorios.

PLATICA DE SPONSORS

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

"Aislamiento y purificación de compuestos por cromatografía preparativa"

I.Q. Fernando Hilerio Flores.

Gerente de Desarrollo de Negocios, BUCHI Latinoamérica.

Modera: Dr. Rubén Marrero

SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ

VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 10:30 – 10:50 H



SEMBLANZA



Fernando Hilerio Flores es Ingeniero Químico, Sector Industrial, Facultad de Estudios Superiores Zaragoza, Universidad Autónoma de México. Con más de 18 años de experiencia manejado la marca BUCHI y sus aplicaciones dentro del ramo de laboratorios para investigación, desarrollo y calidad.

Actualmente en el puesto de Desarrollo de Negocios en Buchi Latinoamerica, impartiendo seminarios, capacitaciones, soporte técnico y desarrollo comercial para la marca a través de redes de distribuidores en Latinoamérica.

PLATICA DE SPONSORS

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

"¿Cómo Reaxys Academic Edition apoya el alcance de los ODS?"

Dra. María José Dávila Rodríguez. ELSEVIER | Life Sciences – Latam.

Modera: Dr. Rubén Marrero

SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ

VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 10:50 – 11:10 H



Reaxys®

SEMBLANZAS



Dra. María José Dávila Rodríguez, es Química (2013) por la Universidad del Valle - Colombia y Maestra (2016) y Doctora (2020) en Química por la Universidad Federal de São Carlos - Brasil. Durante sus años de formación académica y de investigación trabajó en las áreas de química organometálica, química inorgánica medicinal y química

computacional orientada al diseño y desarrollo de fármacos. Desde 2021, actúa como Consultora de las Soluciones de Ciencias de la Vida, Química y Farma de Elsevier para América Latina.

RESUMEN

Los avances en ciencia e investigación son los principales motores para una transformación eficiente en el horizonte global y social. En esta plática abordaremos como Reaxys Academic Edition nos permite acceder de forma rápida y eficiente a datos e informaciones que apoyen proyectos de investigación para alcanzar los Objetivos de Desarrollo Sostenible, y nos ayuden a planificar una gestión sostenible de los mismos.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PLATICA DE SPONSORS
SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ
VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 11:11 – 11:17 H



PLATICA DE SPONSORS
SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ
VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 11:18 – 11:24 H



PLATICA DE SPONSORS
SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ
VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 11:25 – 11:31 H



PLATICA DE SPONSORS
SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ
VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 11:32 – 11:38 H



PLATICA DE SPONSORS
SALA DR. EDUARDO URZAIZ RODRÍGUEZ
VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 11:39 – 11:42 H



Reaxys®

"Una Química: Muchas Voces"

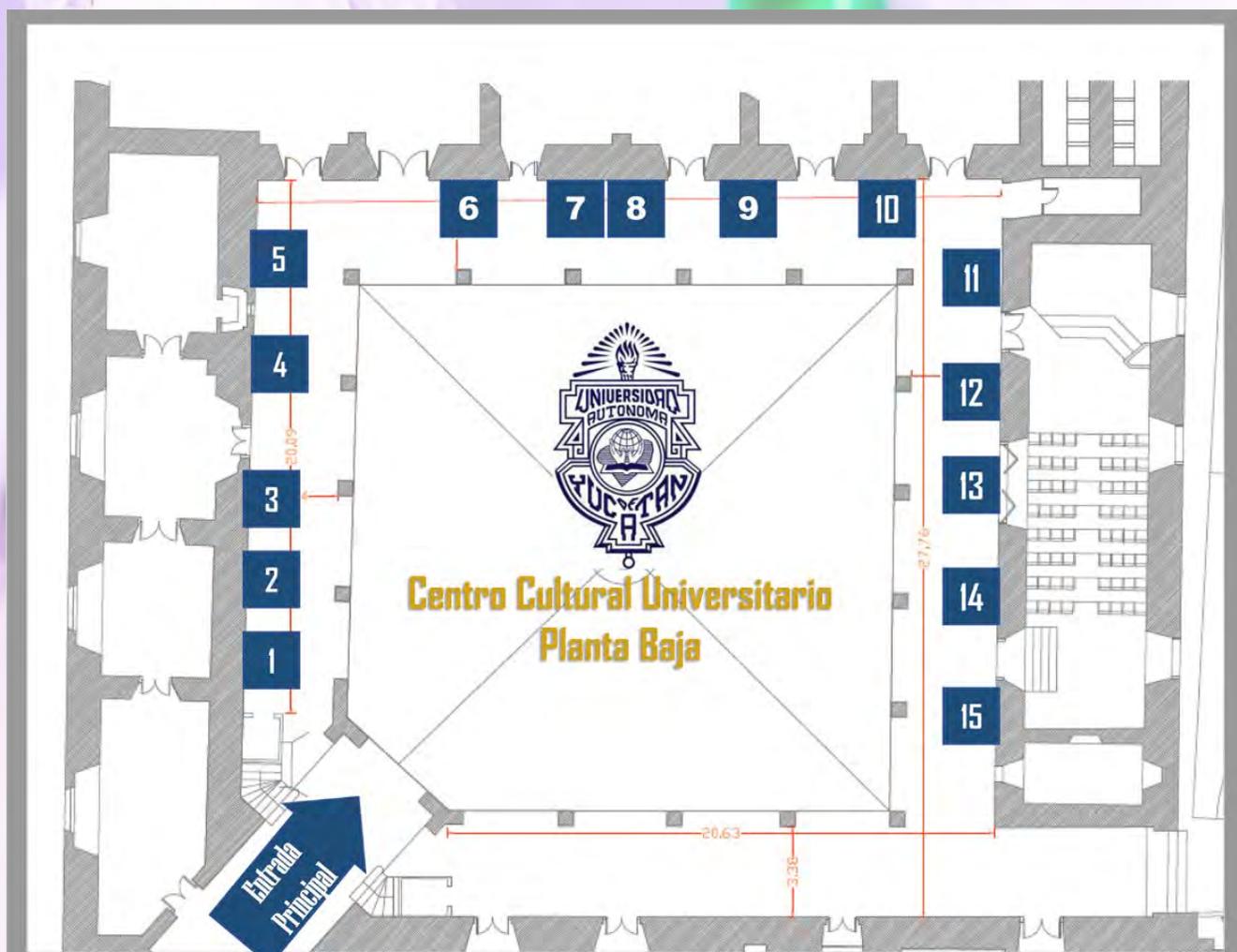
Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

ZONA DE SPONSORS

Centro Cultural Universitario



"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

 <p>UADY FACULTAD DE QUÍMICA Campus de Ciencias de la Salud</p>	<p>La Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Yucatán tiene sus orígenes desde el siglo XIX, conformándose como escuela independiente en octubre de 1922, actualmente y a 100 años de su fundación, La Facultad de Química se sitúa dentro del Campus de Ciencias de la Salud impartiendo las licenciaturas en Químico Farmacéutico Biólogo, Química Aplicada y ofertando dos posgrados, el Posgrado Institucional en Ciencias de la Salud y el Posgrado Institucional en Ciencias Químicas y Bioquímicas, participando en la Generación y Aplicación del Conocimiento con dos Cuerpos Académicos consolidados, 5 Grupos de Investigación y la prestación de servicios en las áreas de Análisis Clínicos, Atención Farmacéutica a través del Centro de Información de Medicamentos y el Programa de Servicios Analíticos todos ellos para la industria, sector de servicios y público en general. https://www.quimica.uady.mx/</p>	<p>Stand 11</p>
 <p>CONACYT Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología</p>	<p>El Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Conacyt) es la institución del gobierno de México responsable de establecer las políticas públicas en materia de humanidades, ciencia, tecnología e innovación en todo el país con el objetivo de fortalecer la soberanía científica e independencia tecnológica de México y bajo los principios de humanismo, equidad, bienestar social, cuidado ambiental y conservación del patrimonio biocultural. Como cabeza del sector, el Conacyt define, articula y coordina tanto las estrategias como las capacidades nacionales en investigación científica, desarrollo tecnológico e innovación del país, impulsando la ciencia básica y la investigación de frontera, al tiempo que establece las agendas de investigación prioritarias que inciden en el entendimiento y búsqueda de soluciones a los grandes retos nacionales en materia de salud, energía, agua, toxicidades, alimentación, seguridad humana, vivienda, sistemas socio-ecológicos, educación y cultura (temas fundamentales de los Pronaces). Asimismo, coordina el sistema de Centros Públicos de Investigación, compuesto por 26 instituciones reconocidas nacional e internacionalmente; fortalece a la comunidad científica a través de las diversas convocatorias de becas, tanto en el país como en el extranjero, las cuales benefician anualmente a más de 85 000 estudiantes; además, estimula el quehacer científico de más de 36 000 investigadoras e investigadores consolidados, miembros del Sistema Nacional de Investigadores y del Programa Investigadoras e Investigadores por México. https://conacyt.mx/</p>	
 <p>SCIEX The Power of Precision</p>	<p>En SCIEX, nuestra misión es ofrecer soluciones para la detección, caracterización y cuantificación de moléculas con precisión, lo que permite a nuestros clientes proteger y promover el bienestar y la seguridad de todos. SCIEX ha liderado el campo de la espectrometría de masas durante 50 años. Desde el momento en que lanzamos el primer analizador triple cuadrupolo comercialmente exitoso en 1981, hemos desarrollado tecnologías y soluciones innovadoras que influyen en la investigación y los resultados que cambian la vida. Hoy, como parte de la familia Danaher de innovadores globales en tecnología y ciencias de la vida, seguimos siendo pioneros en soluciones sólidas en espectrometría de masas y electroforesis capilar. Pero no solo desarrollamos productos. Es lo que hacemos junto con nuestros clientes lo que nos distingue. Es por eso que miles de expertos en ciencias de la vida de todo el mundo eligen SCIEX para obtener las respuestas en las que pueden confiar para la toma de decisiones críticas. Decisiones que impactan vidas de manera positiva. Estamos orgullosos de respaldar nuestro lema: El poder de la precisión (The Power of Precision). https://sciex.com/mx</p>	<p>Stand 2</p>
 <p>Agilent</p>	<p>Agilent Technologies, el líder global en tecnología analítica y en mercados de ciencias de la vida, diagnóstico y química aplicada, proporciona a los laboratorios de todo el mundo instrumentos, servicios, consumibles, aplicaciones y experiencia, lo que permite a los clientes obtener los conocimientos y respuestas confiables que ayudan a nuestros clientes a resolver sus desafíos científicos más ambiciosos, incrementar el desempeño del laboratorio y mejorar la calidad de vida. Agilent centra su experiencia en seis mercados clave: Alimentos, Medio Ambiente y Forense, Farmacéutico, Diagnóstico, Química y Energía e Investigación; en los que ayudan a sus clientes a alcanzar sus objetivos. https://www.agilent.com/</p>	<p>Stand 3</p>

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

 <p>FALCÓN División Analítica</p>	<p>Somos una empresa con más de 40 años de experiencia en la Venta, Servicio, Capacitación de Instrumentos y Equipos Analíticos, estamos certificados por la Norma ISO 9001:2015, contamos con la Infraestructura y el personal para brindar soluciones Integrales de la mejor Calidad. Distribuimos las marcas anclas más importantes a nivel nacional de equipo científico como son CEM Corp, Analytik-Jena, Jasco, SCION Instruments, Inorganic Ventures, PS Analytical, HunterLab y Beckman Coulter. Nuestros Equipos ayudan a los clientes en el cumplimiento de las más exigentes normas y regulaciones Locales e Internacionales. https://falcon.mx</p>	<p>Stand 4</p>
 <p>ISASA Instrumentación y Servicios Analíticos, S.A. de C.V.</p>	<p>Instrumentación y Servicios Analíticos, S.A de C.V. empresa orgullosamente mexicana, atendemos a nuestros clientes desde 1998. Brindamos cada día soluciones integrales en instrumentación analítica, y el más alto nivel de servicio y desempeño con calidad y oportunidad a través de capacitación del más alto nivel a nuestro equipo humano para lograr la satisfacción total de los usuarios. Representamos en todo el territorio nacional marcas de liderazgo mundial Thermo Scientific, The Tintometer Lovibond, Sartorius, Colloidal Dynamics, Savillex y X-rite para la industria, academia, investigación y gobierno. Proporcionamos soporte en la instalación, operación de los instrumentos, en el desarrollo y validación de métodos, mantenimiento preventivo y correctivo, así como control y aseguramiento de calidad en las mediciones analíticas y servicios de calibración con acreditación conforme a la NMX-EC-17025-IMNC-2018. https://www.isasa.com.mx</p>	<p>Stand 5</p>
 <p>JEOL Solutions for Innovation</p>	<p>JEOL is a leading global supplier of electron microscopes, ion beam instruments, mass spectrometers and NMR spectrometers. Our mission is to achieve customer fulfilment and loyalty by delivering outstanding technology and superior support while maintaining a leadership position in the industries and institutions that we serve, and we share proudly that JEOL Ltd. is ISO 9001 and ISO 14001 certified. https://www.jeol.com.mx/en-us/ JEOL es un proveedor mundial líder de Microscopios Electrónicos, instrumentos de Haz de Iones, Espectrómetros de Masas y Espectrómetros de RMN. Nuestra misión es lograr el cumplimiento y la lealtad del cliente al brindar tecnología sobresaliente y soporte superior mientras mantenemos una posición de liderazgo en las industrias e instituciones a las que servimos y compartimos con orgullo que JEOL Ltd. tiene la certificación ISO 9001 e ISO 14001. https://www.jeol.com.mx/es-mx/</p>	<p>Stand 6</p>
 <p>BUCHI</p>	<p>Quality in your hands Con nuestras soluciones de laboratorio y en proceso, fáciles de usar y de alta calidad, queremos contribuir a la salud, la seguridad y el bienestar de las personas y el medio ambiente. Nuestros especialistas de todo el mundo ayudan activamente a nuestros clientes a encontrar la solución perfecta para su aplicación. https://www.buchi.com/es</p>	<p>Stand 7</p>
 <p>Reaxys ELSEVIER</p>	<p>Elsevier es una empresa de análisis de información global que asiste a instituciones y profesionales en el progreso de la ciencia, cuidados avanzados en materia de salud, así como mejorar la ejecución de los mismos para el beneficio de la humanidad. Hacemos esto facilitando conocimientos y toma de decisiones críticas para los clientes en los ecosistemas globales de investigación y salud. En todo lo que publicamos, mantenemos los más altos estándares de calidad e integridad a escala para garantizar valor a nuestros clientes. Aportamos ese mismo rigor a nuestras soluciones analíticas para investigadores, profesionales de la salud, instituciones y financiadores. https://www.elsevier.com/solutions/reaxys</p>	<p>Stand 8</p>
 <p>JARU</p>	<p>En Jaru Servicios Especializados de Alcance Internacional S.A. de C.V., nos dedicamos a la comercialización de equipos y consumibles para la industria química y ambiental. Contamos con asesorías, instalación y capacitación de todos nuestros equipos, apoyando de manera directa en una adecuación precisa de la amplia gama de servicios que ofrecemos Nuestra Misión empresarial, es brindar la mayor calidad en gestión de recursos biotecnológicos y así colaborar con la evolución de todos los involucrados con los avances en el campo de la medicina, industria farmacéutica y química en toda la república mexicana.</p>	<p>Stand 9</p>

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

	<p>La Visión que tenemos, estará siempre en aportar conocimientos y tecnología, tenemos personal altamente capacitado para acompañar a nuestros clientes y así lograr excelentes resultados en sus investigaciones y procesos científicos, brindando óptimos procesos de análisis médicos, de investigación y desarrollo de estudios ambientales, en el campo de la salud y todas sus especialidades. En Jarú, conocemos tus necesidades... https://jaruservicios.com/</p>	
	<p>Bruker es un desarrollador, fabricante y distribuidor de instrumentos científicos de alto desempeño y soluciones analíticas de diagnóstico que permiten a nuestros clientes explorar la vida y los materiales a nivel microscópico, molecular y celular. Nuestros productos se utilizan para detectar, medir y visualizar las características estructurales de muestras de materiales químicos, biológicos e industriales.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Difractómetros y sistemas de dispersión • Analizadores elementales • Soluciones de microscopía de fluorescencia • FTIR, NIR y Raman • Resonancia Magnética • Espectrometría de masas • Microbiología y diagnóstico <p>https://www.bruker.com/en.html</p>	<p>Stand 10</p>
 <p>MERIEQUIPOS S.A. DE C.V.</p>	<p>Meritequipos S. A. de C. V., fundada en el año de 1989 con el objeto primordial de reparar equipo científico de laboratorio. Posteriormente ampliando nuestro rubro a la venta de equipos científicos, lo que contribuyó a que hoy día, con 30 años de experiencia, somos distribuidores autorizados de una amplia gama de prestigiosas marcas. Con personal altamente calificado, dedicado a la venta y reparación de equipo científico. Nuestra misión es satisfacer las necesidades de nuestros clientes ofreciendo equipos de la más alta calidad existente en el mercado, para Universidades, Centros de Investigación, centros de salud, Industrias y Compañías prestadoras de servicios.</p> <p>https://www.meritequipos.com/inicio.php</p>	<p>Stand 12</p>
	<p>¿Quiénes somos? Empresa mexicana creada por una Química de alimentos, con conocimiento de la Química y pasión por la publicidad. Mezclando así su pasión por la Química y vocación por el emprendimiento y ventas. Creemos que la imagen corporativa puede representar confianza y motivación para la creación de nuevos negocios. Todos nuestros procesos, diseños, productos, envíos, empaques y entregas están supervisadas personalmente para cuidar cada detalle y lograr una satisfacción completa de nuestros y sus clientes.</p> <p>¿Qué hacemos? Publicidad con temática de Ciencias. Sabemos perfectamente que el lenguaje de la Ciencia puede llegar a ser desconocido e incluso confuso para ciertas personas, por eso buscamos acercar la Ciencia de manera cotidiana, didáctica y divertida. Esto a través de nuestros productos promocionales (tazas, plumas, lápices, cuadernos, encendedores, gorras, termos y más), publicidad impresa (banners, lonas, tarjetas de presentación, flyers, trípticos, cuadernos, libretas...), diseños en MDF, acrílico y textiles (playeras, estuches, mochilas, cubrebocas, cobijas, tenis...).</p> <p>Podemos también desarrollar alguna idea de producto que Ud. Tenga de acuerdo a sus necesidades pues trabajamos en varios materiales: acrílico, MDF, diversas telas, cerámica, papel y más! ¡Será un gusto atenderle!</p> <p>https://es-la.facebook.com/pages/category/Science-Technology-Engineering/ShopErya-2223291247721037/ https://www.instagram.com/shoperyamx/?hl=es</p>	

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

 <p>GALLETAS DONDE desde 1905</p>	<p>Misión Cautivar a las familias de hoy con productos alimenticios deliciosos para toda ocasión, siempre disponibles y siendo una empresa socialmente responsable.</p> <p>Visión Ser una empresa Innovadora y de vanguardia de productos alimenticios, líder en el sureste, compitiendo a nivel nacional y con presencia internacional.</p> <p>https://www.galletasdonde.com/index.php</p>	<p>Coffee Break</p>
 <p>SOCIEDAD QUÍMICA DE MÉXICO, A.C. "La química nos une"</p>	<p>Misión: Procurar y promover el desarrollo de las ciencias químicas en el país, a través del fortalecimiento de las relaciones entre los profesionales de la química, así como de los estudiantes que se desarrollan en este ámbito; ofreciendo un espacio de intercambio de alto valor académico, donde se vincule la investigación y la educación en beneficio de sectores más amplios de la sociedad.</p> <p>Metas:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Fortalecer la importancia de la química en el desarrollo nacional, mediante la unión y vinculación de los diferentes sectores químicos. • Estimular el desarrollo de los profesionales de las ciencias químicas para coadyuvar en la elevación del nivel científico y tecnológico, que actúe en beneficio de la sociedad. • Divulgar el conocimiento generado por las ciencias Químicas con el propósito de atraer a las nuevas generaciones al estudio y desarrollo de estas. • Fortalecer al JMCS haciéndole una publicación de referencia para la química en México y en la medida que se enriquezca, también de importancia internacional. • Mejorar la oferta y calidad académica de los congresos y actividades ofrecidos por la SQM. 	<p>Stand 1</p>

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 1A

Modera: M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza

SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO

MARTES 30 DE AGOSTO, 10:30 – 12:30 H

CISQM-DE-PO01, Arturo Barba Pingarrón, Pere Molera Solá, Nicolás Ortiz Godoy, Gilberto Agredo Díaz, Ana María Bolarín Miró, Félix Sánchez de Jesús, Rafael González Parra, Raúl Valdez Navarro. Caracterización de Recubrimientos Químicos Compuestos de Níquel mediante Microscopía Interferométrica.

CISQM-DE-PO02, Q. F. B. Carlos Alexis Ortiz Garza, Dr. Javier Reyes Trujeque, Dr. Edgar Casanova González. Sustrato SERS removible para el estudio del patrimonio cultural: síntesis y caracterización.

CISQM-DE-PO03, Adriana Perez-Gonzalez, Romina Castañeda-Arriaga, Tiziana Marino, Nino Russo, Annia Galano. Antioxidantes en el Nopal (*Opuntia ficus-indica*), importantes inhibidores de la formación de radicales libres.

CISQM-JJ-PO01, Noé Arjona, Oscar Ambriz Peláez, José Béjar, Carlos Manuel Ramos Castillo, Beatriz Liliana España Sánchez, Minerva Guerra Balcázar, Lorena Álvarez Contreras. Synthesis of NiMn layered double hydroxides/N-doped carbon composites as bifunctional electrocatalysts.

CISQM-JJ-PO02, Arelis Ledesma-Juárez, A.M. Fernández. Fabricación y caracterización de películas absorbedoras de $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Se}_2$ elaboradas mediante electrodeposición, utilizando diversas sales metálicas, para la construcción de celdas solares.

CISQM-QPOL-PO01, Eduardo Hermosillo-Ochoa, Norma A. Cortez-Lemus. Estudio de propiedades termosensibles de copolímeros tipo estrella de PHEA-block-PNIPAM.

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 1B

Modera: Dr. David Cáceres

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

MARTES 30 DE AGOSTO, 10:30 – 12:30 H

CISQM-PN-PO01, José Antonio Domínguez Chavarría, Karen Y. Reyes-Melo, Karen Chávez-Villareal, Ana L. Vásquez-Ramírez, Abraham García, Claudio Cabral-Romero, Francisco G. Ávalos-Alanís, María del Rayo Camacho-Corona. Actividad anticancerígena *in vitro* de análogos del ácido meso-dihidroguaiarético.

CISQM-PN-PO02, I. Q. Eduardo Martínez Niño, M. en C. Luis Ángel Castillo Cruz, Dr. Patricio Javier Valadés Pelayo, Dr. Hugo Joaquín Ávila Paredes. Efecto de la salinidad en la concentración de pigmentos carotenoides y las características radiativas de un cultivo microalgal de *Coelastrella striolata*.

CISQM-SC-PO01, María del Carmen Cortez Trejo, Juan de Dios Figueroa Cárdenas, David Quintanar Guerrero, Diana Karina Baigts Allende, Juan Manríquez, Sandra Mendoza. Estudio de las interacciones intermoleculares entre un aislado proteico de amaranto y goma xantana para la producción de hidrogeles electrostáticos.

CISQM-SC-PO02, Hassan Villegas Quintero, José Luis Medina-Franco. Sustancias químicas alimentarias en dianas epigenéticas.

CISQM-QP-PO01, Arantxa Chacón Ramírez, Anabel Cerda Rivera, Cecilia Ximena Villegas Pañeda, Alma Delia Rojas Rodríguez. Calculadora de fugacidad de sustancias puras.

CISQM-QP-PO02, Luis Ramón Ortega Valdovinos, Mayte Abigail Martínez Aguirre, Alejandro Dorazco Gonzales, Anatoli Iatsimirski. Reconocimiento molecular de aniones por ácidos arilborónicos orto-sustituídos.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS
PRESENTACIONES ORALES
Modalidad Virtual y Presencial
SESIÓN 2A

Modera: Dr. Gonzalo Mena
AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA
MARTES 30 DE AGOSTO, 16:30 – 19:00 H

CISQM-AP-PO02, Julio Flores Franco, **Paulina Rosete Macías**, Ana Laura Uribe Cortés, Alma Rojas Rodríguez. **Modelación matemática de una mezcla de Diésel mexicano.**

CISQM-AP-PO04, Carlos Martínez Rodríguez, Martha Patricia García Camacho. **Desarrollo de metodología analítica miniaturizada para la determinación de atrazina y simazina en tortilla de maíz.**

CISQM-AP-PO05, Raybel Muñoz Ramírez, Eva María Santos López, Alfredo Guevara Lara, José Antonio Rodríguez. **Aplicación de nanopartículas de AgInS₂/ZnS en la determinación de acrilamida en frituras mediante espectroscopia de fluorescencia.**

CISQM-PN-PO03, Diana Guerra Ramirez, Alejandra Ramírez Gonzalez, Ernestina Cedillo Portugal, José María Cunill Flores, Daniela González Castillo, Jesús Ricardo de Santiago Gómez y Paola Díaz Barrios, Irma Salgado Escobar, Guillermina Hernández. **Platillos tradicionales preparados a base de begonias.**

CISQM-QS-PO02, Nancy Vanessa Castro Perea, Julio Cesar Abarca Magaña, Leonor Huerta Hernández, Daniel Chávez Velasco. **Síntesis y evaluación de la citotoxicidad de Derivados Ciclopentanpiridinona-alquilamina con Actividad Potencial en la Inhibición de VIH-1.**

CISQM-QS-PO03, Gerardo Morales Herrejón, Humberto Lubriel Mendoza Figueroa, José Correa Basurto, Juan Benjamín García Vázquez. **Diseño y síntesis de nuevos análogos estructurales del ácido acexámico y su evaluación *in silico* como inhibidores de HDAC8.**

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS
PRESENTACIONES ORALES
Modalidad Virtual y Presencial
SESIÓN 2B

Modera: Dr. Rubén Marrero
SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO
MARTES 30 DE AGOSTO, 16:30 – 19:00 H

CISQM-PE-PO01, Héctor Daniel Aguilar Palacios, Sergio Alberto Bernal Chávez, José Luis Lopez Cervantes, Gerardo Leyva Gómez y Arturo A. García-Figueroa. **Caracterización superficial de un hidrogel de como adhesivo de uso biomédico.**

ISQM-PE-PO03, I. Cruz-Reyes, R.M. Félix Navarro, F. Paraguay, B. Trujillo-Navarrete. **Efecto de la temperatura de calcinación en nanovarillas de MnO₂ para la Reacción de Reducción Oxígeno (RRO).**

CISQM-PP-PO02, José Ciro Lomelí Pizaña, Ángel Sebastián Valente Ortiz, Naomi Regina Vera Molina, Alma Rojas Rodríguez, José Fernando Barragán Aroche. **Simulación de un proceso de captura postcombustión de CO₂ para las emisiones de una termoeléctrica convencional a base de gas natural.**

CISQM-PP-PO03, Manuel Méndez García, Martha Patricia García Camacho. **Perfil proteico por SDS-PAGE 1D de extractos celulares de *Selenastrum capricornutum* con actividad para degradar benzo(a)pireno.**

CISQM-PP-PO04, Erick Aranda-García, Eliseo Cristiani-Urbina, Griselda Ma. Chávez-Camarillo. **Efecto de la fuerza iónica y co-iones sobre la biosorción de níquel divalente a partir de soluciones acuosas por la cáscara de la bellota de encino *Quercus crassipes* Humb. & Bonpl.**

CISQM-SN-PO01, Damaris, A. Mendoza-Martínez, José A. Gurrola-Ríos, Julio Montes-Avila, Saraid Mora-Rochín, Edith O. Cuevas-Rodríguez. **Síntesis y caracterización de nanoesferas de Au⁰ y Ag⁰ obtenidas a partir de los taninos de *Rubus palmeri* y evaluación de su actividad antioxidante.**

CISQM-SN-PO02, Vianney. González-López, Emmanuel. A. Ramírez, Josué. S. Hernández, Ana. L. Carrasco, Jorge Tiburcio, **María. J. Rosales-Hoz. Reactividad de cúmulos metálicos con ligantes derivados de piridina.**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 3A

Modera: Dr. Gonzalo Mena

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 10:30 – 12:30 H

CISQM-AP-PO06, M. en C. Patricia Esmeralda Vázquez Quintal, Dr. David Muñoz Rodríguez, Dr. Roger Iván Rodríguez Vivas. Extracción líquido-líquido para la determinación de moxidectina o abamectina en plasma de bovino por espectrofluorometría.

CISQM-AP-PO07, M. en C. Luis Heriberto Vazquez Mendoza, M. en C. Jonathan Garduño Durán, Dr. José Correa Basurto, Dr. Humberto Lubriel Mendoza Figueroa, Dr. Juan Benjamín García Vázquez. Detección virtual cruzada utilizando mapas farmacofóricos basados en multicomplejos de ERβ. Hacia metodologías novedosas en la búsqueda de potenciales fármacos conocidos para la terapia del cáncer de mama.

CISQM-AP-PO08, Carlos H. Escalante, Miguel A. Caracas, José Carlos Espinoza-Hicks, Francisco Delgado y Joaquín Tamariz. Síntesis de pirrolizinas por cicloadición dipolar-1,3 intramolecular de nitronas a partir de N-alenilpirroles.

CISQM-PE-PO04, Luis Antonio Bello García, Guillermo Enrique Negrón Silva, Deyanira Ángeles Beltrán, Alma Sánchez Eleuterio, Elsie Ramírez Domínguez. Síntesis sostenible de catalizadores heterogéneos tipo HDL Cu/Al aplicados a la síntesis de triazoles derivados de glucosa.

CISQM-PE-PO05, Yitzel Esthephania Alduñez González, Luis Guillermo Guerrero Ramírez, Jorge Flores Mejía, Saira Lizette Hernández Olmos. Evaluación de la capacidad de carga de un fármaco modelo en matrices poliméricas de lignina y polietilenglicol.

CISQM-PE-PO06, Antonio Tirado-Guizar, Georgina Esther Pina-Luis, Edgar Alonso Reynoso-Soto, Francisco Paraguay-Delgado, Balter Trujillo-Navarrete. Puntos Cuánticos dopados con Plata y Cobre: Propiedades Antimicrobianas.

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 3B

Modera: M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza

SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO

MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 10:30 – 12:30 H

CISQM-PP-PO05, Erick Aranda-García, Eliseo Cristiani-Urbina, Claudia Carolina Vega-García. Biosorción de cobre a partir de soluciones acuosas por la cabeza de camarón.

CISQM-PP-PO06, Sofia Denisse Meza Peña, Silvino Rojas Escobar, Andrea Lima Hernández, Yessica Hernández Maldonado, José Antonio Guevara-García. Aprovechamiento de residuos agroforestales para la elaboración de papel artesanal.

CISQM-PP-PO07, M. en C. Fernando Millán Vázquez, Dra. Brenda Liz Valle Hernández, Dra. Mirella Gutiérrez Arsaluz, Dr. Miguel Torres Rodríguez Dra. Violeta Mugica Álvarez. Determinación de Hidrocarburos Policíclicos Aromáticos y Carbono Orgánico, Carbono Elemental presentes en partículas PM2.5 de dos sitios de la Ciudad de México.

CISQM-QP-PO03, Gilberto Álvarez Guzmán, Esmeralda Martínez-Piñero Paola Denisse Falcon Torres, Ileana Elizabeth Bravo Flores, Jorge Armando Cervantes Jáuregui, José Antonio Guerra Contreras. Caracterización de Microorganismos provenientes de la calle Subterránea de Guanajuato y su inhibición por medio de tratamientos consolidantes pétreos basados en solución híbridas de alcoxisilanos glicosilados-quitosano.

CISQM-QP-PO04, Isabel Morelos Ramírez, Norma Aidé Cortez Lemus. Síntesis de copolímeros anfífilicos tipo estrella biodegradables y biocompatibles de poli(ε-caprolactona), colesterol y glucosamina.

CISQM-SN-PO03, Erick Vargas Hernández, Gloria Sánchez Cabrera, Jose G. Alvarado Rodríguez, Francisco Javier Zuno Cruz. Metabolitos como carbenos: Síntesis de carbenos NHC de Ag(I) y Au(I) derivados de teofilina.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 4A

Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez

SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO,
17:30 – 19:30 H

CISQM-SN-PO04, Carlos Jesús Cortés García, Cesia Manuella Aguilar Morales, Gabriela Servín García, Ana Karen García Dueñas, Hugo Cervantes Valencia, Rosa E. del Río Torres, Alejandro Islas Jácome, Luis Chacón García. Síntesis de un nuevo sistema híbrido farmacofórico del tipo tetrazol1,5-disustituido-1,2,3-triazol fusionado mediante una secuencia RMC de alto orden/SN2/Ciclación intramolecular alquino-azida.

CISQM-SN-PO05, Ivette Morales-Salazar, Paulina Montes-Enríquez, Miguel A. García-Sánchez, Sandra L. Castañón-Alonso, Yareli Rojas-Aguirre, Sofía Lizeth Alcaraz-Estrada, Erik Díaz-Cervantes, Eduardo González-Zamora, Alejandro Islas-Jácome. Síntesis de bis-furil-pirrol[3,4-b]piridin-5-onas vía una reacción de Ugi-Zhu y ensayos de actividad profiláctica in vitro contra el SARS-CoV-2 humano.

CISQM-QP-PO05, Clarissa Acosta Ovando, Ana Rosa Sánchez Camarillo, R. Marlen Martínez-Casares, Myrna Solís-Oba, Aida Solís Oba, Rigoberto Castro-Rivera. Reducción enzimática de benzaldehído a alcohol bencílico utilizando semillas de dos variedades de Phaseolus vulgaris (Vaquita y San Rafael) cultivadas bajo diversas condiciones de fertilización.

CISQM-QP-PO06, Velarde-Barraza, Rosalío; Calva-Yáñez, Julio César; Rivero-Espejel, Ignacio Alfredo; Reynoso-Soto, Edgar Alonso. Síntesis y evaluación de sistemas porfirínicos en fotovoltaica.

CISQM-PP-PO08, Rafael Padilla Palencia, Vianney González López, Yamir Bandala Solano. Obtención sustentable de una nanoemulsión o/w basada en aceites esenciales de Eucalyptus globulus y Thymus vulgaris.

CISQM-PP-PO09, Ma. Teresa de J. Rodríguez-Salazar, Flora E. Mercader-Trejo, Minerva Monroy-Barreto, Raúl Herrera Basurto, Analaura Skladal-Méndez, Ariana J. Morales-Velázquez, Arlett G. Gómez-Carrasco, Caterin Gutiérrez-Sánchez, Eric D. Delgadillo-Mendoza,

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 4B

Modera: Dr. David Cáceres

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA
MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 17:30 – 19:30 H

CISQM-PE-PO07, Mario Ávila-Gutiérrez, A. Hernández-Palomares F.J. Rodríguez-Valadez, F. Espejel-Ayala, E. Coutino-Gonzalez. Síntesis de catalizadores de metasilicato de litio (Li_2SiO_3) utilizando fuentes de silicio no convencionales para la producción de biodiésel a partir de aceites usados.

CISQM-PE-PO08, Alexis Hau Catzin, Dra. Yamile Pérez Padilla, Dr. Erbin Uc Cayetano. Síntesis de membranas híbridas conductoras basadas en PDMS y APTES para aplicaciones en electroquímica.

CISQM-PE-PO09, Paulina Vargas Rodríguez, Edgar Alonso Reynoso Soto, Carolina Silva Carrillo, Rosa María Félix Navarro, Brenda Cecilia Alcántar Vázquez. Efecto de la incorporación de nanotubos de carbono en ánodos para celdas solares sensibilizadas con colorante.

CISQM-QS-PO04, Manuel Amézquita Valencia, Gloria Alejandra Suárez Ortiz, Daniela Araiza Olivera, Rodrigo Hernández Correa. Separación diastereomérica de complejos quirales de renio y su estudio citotóxico: Una aproximación al mecanismo de acción contra el glioblastoma.

CISQM-QS-PO05, Irving Balbuena Rebolledo, Astrid M. Rivera-Antonio, Yudibeth Sixto-Lopez, José Correa-Basurto, Martha C. Rosales-Hernández, Jessica Elena Mendieta-Wejebe, Francisco J. Martínez-Martínez, Ivonne María Olivares-Corichi, José Rubén García-Sánchez, Juan Alberto Guevara-Salazar, Martiniano Bello Ramírez, Itzia I. Padilla-Martínez. Diseño, estudio *in silico*, síntesis, caracterización estructural y evaluación *in vitro* de derivados de 4,5-dihidropirazol-carbohidrazida con actividad antioxidante y anti-proliferativa en células de cáncer de mama.

CISQM-QS-PO06, Iván Emanuel Córdova Chale, Tania Isolina Coral Martínez, Mario Alberto Ramírez Camacho, Julio Cesar Lara Riegos. Cuantificación de metformina y glibenclamida en suero por HPLC.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 5A

Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 10:30 – 12:30 H

CISQM-PE-PO10, Vicente Esquivel Peña, Luis Germán Molina Ruiz, Alejandro Gutiérrez Sánchez, Ana Lilia Ocampo Flores, Nadia Marcela Munguía Acevedo, Josefina de Gyves Marciniak. Oxidación electrocatalítica de glicerol empleando catalizadores bimetálicos nanoparticulados.

CISQM-PE-PO11, Isabel Guadalupe Aké Turriza, Luis Román Dzib Pérez, Jorge Antonio González-Sánchez, Ildelfonso Pech Pech, Orest Bilyy. Efecto del enfriamiento aplicado al compuesto biovidrio S53P4-hidroxiapatita-AZ31 sobre su bioactividad en un fluido fisiológico.

CISQM-PP-PO10, Diana Samantha Villarreal Lucio, Rogelio Flores Ramírez, Karla Ximena Vargas Berrones. Síntesis asistida por ultrasonido de nano-polímeros impresos para la adsorción de contaminantes emergentes y su acoplamiento a un sistema de degradación fotocatalítica.

CISQM-PP-PO11, Luis Arturo Obregón Zúñiga*, Perla Elizondo Martínez, Eugenio Hernández Fernández. Remoción eficiente de Cu (II) en solución acuosa empleando tereftalohidrazida obtenida a partir de la degradación de PET de desecho asistida por ultrasonido.

CISQM-PP-PO12, Katlen M. Salcedo-Figueroa, Jorge E. Trilleras-Vásquez y Victoria A. Arana-Rengifo. Microplásticos en Agua, Sedimento y Peces de las Ciénagas San Juan de Tocagua y Luruaco (Atlántico, Colombia).

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 5B

Modera: Dr. Rubén Marrero

SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 10:30 – 12:30 H

CISQM-QP-PO07, Velarde-Barraza, Rosalío; Garcia-Gonzalez, Víctor; Alatorre-Meda, Manuel; Reynoso-Soto, Edgar Alonso; Rivero, Ignacio Alfredo. Síntesis e sistemas aza-Biodipy para su aplicación en bioimagen.

CISQM-QP-PO08, Esmeralda Lizet Martínez Piñero, Gilberto Álvarez Guzmán, Denisse Paola Falcon Torres, Ileana Bravo, Jorge Armando Cervantes Jáuregui, José Antonio Guerra Contreras. Aplicación de soluciones híbridas de alcóxidos glicosilados-quitosano sobre materiales pétreos deteriorados con sales.

CISQM-QP-PO09, Isabel Silva, Javier Reyes Trujeque, Mayra Manrique Ortega, Helena Barba-Meinecke. Cambios morfológicos y estructurales del vidrio o causados por la meteorización y su composición química.

CISQM-QS-PO07, Ing. Maria Isabel Medrano Escobar, Dra. Delia Quintana Zavala, Dr. Juan Alberto Guevara Salazar. Síntesis, caracterización espectroscópica y estudio *in silico* de hidroxí-isoxazolinás e isoxazoles con potencial actividad antibacteriana.

CISQM-QS-PO08, Angeles Estefhania Gamboa Canul, Rolando David Cáceres Castillo, Ramiro F. Quijano Quiñones. Acoplamiento molecular y síntesis de derivados fenilpropanoide con potencial actividad antiparasitaria.

CISQM-QS-PO09, Lidia Escutia Guadarrama, David Morales Bernal, Sofía Guillermina Burillo Amezcua. Desarrollo de redes poliméricas interpenetradas (IPNs) de gelatina-polivinilpirrolidona para su potencial aplicación como apósitos cutáneos de tipo hidrogel.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 6A

Modera: M. en C. Wendy Fanny Brito Loeza

AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA

VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 10:30 – 13:00 H

CISQM-SN-PO07, Carlos Jesús Cortés García, Gabriela Servín García, Paris Garibay Tolento, Luis Chacón García, Rosa E. del Río. Síntesis de derivados del producto natural 6 β -acetoxivouacapano mediante la reacción de multicomponentes Ugi-azida.

CISQM-SN-PO08, Roberto Edrey Blanco Carapia, Jennifer Poled Dávila Cerecedo, Enrique Alejandro Aguilar Rangel, Mónica Alejandra Rincón Guevara, Atilano Gutiérrez Carrillo, Alejandro Islas Jácome, Eduardo González Zamora. Síntesis de quinolin-pirrol[3,4-b]piridin-5-onas-fluoradas con posible actividad biológica.

CISQM-SN-PO09, M.C. Francisca Johana Aguilar Costilla, Dra. Elisa Leyva Ramos, Dra. Silvia Elena Loredo Carrillo. Síntesis de 1,2,3-triazoles fluorados mediante química "click".

CISQM-SN-PO10, Edith Margarita Angulo Rodríguez, Rubén Marrero Carballo, Gumersindo Mirón Lopéz. Síntesis de moléculas híbridas de 1,2,3-triazoles derivados de triterpenos pentacíclicos con esqueleto lupano aislado del *Chrysophyllum cainito* L.

CISQM-PP-PO13, Humberto L. Mendoza Figueroa, Luis Heriberto Vázquez Mendoza, Juan Benjamín García Vázquez, José Correa Basurto. Identificación de potenciales inhibidores peptidomiméticos dirigidos a Mpro del SARS-CoV-2 a través del modelado farmacofórico basado en estructura.

CISQM-PP-PO15, Jorge López Téllez, José A. Rodríguez, José M. Miranda, Alicia C. Mondragón, Israel S. Ibarra. Determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en muestras acuosas empleando poliestireno reciclado en extracción en fase sólida en punta de pipeta mediante HPLC-FLD.

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

PRESENTACIONES ORALES

Modalidad Virtual y Presencial

SESIÓN 6B

Modera: Dr. David Cáceres

SALÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO

VIERNES 2 DE SEPTIEMBRE, 10:30 – 13:00 H

CISQM-LM-PO01, Espinoza Sandoval Yareli Andrea, Dra. Viridiana Gisela Llera Rojas. Desarrollo y evaluación física de sistemas automicroemulsificables sólidos para la administración de un fármaco de baja solubilidad (Felodipino).

CISQM-QS-PO10, Luis Angel Gil Ruiz, Juan Benjamín García Vázquez, Humberto Lubriel Mendoza Figueroa, José Correa Basurto. Diseño *in silico*, síntesis y evaluación *in vitro* de compuestos dirigidos a GPER con posible actividad antiproliferativa en células de cáncer de mama.

CISQM-QS-PO11, Eduardo De la Cruz-Cano, Adelma Escobar-Ramírez, Jorge T. Ayala-Sumano, José A. González-Garrido, José R. García-Sánchez, Carlos J. López-Victorio. Chalcona fluorada promueve la expresión de p53, p21 y Bax en células de cáncer de mama triple negativo mediante la regulación negativa de MDM2.

CISQM-PN-CP10, Luis J. Calvillo-Carranza, Adriana Méndez-Ochoa, Rosa E. del Río, Julio C. Ontiveros-Rodríguez, Judit Aviña-Verduzco, Ramón Guzmán-Mejía, Lidia Beiza-Granados, Hugo A. García-Gutiérrez. Análisis de la reactividad de los hidroxilos C-2 y C-3 del ácido alfitólico.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS SESIÓN 1

CARTELES ESTUDIANTILES

Modalidad Presencial

1° y 2° NIVEL CENTRO CULTURAL UNIVERSITARIO

MARTES 30 DE AGOSTO, 12:30 – 14:00 H.

CISQM-LM-CE01, Ana Esperanza Arellano de la Rosa, María Paulina Zárate Rodríguez, Alma Rojas Rodríguez. Determinación del Nivel de Integridad de Seguridad para una planta productora de azufre.

CISQM-PE-CE01, Carmen Angélica Romero Ramírez, Elizabeth Ramírez Cabrera, Silvia Soledad Rosales Murillo, Luis Guillermo Guerrero Ramírez, Jorge Flores Mejía, Saira Lizette Hernández Olmos. Funcionalización química y evaluación del rendimiento de extracción en antocianinas obtenidas a partir de pétalos de rosas frescas y secas.

CISQM-PE-CE03, María del Rosario Nuño de Loera, Yitzel Esthephania Alduñez Gonzalez, Saira Lizette Hernández Olmos, Jorge Flores Mejía, Luis Guillermo Guerrero Ramírez. Estudio de la capacidad de adsorción de un agente bacteriostático de alto espectro en matrices poliméricas.

CISQM-PP-CE01, Santiago Inestrillas Hernández, Carlos Morales Garibaldi, Víctor Hugo Del Valle Muñoz, Georgina Montes de Oca Ramírez, Sergio Barrientos Ramírez. Un método general de obtención de pectina a partir de residuos de naranja aplicando principios de química verde.

CISQM-PP-CE06, Valeria Román Ayala, Karla Elizabeth Ramírez Gualito. Evaluación de las tendencias tecnológicas orientadas a la biodegradación de polímeros persistentes a partir de la inteligencia tecnológica.

CISQM-QP-CE01, Anabel Cerda Rivera, Arantxa Chacón Ramírez, Cecilia Ximena Villegas Pañeda, Alma Delia Rojas Rodríguez. Calculadora de coeficientes de fugacidad en mezclas.

CISQM-QS-CE05, Carlos Alcides Chávez Soriano, Everardo Curiel Quesada, Graciela Castro Escarpulli, Alicia Reyes Arellano. Síntesis de azinas y azoles y su evaluación como inhibidores del quorum sensing.

CISQM-SN-CE01, Carlos F. Alavez Ek, Edy H. Magil López, Maribel Rodríguez Aguilar, Alma K. Tzec Nahuat, Roger G. Cauich Kumul, Gonzalo J. Mena Rejón, Angel D. Herrera España. Epoxidación de eugenol como punto de partida en la obtención de derivados 1,2,3-triazólicos

CISQM-SN-CE02, Ana Paola Montserrat Hernández Muñoz, Manuel Alejandro Estrella Gutiérrez, David Cáceres Castillo, Ramiro F. Quijano Quiñones, Gonzalo J. Mena Rejón, Gumersindo Mirón López. Síntesis del ácido azobenceno-4,4'-dicarboxílico para su potencial aplicación como ligante en estructuras metal orgánicas

CISQM-SN-CE04, Frida Aurora Espada Padilla, Rogelio Jiménez-Juárez. Síntesis sustentable de 5-azaquinoxalinas 2,3,6 sustituidas con potencial actividad citotóxica.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

SESIÓN 1

CARTELES ESTUDIANTILES

MODALIDAD VIRTUAL

Canal de YouTube de SQM

MARTES 30 DE AGOSTO, 12:30 – 14:00 H

CISQM-AP-CE01, Leonel Armando Gallegos Gloria, Dr. Francisco Javier Garfias Vásquez. Construcción y validación de una celda para determinar la tensión superficial mediante el método de burbuja ascendente.

<https://youtu.be/k1RSi-7York>

CISQM-PE-CE02, Diana García Martínez, Karina Solórzano Acevedo, Yolanda M. Gómez Gómez, Itzia I. Padilla Martínez. Polímeros: Innovación como nanoacarreadores de fármacos hidrofóbicos.

CISQM-PE-CE04, Miriam Martínez Luna, Omar Cortezano Arellano, Deyanira Ángeles Beltrán. Cobre soportado en hidrotalcita magnesio-aluminio como catalizador sostenible.

CISQM-PE-CE05, Paulina Guadalupe García Gaytán, Elsa Nadia Aguilera González, Jesús Rodolfo González Calvillo, Antonia Martínez Luévanos, Sofía Estrada Flores. Desarrollo de sensores amperométricos de glucosa basados en nanocompositos de GO-NiO.

CISQM-PN-CE01, Vannia Jocelyn Figueroa-Cadena, Dr. Melvin Roberto Tapia-Rodríguez, M.C. Jorge Omar Fimbres-García, Dr. Jesús Fernando Ayala-Zavala, Dra. Ariadna Thalía Bernal-Mercado, Dr. Ernesto Uriel Cantú-Soto. Aceite esencial de *Lippia graveolens* como inhibidor de formación de biopelículas de *Acinetobacter baumannii*.

<https://youtu.be/bWXhGFnZiEU>

CISQM-PN-CE02, Silvana Vázquez Maldonado, Rogelio Pérez-Cadena, Daniela Rodríguez Leal, Angélica Evelin Delgadillo López, Elizabeth González Escamilla, Luis Díaz-Batalla. Hidrólisis química de las fracciones de vaina de mezquite en la obtención de azúcares reductores para la fermentación.

CISQM-PN-CE04, Adan Rene Pérez García, Miriam Sedano Mendoza, Nancy Eloísa Rodríguez Olalde. Análisis comparativo de dos métodos cuantitativos en la extracción tánica de la corteza de *Quercus sp.*

<https://youtu.be/YvEfEhFNy8c>

CISQM-PP-CE02, Rosa Ernestina Ortega Herrera, Víctor Manuel González Ortiz, Rodolfo González Chávez, Carolina Martínez Sánchez. Valorización del residuo $FeSO_4$ en un proceso Fenton y electro-Fenton para la remoción del colorante naranja de metilo.

CISQM-PP-CE03, Karla Colín García, Gustavo Axel Elizalde Velázquez, Leobardo Manuel Gómez Oliván, Hariz Islas Flores, Sandra García Medina, Marcela Galar Martínez, Octavio Dublán García. La exposición aguda a concentraciones de sucralosa ambientalmente relevantes perjudica el desarrollo embrionario e interrumpe el estado redox de Danio rerio.

CISQM-PP-CE04 Monica Yolotzin Morales Rosen, Edgar Oswaldo Leyva-Cruz, Erasmo Flores Valverde, Rita Valladares Rodríguez, Deyanira Ángeles Beltrán. Remediación de un efluente industrial contaminado con iones de cobre usando HDL.

<https://youtu.be/ikfbDqYHW98>

CISQM-PP-CE05, Julián Eduardo Rivera Pérez, Carlos Ríos Martínez, Daniel Hernández Ramírez, Fernando Mireles García, Edmundo Escareño Juárez, José Luis Pinedo Vega. Determinación de la abundancia de emisores gamma en ladrillo producido en el municipio de Guadalupe, Zacatecas, México.

CISQM-QP-CE02, Olga Jazmín Morales Alcantar, R. Marlen Martínez Casares, Aida Solis Oba, Liliana Hernandez Vazquez, Julia Cassani Hernandez, Hector Luna Contla. Evaluación del efecto del medio de reacción en la actividad reductasa de *Phaseolus vulgaris* (Frijol).

CISQM-QP-CE03, Elizabeth Álvarez Montalvo, R. Marlen Martínez Casares, Aida Solis Oba, Liliana Hernández Vazquez, Julia Cassani, Hector Luna. Reducción de benzaldehído a alcohol benílico utilizando biocatalizadores de origen vegetal.

CISQM-QP-CE05, Olga Jazmín Morales Alcantar, R. Marlen Martínez Casares, Aida Solis Oba, Liliana

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Hernandez Vazquez, Julia Cassani Hernandez, Hector Luna Contla. **Inmovilización de reductasas presentes en los extractos acuosos de frijoles y su aplicación en la reducción de benzaldehído.**

CISQM-QP-CE06, Elizabeth Álvarez Montalvo, Aida Solís Oba, R. Marlen Martínez Casares, Liliana Hernández Vazquez, Julia Cassani Hernandez, Actividad enzimática de HNL de semillas de Pouteria sapota (Mamey) inmovilizada sobre celita.

CISQM-QS-CE01, Demián Joshua Hernández Palacios, José Martín Santiago Quintana, Efrén Venancio García Báez, Itzia I. Padilla Martínez. Síntesis y evaluación *in silico* de nuevos carbamatos derivados de hidroxibenzoilcumarinas para la inhibición de la acetilcolinesterasa involucrada en la enfermedad de Alzheimer.

CISQM-QS-CE02, Marco Aurelio Santander Martínez, Estephania Alejandra Prado Cortés, Raquel Retana Ugalde, Andres Alvarado Salazar. Diseño *in silico* de inhibidores nucleósidos de la transcriptasa inversa del Virus de la Inmunodeficiencia Humana VIH-tipo 1
<https://youtu.be/Tq1dixHoDI>

CISQM-QS-CE03, Adriana Lizbeth Rivera Espejel, María Inés Nicolás-Vázquez, René Miranda Ruvalcaba. Estudio teórico de moléculas híbridas de cisplatino y

cispladio con derivados de perezona e isoperezona, candidatos como agentes antineoplásicos.

<https://youtu.be/S3vPISWi0xQ>

CISQM-QS-CE04, Samuel Daniel Jiménez García, Gabriela Licona Cabrera, Everardo Curiel Quesada, Graciela Castro Escarpulli, Alicia Reyes Arellano. Derivados de quinoxalinonas como inhibidores del quorum sensing en Pseudomonas aeruginosa.

<https://youtu.be/KSROdJ6OpsE>

CISQM-SC-CE01, Zahira Marilyn Gómez Becerra. Producción de harina obtenida a partir de cáscara y pulpa de papa Pastusa Suprema (Solanum tuberosum) cultivada en Villapinzón (Cundinamarca).

CISQM-SC-CE02, Manuel de Jesús Hernández Monrroy, Alan Couttolenc Aguirre, César Espinoza Ramírez. Evaluación del efecto de L-metionina sobre la producción de Ergotioneina a partir de la fermentación en estado sólido de Lentinula edodes.

CISQM-SC-CE03, Andrea Neveros Alaniz, Valeri Domínguez Villegas, María Luisa Garduño Ramírez. Comparación de la aportación antioxidante del nopal Opuntia ficus-indica en fresco vs deshidratado cultivado en Tepoztlán, Morelos principal productor del país

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

SESIÓN 2

CARTELES PROFESIONALES

Modalidad virtual

Canal de YouTube de SQM

MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 12:30 – 14:00 H

CISQM-AP-CP01, Rodolfo Alberto Perea Cantero, Ivonne Barrera Jiménez. Potencial Probiótico de Lactobacilos Aislados de Fluido Vaginal de Mujeres Sanas.

<https://youtu.be/AIJnmqFSP8M>

CISQM-AP-CP02, Rodolfo Alberto Perea Cantero, Ivonne Barrera Jiménez. Calidad aerobiológica en ambientes interiores de la Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco.

<https://youtu.be/Pnj3hdl1yDA>

CISQM-AP-CP04, José Bernardo Flores Cavazos, Ángel Rafael Lara Hernández, Sergio Iván Padrón Ortega, Alejandra García Guevara, Nohra Violeta Gallardo Rivas, Ulises Páramo García. Desarrollo metodológico para el análisis composicional de un crudo mexicano.

<https://youtu.be/2hzOCcOPsWI>

CISQM-AP-CP05, Rafael de Jesús de la Cruz Vicente, Gisela Gutiérrez-Iglesias, César Miguel Mejía-Barradas, María Antonieta Suárez-Souto, Jesús Arrieta-Valencia, Brayan Omar García-Herrera, Lizbeth Sánchez-Esquivel. Estandarización de la curva de densidad tumoral para inducir metástasis de células de cáncer de mama hacia pulmón en modelo de ratón Balb/c.

CISQM-AP-CP06, MSc. Mario Alberto Llinás Viloria, PhD. Jorge Roperro Vega, PhD Miriam Fontalvo Gómez. Determinación del contenido de glicerol y humedad en glicerina cruda por espectroscopia de infrarrojo cercano (ft-nir).

<https://youtu.be/UJFFdOa0490>

CISQM-AP-CP09, Margarita Chávez Martínez, María Cecilia Salcedo Luna, Leonardo Hernández Martínez, María de la Luz Soto Téllez, Hermilo Goñi Cedeño, María del Rocío Cruz Colín. Estudio de curva de calibración y sensibilidad para Li6MgZr3O10 por FAAS.

CISQM-AP-CP10, Rafael de Jesús de la Cruz Vicente, César Miguel Mejía Barradas, Gisela Gutiérrez Iglesias, Claudia Camelia Calzada Mendoza, María Elena-Sánchez Mendoza, Alberto Parra-Barrera, José Jesús Pérez Correa. Estandarización de un modelo de rasgado para

evaluar procesos de migración de células troncales mesenquimales en presencia de un ambiente cardiaco hipóxico en comparación de un normóxico.

CISQM-DE-CP01, Laura Cristel Rodríguez López, Hermicenda Pérez Vidal, Angélica Silvestre López Rodríguez, Laura Lorena Díaz Flores, Elsa Emilia Uicab Cordova. Obtención de nanopartículas de óxido de zinc (NPs-ZnO) por mecanosíntesis.

CISQM-DE-CP02, Carolina Morales-García, Adriana Pérez-González, Martín A. Iglesias Arteaga, Annia Galano. Cuantificación teórica de la actividad antioxidante primaria de compuestos espirocromenos y espiroindenos.

<https://youtu.be/WzCsUKTS30E>

CISQM-DE-CP04, Margarita Chávez Martínez, María Cecilia Salcedo Luna, Leonardo Hernández Martínez, María de la Luz Soto Téllez, Hermilo Goñi Cedeño, María del Rocío Cruz Colín. Determinación de la estructura cristalina del nuevo óxido complejo Li6ZnZr3O10.

CISQM-DE-CP06, Luis Gabriel Talavera Contreras, Luis Felipe Hernández Ayala, Virginia Gómez Vidales, Lena Ruiz Azuara. Síntesis, caracterización y docking molecular of Casiopeínas(R) de Casiopeínas(R) con bipéptidos como ligante secundario; inhibidores potenciales de proteínas trascendentales del SARS-COV2.

<https://youtu.be/ChSvvrAYJYI>

CISQM-JJ-CP02, Enoé Rodríguez Jonguitud, René Rangel Méndez, Aura Ontiveros Valencia, Lourdes B. Celis, César Nieto Delgado, Elías Razo Flores. Aumento de la producción de hidrógeno en fermentación oscura por medio de la extracción de ácidos carboxílicos.

CISQM-LM-CP01, Abigail Garcia-Radilla, Mariana Ortiz-Reynoso, Edna T. Alcantara-Fierro, Jonnathan G. Santillán-Benítez. Desarrollo de un co-procesado de un fármaco antimicótico de velocidad de disolución mejorada mediante la técnica de granulación por fusión en un mezclador de alto corte.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

CISQM-PE-CP03, Yoarhy A. Amador Sánchez, Diego Solís Ibarra, Brenda Vargas. Síntesis de nanocristales de perovskita (CsPbX₃) estabilizados por surfactantes zwitteriónicos de tipo sulfobetaina.

<https://youtu.be/sVBIBJSV6Mo>

CISQM-PE-CP08, Octavio Aguilar Martínez, Víctor F. Santes Hernández, C.E. Santolalla Vargas, Francisco Tzompantzi Morales, Issis C. Romero Ibarra y Yanet. Mejoramiento de la actividad fotocatalítica de CeO₂ mediante el uso de urea como combustible.

https://youtu.be/NR_wXZAQ5no

CISQM-PE-CP09, Octavio Aguilar Martínez, Yanet Piña Pérez, Francisco J. Tzompantzi Morales, Raúl Pérez Hernández. Inserción de Zn²⁺ en Al₂O₃ sintetizado por el método sol-gel con actividad fotocatalítica en la mineralización de fenol.

<https://youtu.be/m2tWFThsBjM>

CISQM-PN-CP03, Lidia Meléndez Balbuena, Franchescoli Didier Velázquez Herrera, Ismael Soto López, Mónica Cruz Hernández. Síntesis y caracterización de nanopartículas de oro preparadas con extracto de Eucalyptus globulus como antioxidantes naturales.

CISQM-PN-CP11, Juan Pablo F. Rebolledo-Chávez, Marisela Cruz-Ramírez, Raquel Arciga-Pedraza, Julio César Lemus, Norma Olguín-López. Revalorización de excedentes en la industria de la floricultura para la obtención de aceites esenciales con aplicación cosmética.

CISQM-PP-CP02, Miguel Ángel Castillo Corzo, Ana Contreras Contreras, Claudia Liliana Felles Isidro, Pascual Sarmiento Maza, Adriana María Castillo Corzo, Nadia Beatriz Rea Dionicio, Jorge Minaya Martínez. Análisis Fisicoquímico de aguas residuales emitidos desde la Zona Industrial del distrito de Paramonga-Perú al Océano Pacífico.

CISQM-PP-CP05, Rafael Manuel de Jesús Mex-Álvarez*, María Magali Guillen-Morales, Patricia Margarita Garma-Quen, David Yanez-Nava, María Isabel. Efecto del extracto de Psidium guajava sobre el tiempo de coagulación de sangre humana.

CISQM-PP-CP06, Dr. Faustino Juárez Sánchez, Q.A. Oscar Alejandro León Mena. Distribución de U y Th en chinampas de Xochimilco, Ciudad de México.

CISQM-PP-CP07, Ricardo E. Vargas-González, Sugey López-Martínez, Carlos M. Morales-Bautista, Emanuel

Hernández-Núñez. Carlos Juan Alvarado-López. Caracterización de fluidos y recortes de perforación de base aceite para una propuesta de nuevas alternativas de gestión y tratamiento.

CISQM-PP-CP08, Miguel Ángel Castillo Corzo, Víctor Peña Rodríguez, Luis Miguel Angulo Ramírez, Eduardo Gonzalo Villarreyes Peña, Luis Borja Castro, Juan Carlos González Gonzales, Galo Patiño Camargo, Luis de los Santos Valladares. Estudio de la concentración de actividad radiactiva en suelos de una antigua zona contaminada en el departamento de Huancavelica, Perú.

CISQM-QP-CP01, Ismael Soto López, Lidia Meléndez Balbuena, Luz Angélica Domínguez Hernández, Mónica Cruz Hernández, Guadalupe López Olivares, Ana Lilia Padilla Velasco, Alejandra Castro Lino. Obtención del patrón de comportamiento químico de las huellas latentes conforme al tiempo, género y edad.

CISQM-QP-CP02, Estefanía G. Vera-Alvizar, Violeta Álvarez-Venicio, María del Pilar Carreón-Castro, Margarita Rivera. Estudio de la interacción entre películas de porfirina y nucleósidos.

CISQM-QP-CP03, Jesús M. Rivera, Margarita Rivera. Fenómenos de interacción entre moléculas de importancia biológico y películas delgadas de macrociclos orgánicos tipo porfirinas.

CISQM-QP-CP05, R. Marlen Martínez Casares, Clarissa Acosta Ovando, Aida Solís Oba, Liliana Hernández Vazquez, Julia Cassani Hernandez, Héctor Luna Contla. Inmovilización de HNL de semilla de Pouteria sapota (Mamey) para la obtención de (R)-mandelonitrilo.

CISQM-QP-CP10, Cesar A. Guarín Durán, Luis Mendoza Luna, José Luis Hernández Pozos, Emmanuel Haro Poniatowski. Caracterizando estados electrónicos de IR780 para fotofarmacología: estudio experimental con el láser de femtosegundos y cálculos DFT.

<https://youtu.be/JAeNcL2n-BM>

CISQM-QP-CP11, María Antonieta Ramírez-Morales, Elisa Di Luca, Giuseppe A. Mele, Pier Paolo Pompa, María Ada Malvindi. Síntesis a medida y funcionalización con biotina de nanosistemas de sílice con dos tintes para aplicaciones biomédicas.

https://youtu.be/tk4_DRx3rwk

CISQM-QS-CP03, Ángel Guadalupe Tzanahua López, Jorge Esteban Miranda Calderón, María Josefa Bernard Bernard, Lizbeth Martínez Acevedo. Caracterización

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

fisicoquímica de dispersiones solidas de desvenlafaxina succinato basadas en la cuarta generación.

CISQM-QS-CP04, Jessica Rubí Morán Díaz, Juan Alberto Guevara Salazar, Delia Quintana Zavala, José Luis Ávila Melo, Hugo Alejandro Jiménez Vázquez. Estudio teórico, diseño racional y síntesis orgánica de nuevos inhibidores de la biosíntesis de proteínas como bioisómeros de oxazolidinonas sobre bacterias Gram positivas.

CISQM-QS-CP05, Dra. Karla Karina Guzmán Rabadán, Dr. Salvador Hernández Martínez. Efecto de los niveles de allatotropina sobre el sistema inmune del mosquito Aedes aegypti.

CISQM-QS-CP06, Leztly Marlene de Luna Pérez, Azucena González-Horta, Omar Portillo-Castillo, Marsela Garza-Tapia, Rocío Castro-Ríos, Abelardo Chávez-Montes, Brenda González Hernández, Dvorak Montiel Condado. Evaluación del efecto de la Avenantramida-C sobre la fibrilación de la insulina *in vitro*.

CISQM-QS-CP07, Jesus Ismael Briceño Torres, Blanca Estela Jaramillo Loranca y Yuridia Mercado Flores. Evaluación De No Análogos De Nucleósidos Como Inhibidores De Cistein Proteasas Con Potencial Uso Contra El Virus Sars-Cov-2.
https://youtu.be/z4S0Wlb_P4Q

CISQM-QS-CP09, Erika Torres Aguilar (Estudiante de Maestría), Mirna Yazmín Vera (Estudiante Licenciatura), Jorge E. Miranda Calderón (Doctor). Estudios de solubilidad de Carbamazepina en excipientes lipídicos de interés farmacéutico.

CISQM-QS-CP10 Ramiro Muñiz-Díaz, Sagrario Yadira Gutiérrez de la Rosa, Óscar Gutiérrez Coronado, José Antonio Pérez-Tavares, Rita Patakfalvi. Síntesis verde de nanopartículas de platino.

CISQM-QS-CP20, Alberto Blanco-Salazar (ponente), Yanis Toledano-Magaña (principal), Jesús Gabriel González-Vega, María Evarista Arellano-García, Juan Carlos García-Ramos, Nina Bogdanchikova. El agente de recubrimiento modula la actividad antiproliferativa y citotóxica inducida por AgNPs en modelos *in vitro* de leucemia linfocítica.

CISQM-QS-CP23, M.Sc Jesús Gabriel González Vega, Dr. Juan carlos García Ramos, Dra. Yanis Toledano Magaña, Dra. María Evarista Arellano García, M.Sc

Alberto Blanco Salazar. **Comparación del efecto citotóxico de nanopartículas de plata en modelos con líneas celulares y cultivos primarios de pulmón.**
CISQM-QS-CP24, Erika Sarmiento Tlale, Dolores Guadalupe Aguila Muñoz, Brandon Hernández. Síntesis de Piranoisoflavonas como potenciales inhibidores de alfa-amilasa.

CISQM-SC-CP04, Walter M. Warren-Vega, Rocío Fonseca-Aguñaga, Linda V. González-Gutiérrez, Luis A. Romero-Cano. Estudio en la caracterización de Tequila 100% agave y sus clases por técnicas electroquímicas empleando electrodos de óxido de grafeno.
<https://youtu.be/HlefqPx17Ac>

CISQM-SN-CP04, Grecia Katherine Sánchez-Muñoz, Marina A. Ortega-Rojas, Leticia Chavelas-Hernández, Jonathan R. Valdéz-Camacho, Jaime Escalante García. Reacciones de Transesterificación catalizada por CaLB vía solvent-free con ésteres metílicos y alcoholes asistidas por vacíos.
<https://youtu.be/lXj6D68F8bo>

CISQM-SN-CP07, Mitzi Rodríguez Reyes, Jaime Escalante García. Síntesis asimétrica de pares diastereoisoméricos de β -lactamas, caracterización y su modelado molecular.

CISQM-SN-CP18, Edgard Fabián Blanco Acuña, Héctor García Ortega. Síntesis, comportamiento fotofísico en disolución, agregados, estado sólido y estudio computacional de nuevos derivados de 2,2 - bis(indolil)metano-trifenilamina.

CISQM-SN-CP19, M. en C. María Magdalena Vázquez Alvarado, Dr. Oscar González-Antonio, Dra. Cristina del Carmen Jiménez Curiel, Dra. Rosa Santillan Baca, Dr. Arturo Abreu Corona, Dr. José Norberto Farfán García. Macrocielos dimericos con complejos de boro impulsados por una reacción de autoensamble.

CISQM-SN-CP24, Maria Luz Carrera Jota, Ángel de Jesús Morales Ramírez, Antonio Arce Plaza, Pedro Adrián Martínez Montoya, Daysy Minerva Tamayo Orrostieta, Oscar Manuel Pérez Landeros. Estudio de los sistemas Lu2O3:Eu3+/SiO2 funcionalizado con PABA.

CISQM-SN-CP25, Alejandro Mendoza-Bautista, Uriel Maldonado-Ortega, Maricruz Sánchez-Zavala, Daniel Mendoza-Espinosa, Nayeli Trejo-Carbajal, Myriam Meléndez-Rodríguez, Oscar R. Suarez-Castillo. Obtención de los ésteres isoméricos 2-(2-oxo-3-indolil)acetato y 1-(2-oxo-4-quinolil)formiato y su identificación mediante RMN de protón.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

SESIÓN 3

CARTELES PROFESIONALES

Modalidad presencial

1° y 2° NIVEL CENTRO CULTURAL UNIVERSITARIO

JUEVES 1 DE SEPTIEMBRE, 12:30 – 14:00 H

CISQM-AP-CP03, M. en C. Patricia Esmeralda Vázquez Quintal, Dr. David Muñoz Rodríguez, Dr. Roger Iván Rodríguez Vivas, Dr. Alejandro Ávila Ortega. Estudio espectrofluorométrico de la derivatización de moxidectina y abamectina.

CISQM-AP-CP07, Cesar Castro García, Laura Ferrer Trovato, Rogelio Rodríguez Maese, Verónica Rodríguez Saldaña, Luz O. Leal Quezada. Desarrollo y validación de dispositivos impresos en 3D para la determinación de fármacos antiinflamatorios no esteroideos (AINEs) en muestras de agua por métodos cromatográficos.

CISQM-AP-CP11, Eduardo Gabriel Guzmán-López, Miguel Reina, Romina Castañeda-Arriaga, Adriana Pérez-Gonzalez, Annia Galano. Estrategia novedosa para generar nuevos fármacos antioxidantes multifuncionales: Caso de estudio Edaravone.

CISQM-AP-CP12, Rogelio Soto Ayala. Propiedades higroscópicas del producto comercial cero humedad.

CISQM-AP-PO03, Redisber Polo Barrera. La enseñanza de la química y su aplicabilidad para la vida. Su orientación vocacional en estudiantes.

CISQM-DE-CP03, Verónica M. Rivas Galindo, Elda M. Melchor Martínez, Alma L. Saucedo Yañez, Guido F. Pauli, Matthias Niemitz, Gabriel Cuevas. Análisis completo de espines en una mezcla de dos diastereoisómeros de tipo 9,13-Ciclojatrofano.

CISQM-JJ-CP03, Alfonso Mayrén Gutiérrez, Guadalupe Ramos Sánchez, Ignacio González Martínez. Funcionalización de biopolímeros como estrategia para mejorar los sistemas de almacenamiento de energía.

CISQM-JJ-CP04, Miguel Ángel Martínez Cruz, Ignacio González, Guadalupe Ramos Sánchez. Efecto de la concentración de Mn como dopante en Cuprato de litio como cátodo para baterías de ion litio.

CISQM-PE-CP01, Juan José Hinojosa Mojarro, Balter Trujillo Navarrete, Rosa María Félix Navarro, Francisco Paraguay-Delgado, Jassiel O. Rodríguez Barrera. Estudio

de propiedades de titanato de calcio (CaTiO₃) vía experimental y por DFT.

CISQM-PE-CP02, Gloria Alejandra Suárez-Ortiz, Julián Andrés Enciso Vargas, Manuel Amézquita Valencia. Alcoxycarbonilación de 3-Alil-2-hidroxi-naftoquinona: Síntesis regioselectiva de esteres ramificados.

CISQM-PE-CP04, Julian Andres Enciso Vargas, Gloria Alejandra Suárez Ortiz, Manuel Amézquita Valencia. Alcoxycarbonilación regioselectiva de 2-Alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona catalizada por paladio.

CISQM-PE-CP05, Estefania Reyes Mercado, J. Betzabe González Campos, Yliana López Castro. Preparación de un catalizador heterogéneo cobre (I)-quitosano y evaluación de su actividad catalítica.

CISQM-PE-CP06, Mirza Mariela Ruiz Ramirez, Balter Trujillo Navarrete, Rosa María Félix Navarro, Francisco Paraguay-Delgado, Jassiel O. Rodríguez Barrera. Propiedades optoelectrónicas y mecánicas de titanitas sintéticas (CaTiSiO₅).

CISQM-PN-CP01, Eduardo Lozano Guzmán, José Ángel Núñez Ortiz, Maribel Cervantes Flores, María Guadalupe Nieto Pescador, Sergio Uriel Escobar Gutiérrez, David Alejandro Ortega Martínez. Combinación de Linezolid y Larrea tridentata contra SARM.

CISQM-PN-CP02, Eduardo Lozano Guzmán, Francisco Javier Moreno Cruz, María Guadalupe Nieto Pescador, Ángel Antonio Vértiz Hernández, Adolfo Padilla Mendiola, Maribel Cervantes Flores. La chaya aminora el daño provocado por la exposición a Arsénico.

CISQM-PN-CP04, Dra. Zhelmy del Rocío Martín Quintal, M. en C. Manlio Joaquín Graniel Sabido, Dra. Miriam M. Ferrer Ortega, Dr. Juan Jiménez Osorio, Q.F.B. Mineeth Sarai Zapata Pascacio. Desarrollo de un método analítico por CLAE para la cuantificación de compuestos polifenólicos en Cordia dodecandra.

CISQM-PN-CP05, Fernando Andrei Dzul Moo, Zhelmy del Rocío Martín Quintal, Pablo Sansores Peraza, Miriam M. Ferrer Ortega, Juan Jiménez Osorio. Estudio

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

químico del extracto apolar de las hojas de *Cordia dodecandra* A.DC.

CISQM-PN-CP06, Francisco Juárez-Carrillo, Julio C. Ontiveros-Rodríguez, Rosa E. del Río, Judit Aviña Verduzco, Hugo A. García-Gutiérrez. Aprovechamiento de las ondas ultrasónicas en la preparación de derivados tipo éster del ácido 2 α -hidroxiperuico.

CISQM-PN-CP07, Fidel Rodríguez-López, Hugo A. García-Gutiérrez, Rocío Gámez-Montaño, Lidia Beiza-Granados, Judit Aviña-Verduzco. Triterpenos de origen vegetal como componentes en la reacción de Passerini.

CISQM-PN-CP08, Jhusua David Reina García, Diana Guerra Ramírez, Juan Guillermo Cruz Castillo, Gustavo Almaguer Vargas, Álvaro Castañeda Vildózola. Comparación del potencial nutraceutico en hojas de kiwi bajo diferentes condiciones de secado.

CISQM-PN-CP03, Cyntia Rocío Flores-Juárez, María Guadalupe Nateras Ramírez, Ana Raquel S. Estilla Escamilla, Juan Pablo Leyva Hurtado, Daniel Hernández-Arriaga, Julio Cesar González-Olvera. Biosíntesis y extracción de Polihidroxialcanoatos por Pseudomonas putida usando residuos orgánicos como sustrato.

CISQM-PP-CP09, Hector Dominguez, Ana B. Salazar-Arriaga, Edith Cedillo-Cruz, Edwin Chávez-Martínez. Uso de tensoactivos para el estudio de retención de contaminantes.

CISQM-PP-CP10, Ana Beatriz Salazar Arriaga, Hector Dominguez Castro. Aplicación de campos eléctricos en la fisicoquímica de la desorción de una mezcla de hidrocarburos y tensoactivos: dodecilsulfato de sodio (SDS), sobre grafito: un estudio por dinámica molecular.

CISQM-QP-CP04, María Olivia Noguez Córdova, Diana Camacho Acevedo, Benjamín Velasco Bejarano, Iván Missael Espinoza Muñoz, Gabriel Arturo Arroyo Razo, René Miranda Ruvalcaba. Síntesis de monastrol mediante un protocolo de química verde.

CISQM-QP-CP07, Jaime Valdez Ruvalcaba, Cristina G. Bernal Candelaria, Roberto Flores Moreno, Bernardo A. Zúñiga Gutiérrez, José Emiliano Rubio García. Medición y modelado de espectros de resonancia magnética nuclear en complejos de platino y oro con inclusión de efectos relativistas.

CISQM-QP-CP08, Lizeth Tello Victorino, Eduardo Hermosillo Ochoa, Norma A. Cortez Lemus. Preparación de copolímeros tipo estrella/ramificados vía RAFT de PNVC y PNIPAM con respuesta doble a la temperatura.

CISQM-QP-CP09, Fátima M. Soto-Suárez,* Víctor Duarte-Alaniz, Ramiro Quijano-Quiñones, Gabriel Cuevas. Estudio computacional del proceso de inversión de 1,3-dionas.

CISQM-QS-CP01, M. C. Alejandro Rubiales Martínez, Edgar Gerardo de Paz Loza, Gabriela Enriqueta Mendoza Luna, Dra. María Inés Nicolás Vázquez, Dra. Maricarmen Hernández Rodríguez, Dra. Annia Galano Jiménez, Dr. Gabriel Eduardo Cuevas González Bravo, Dr. Rene Miranda. Análisis conformacional de compuestos de amino y tio perezona, a nivel teórico.

CISQM-QS-CP13, Yonatan Jocel Gómez Vargas, José Raúl Medina-López Luis Daniel Mazón Román, Marcela Hurtado. Método de convolución como herramienta pronóstica del perfil plasmático: liberación in vitro de warfarina sódica en pH fisiológico.

CISQM-QS-CP14, Yonatan Jocel Gómez Vargas, José Raúl Medina-López, Hedwyn Méndez Hernández, César Enrique Velázquez Sánchez. Predicción in vivo de tabletas de metronidazol a través de estudios de disolución in vitro.

CISQM-QS-CP15, José Raúl Medina-López*, Frida Iriana Medina Morales, Rafael Alonso Gálvez Lomelín, Juan Carlos Ruiz-Segura. Comparación de la calidad de productos genéricos de metformina-HCl a través de estudios de disolución.

CISQM-QS-CP16, José Raúl Medina-López*, Juan Manuel Contreras Jiménez, Marcela Hurtado y de la Peña. Cinética de liberación de propranolol-HCl bajo el aparato de canastillas USP y los medios biorrelevantes FaSSGF y FaSSIF.

CISQM-QS-CP17, Jesús Jovany Hernández Osornio, Juan Manuel Contreras Jiménez, José Raúl Medina-López. Influencia de la dosis en el proceso de liberación de ácido acetilsalicílico/cafeína en tabletas utilizando el método de celda de flujo continuo (Aparato 4 USP).

CISQM-QS-CP18, Jesús Jovany Hernández Osornio, José Maurilio Leyva Hernández, José Raúl Medina-López. Aplicación de un método espectrofotométrico derivativo para determinar los perfiles de disolución de una mezcla ternaria de fármacos analgésicos.

CISQM-QS-CP19, Erick Correa Padilla, Karina Martínez Mayorga, Abraham Madariaga Mazon, Alejandro

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

Hernandez Cano, Eduardo Ruiz Padilla, Ignacio Regla, Gabriel Cuevas, Yunuen Acevedo Betancur, Fernando Esquivel Guadarrama. **Efecto de la modificación del anillo de piperazina sobre la actividad anti-influenza de nucleozina.**

CISQM-SC-CE04, María Guadalupe Villafuerte Salazar, Holber Zuleta Prada, Diana Guerra Ramirez, Benito Reyes Trejo. Determinación de fenoles totales y capacidad antioxidante en cascara de dos variedades de cacao (Theobroma cacao L. var. Carmelo y var. Trinitario) provenientes de la región de Tabasco.

CISQM-SC-CP01, Alberto Alejandro Fajardo de la Rosa, Eduardo Barzana García, Oscar Hernández Meléndez, María Inés Nicolás Vázquez, José Manuel Saniger Blesa. Amaranto: Proteínas de reserva y sus propiedades benéficas para la salud.

CISQM-SC-CP02, Enrique Martínez-Manrique, Verónica Jiménez-Vera. Estudio químico, nutrimental y funcional de semillas de garbanzo.

CISQM-SC-CP03, Lorena Lugo Estrada, Andrés Vargas García, Merab Magaly Ríos Licea. Análisis cuantitativo de ácidos grasos en mantequilla y margarina por NIR y quimiometría con potencial aplicación industrial.

CISQM-SN-CP01, Alicia Elvira Cruz-Jiménez, Jeferson B. Mateus-Ruiz, J. Armando Luján-Montelongo*. Use of Mander's reagent in the synthesis of oxoalkene nitriles.

CISQM-SN-CP02, Angel D. Herrera España, Herbert Höpfl, Hugo Morales Rojas. Autoensamble de una jaula molecular a partir de la condensación del ácido 2-formilfenilborónico, 1,3-diaminopropano y 2,3,6,7,10,11-hexahidroxitriifenileno.

CISQM-SN-CP05, Sandra Paulina Coronado Tovar, Carlos Alcides Chávez Soriano y Alicia Reyes Arellano. Síntesis, caracterización y acoplamiento molecular de N-4-[(4-clorofenil)-tiazol-2-il]alquilamidas como inhibidores de quorum sensing en Pseudomonas aeruginosa.

CISQM-SN-CP08, Juan Javier Mejía Vega, Julio Cesar González Rodríguez, David Corona Becerril, Erick Cuevas Yáñez, Marco Antonio García Eleno. Un enfoque verde para la síntesis de derivados de benzimidazol a través del empleo de jugo de Agave salmiana (Pulque) como Biocatalizador.

CISQM-SN-CP10, Julio C. González Rodríguez, Juan J. Mejía Vega, Rigoberto Barrios Francisco, Erick Cuevas Yáñez, David Corona Becerril. Determinación del uso de

agentes de acoplamiento en reacciones de amidación directa de ácidos carboxílicos mediante mecanoquímica.

CISQM-SN-CP11, Abelardo Gutiérrez Hernández, Claudia Araceli Contreras Celedón, Francisco Méndez Ruíz. Reacción de adición Aza-Michael de arilaminas a maleimida facilitada en el DES cloruro de colina / ácido p-Toluensulfónico y agua.

CISQM-SN-CP12, Rocio Huanosto-Vázquez, J. Pablo García-Merinos, Y. López. Síntesis de esteroides modificados en el anillo A en microondas.

CISQM-SN-CP13, Mario Alejandro López Castillejos, Gaspar Aké Uh, Rubén Marrero, Carballo, Gumersindo Mirón López, Gonzalo Joaquín Mena Rejón, Rolando David Cáceres Castillo. Síntesis de un alcohol propargílico derivado de acetofenona.

CISQM-SN-CP14, Juan Alberto López de León, Claudia Araceli Contreras Celedón. Síntesis de benzo[b]carbazonas a partir de 1,4-naftoquinona en disolventes eutécticos.

CISQM-SN-CP15, Jesús Enrique Cortes Cruz, Alejandro Corona Díaz, Juan Pablo García Merinos, Jannet Betzabe González Campos, Judit Araceli Aviña Verduzco, Rosa Santillan, Yliana López Castro. Apertura de sapogeninas 23-espiroestánicas promovida con TiCl₄.

CISQM-SN-CP16, Luis Enrique Gómez-Benítez, Rosa Santillán, María E. Ochoa, Rosa E. del Río, Gabriela Rodríguez-García, Mario A. Gómez- Hurtado, Yliana López, J. Pablo García-Merinos. Apertura regioselectiva del anillo F de 23-espirocetales catalizada con ZnCl₂.

CISQM-SN-CP20, Roberto Edrey Blanco Carapia, Efrain Alan Vázquez Cruz, Ricardo Luna Mora, Alejandro Islas Jácome, Eduardo González Zamora. Síntesis de ferrocenil-oxazoles vía una reacción de Ugi-Zhu (UZ-3CR).

CISQM-SN-CP22, Ivette Morales Salazar, Alejandro Islas-Jácome, Eduardo González-Zamora. Reacciones de tres componentes no basadas en isonitrilos: de Strecker a la actualidad.

CISQM-SN-CP23, Albertho Michel, William Alejandro Talavera Pech, Tezozómoc Pérez López, G. Fajardo-San Miguel. Síntesis y caracterización de nanopartículas de sílice mesoporosa tipo MCM-41 producidas a partir de silicato de sodio extraído de vidrio reciclado.

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

SESIÓN 1

QUÍMICA FLASH

Modera: Dr. Eduardo González Zamora
AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA
MARTES 30 AGOSTO, 9:00 – 9:30 H

CISQM-AP-QF02, José L. Medina-Franco, Ana L. Chávez-Hernández, Edgar López-López, Fernanda I. Saldivar-González. **Chemical multiverses: A novel view of the chemical space.**
<https://youtu.be/NZ6kNKDXI-8>

CISQM-DE-QF01, Flor María Briceño Vargas, Gumersindo Mirón López, Ramiro Quijano Quiñones. **Estudio de la influencia del impedimento estérico en la barrera energética rotacional del 2,2,3,3-tetrametilbutano.**
<https://youtu.be/6nUUYGVmvuE>

CISQM-PE-QF01, Efrén González Aguiñaga, Rita Patakfalvi, Pablo Eduardo Cardoso Ávila, Jesús Castañeda Contreras, Isaac Zarazúa Macías, Héctor Pérez Ladrón de Guevara. **Estudio del efecto de la morfología de las nanopartículas de plata en la reducción catalítica de colorantes orgánicos.**

CISQM-PN-QF01, D. Cáceres Castillo, G. Mirón López, M. C. García López, R. Chan Navarro, R.F. Quijano Quiñones, F. M. Briceño Vargas, R. Cauich-Kumul, H. Morales Rojas, A. D. Herrera España. **Estudio de interacciones intramoleculares en derivados de damnacantal y su relación con sus propiedades ópticas.**
<https://youtu.be/r3zeuG43CKI>

CISQM-PN-QF02, Gilberto Garcia Salazar, David Quintanar Guerrero, Sandra Olimpia Mendoza Díaz. **Preparación y caracterización de microemulsiones con aceite del árbol de té y ácido glicirricínico como activos naturales para uso antiviral.**
<https://youtu.be/Z4DkFEEExWTM>

PROGRAMACIÓN DE TRABAJOS

SESIÓN 2

QUÍMICA FLASH

Modera: Dr. Alfonso Ramón García Márquez
AUDITORIO MANUEL CEPEDA PERAZA
MIÉRCOLES 31 DE AGOSTO, 9:00 – 9:30 H

CISQM-QP-QF01, Claudio A. Fuentes Carreón, Jorge U. López Pérez, Laura B. Salazar Nieva, Alejandro Heredia Barbero, Alicia Negrón Mendoza. **Caracterización de la selenita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) como posible fase mineral relevante en química prebiótica.**

CISQM-QP-QF02, Angel Eduardo Carvayal-Alvarado, Adriana Perez-Gonzalez, Annik Vivier-Bunge. **Cuantificación teórica de la actividad antioxidante primaria del polifenol del té verde: epigallocatequina (EGC).**
<https://youtu.be/P8xBMDij1qw>

CISQM-QS-QF01, Karina Martinez-Mayorga, Abraham Madariaga-Mazón, Ricardo B. Hernández-Alvarado, Fernando Cosme-Vela, Andrés Marmolejo-Valencia, Antonio Neme. **Huellas digitales de interacciones para la búsqueda de agonistas sesgados del receptor opioide mu.**

CISQM-QS-QF03, Manuel E. Medina López. **Estudio cinético de la reducción de quinonas por BNAH en acetonitrilo.**

CISQM-SC-QF01, Alberto Alejandro Fajardo de la Rosa, Eduardo Barzana García, Oscar Hernández Meléndez, María Inés Nicolás Vázquez, José Manuel Saniger Blesa. **Amaranto: Proteínas de reserva y sus propiedades benéficas para la salud.**



CONGRESO INTERNACIONAL de la Sociedad Química de México 2022



"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

AGRADECEMOS EL APOYO DE NUESTROS SPONSORS:



UADY
UNIVERSIDAD
AUTÓNOMA
DE YUCATÁN



Agilent



Reaxys

ELSEVIER



The Power of Precision



Instrumentación y Servicios
Analíticos, S.A. de C.V.



MERIEQUIPOS S.A. DE C.V.



shoperya





CONGRESO INTERNACIONAL de la Sociedad Química de México 2022



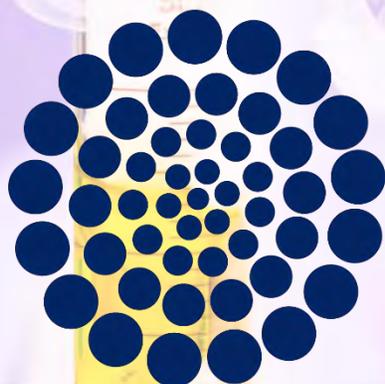
"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario

LA SOCIEDAD QUÍMICA DE MÉXICO, A.C. AGRADECE EL APOYO DE CONACYT A TRAVÉS DEL PROYECTO No. 317612 "CONVOCATORIA DE FORTALECIMIENTO DE ACTIVIDADES VINCULADAS CON LA PROMOCIÓN, DIFUSIÓN Y DIVULGACIÓN DE LAS HUMANIDADES, CIENCIAS, TECNOLOGÍAS Y LA INNOVACIÓN ACADEMIAS Y SOCIEDADES CIENTÍFICAS 2021".



CONACYT

Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

LA SOCIEDAD QUÍMICA DE MÉXICO, A.C. AGRADECE A LAS AUTORIDADES DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE YUCATÁN, A SU FACULTAD DE QUÍMICA Y AL COMITÉ ORGANIZADOR LOCAL POR LAS FACILIDADES BRINDADAS PARA EL DESARROLLO DEL CONGRESO INTERNACIONAL DE LA SOCIEDAD QUÍMICA DE MÉXICO 2022, "UNA QUÍMICA MUCHAS VOCES", Y SE UNE AL FESTEJO EN EL CENTENARIO DE SU FUNDACIÓN.



UADY

FACULTAD DE
QUÍMICA
Campus de Ciencias
de la Salud



CONGRESO INTERNACIONAL de la Sociedad Química de México 2022



"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



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

**DESARROLLO DE
METODOLOGÍAS. ABRIENDO
PUERTAS A NUEVAS
METODOLOGÍAS - AP**

CISQM-AP-CP05

Estandarización de la curva de densidad tumoral para inducir metástasis de células de cáncer de mama hacia pulmón en modelo de ratón Balb/c

César Miguel Mejía-Barradas¹, María Antonieta Suárez-Souto¹, Jesús Arrieta-Valencia², Brayan Omar García-Herrera¹, Lizbeth Sánchez-Esquivel¹, **Rafael de Jesús de la Cruz Vicente¹**, Gisela Gutiérrez-Iglesias*¹

¹Laboratorio de Medicina Regenerativa y Estudios en Cáncer.

²Departamento de Posgrado. Escuela Superior de Medicina. Instituto Politécnico Nacional. Plan de San Luis S/N, Casco de Santo Tomás, 11340 Ciudad de México, México

*iglesiasgg@yahoo.com

RESUMEN

Los modelos animales que conocemos en la actualidad para estudiar los procesos cancerosos, presentan ventajas y limitaciones intrínsecas para su uso efectivo en el descubrimiento de nuevas terapias, o para un diagnóstico oportuno como parte de elucidación tanto de los mecanismos como la regulación de la iniciación del tumor y la progresión y en la capacidad de respuesta de un tumor en particular hacia estímulos específicos. Aunado a lo anterior y a que los procesos cancerígenos son complejos y multifactoriales, se está en la búsqueda de modelos que solventen dichas limitaciones, utilizando además técnicas que controlen mejor las condiciones o variables in vivo sustentadas por las buenas prácticas de manejo animal. En el presente estudio, se desarrolló la estandarización de una curva de densidad tumoral para inducir metástasis de células de cáncer de mama hacia pulmón en un modelo controlado de ratón Balb/c. Una característica de este estudio es que se consideraron las recomendaciones del AMM respecto al manejo animal. Los resultados mostraron que el método de inoculación de células tumorales de mama singénicas administradas vía caudal, produce nódulos detectables en pulmón en un periodo de 3 semanas, por lo que es un método confiable y controlado de estudiar la metástasis en un modelo murino.

INTRODUCCIÓN

Hoy en día existen modelos propuestos para estudiar los procesos de metástasis de los principales cánceres que aquejan a la población. Unos de los métodos más utilizados para emular el cáncer de mama es el que consiste en la inyección de células malignas en el sitio de tumor que se desea producir; a este procedimiento se le conoce como orto trópico, el cual es poco exitoso ya que involucra manejo quirúrgico del animal y permite el número limitado de animales por la complicación de la técnica. Además de lo anterior, el éxito del procedimiento para inducir metástasis dependerá del ambiente estromal, es decir, si se favorecen las condiciones para la angiogénesis, expresión de moléculas de adhesión endoteliales y en células tumorales para su diseminación (Caceres S et al., 2021). Otro de los inconvenientes que presentan los modelos orto trópicos son los tiempos largos para hacer metástasis, la inducción de tumores en estos modelos con frecuencias del 80 % o más puede requerir un mínimo de 5 a 6 semanas para la inducción de carcinomas mamarios. (Bruce et al., 2014). Aunque todo lo anterior va a depender en función de la línea celular seleccionada. (Fantozzi and Christofori G., 2006). No todos los modelos van a representar todas las características del cáncer de mama, ya que éste es una enfermedad con características complejas heterogéneas (Yeo and Guan, 2017), por lo que es la principal causa de muerte por cáncer en mujeres (Akram et al., 2017) y que lamentablemente, no siempre se realiza el diagnóstico en etapas tempranas (Wang et al., 2008). Los modelos de tumores inducidos por carcinógenos ofrecen una variedad de ventajas distintas y relevancia clínica para los cánceres humanos. Por lo general, estos modelos consisten en usar cepas de roedores no consanguíneos con diversos antecedentes genéticos, y producir una alta incidencia de lesiones específicas requeridas, y son altamente reproducibles en su fenotipo, dicha manipulación involucra sufrimiento animal, ya que son procesos largos. Aunque, la utilidad biológica y relevancia clínica de los modelos se centra en obtener datos moleculares, bioquímicas e histopatológicas con las secuelas del desarrollo de cánceres humanos como hiperplasias, displasias, lesiones pre malignas (papilomas y adenomas), carcinomas bien diferenciados de bajo

grado o por otro lado, carcinomas invasivos y menos diferenciados capaz de hacer metástasis en diversos grados tanto localmente como a sitios de órganos distales en el huésped (Bruce et al., 2014), no se contempla del todo la declaración del 2020 acerca del manejo compasivo animal (AMM, 2020). La razón para estudiar el cáncer de mama es debido a que es la principal causa de mortalidad en mujeres, registrándose 2,3 millones de casos en 2020 a nivel mundial, y de los cuales se registró 685 000 fallecimientos. La mayoría de los casos se registran en países de ingresos bajos y medianos (OMS, 2021, cita electrónica). En América Latina y el Caribe, hubo más de 210,000 nuevos diagnósticos de cáncer de mama, y casi 68,000 muertes; la proporción de mujeres afectadas por la enfermedad antes de los 50 años (32%) es mucho mayor que en América del Norte (19%). (Pan American Health Organization. <https://www.paho.org/en/topics/breast-cancer>). En México durante 2020 se registraron 97 323 defunciones por tumores malignos de las cuales, 7 880 fueron por tumores malignos de mama, representando una tasa de 1.56 defunciones por cada 10 mil mujeres entre edades de 30 a 59 años (Instituto Nacional de Estadística y Geografía, 2 de febrero de 2022, https://www.inegi.org.mx/contenidos/saladeprensa/aproposito/2022/EAP_CANCER22.pdf). Las cifras anteriores son preocupantes, lo que llama a la urgencia de implementar modelos de estudio para diferentes temas de las diferentes áreas clínicas. Ya que los modelos preclínicos que permitan el estudio del cáncer son indispensables en el proceso de descubrimiento y desarrollo de nuevos fármacos contra el cáncer, moléculas pequeñas y productos biológicos, y considerando que cada uno tiene limitantes debido a los factores intrínsecos de los propios modelos quedan al descubierto varias incógnitas. El modelo descrito en el presente trabajo propone no solo solventar esas limitantes, sino establecer las bases de un buen método de inducción y detección de nódulos pulmonares establecidos a partir de células tumorales de mama como una propuesta de modelo in vivo apegado a las buenas prácticas con experimentación animal.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Cultivo celular de las células BalB/c Cfc3H

Se trabajó con la línea celular BalB/c Cfc3H, provenientes de glándula mamaria de ratones BalB/c, las cuales son resistentes a 6-tioguanina con alta capacidad de adherencia y metástasis. (59). Estas células fueron adquiridas en el ATCC®, donde se recomienda cultivarlas en cajas de 75 cm² con medio RPMI-1640 (GIBCO®) complementado con suero fetal bovino al 10 % (SFB-GIBCO®), penicilina (GIBCO®) 1 mL/100 mL y anfotericina (GIBCO®) 1 µL/mL. Los cultivos se mantuvieron al 5 % de CO₂ a 37 °C. Diariamente se realizó la evaluación de la confluencia y cambio de medio.

Preparación del inóculo de las células BalB/c Cfc3H

Las células cultivadas en fase exponencial se lavaron 2 veces con PBS pH 7.7 (GIBCO®) y posteriormente fueron despegadas con 1 mL de tripsina al 1 % suplementada con EDTA. Las densidades celulares a inocular fueron 50,000, 100,000 y 150,000 células resuspendidas en 100 µL PBS pH 7.7 (GIBCO®) para el inóculo por vía caudal.

Inducción de anestesia por método químico e inoculación de animales

Para este trabajo, se utilizaron ratones BalB/c, los cuales son singénicos (genes idénticos), característica que permite reproducir las respuestas sin que intervengan las diferencias genéticas. El método que se utilizó para la anestesia de los animales durante la inoculación de las células, fue el de restricción química en una cámara con isoflurano a 5 % hasta alcanzar un estado de anestesia ligero, después se realizó la restricción física en un equipo especial restringido de espacio para el manejo de los ratones. Una vez calmados los animales en un estado anestésico, la cola fue desinfectada con alcohol etílico al 70 %, mientras se producía vasodilatación mediante luz calórica blanca. De esta manera, a cada animal se le inyectaron 100 µL de la suspensión celular conteniendo la densidad celular deseada. La densidad celular óptima que se buscó como propósito principal de este trabajo, fue aquella que permitiera diferenciar y cuantificar tanto macroscópicamente y microscópicamente los nódulos

tumorales individuales del parénquima pulmonar. Todos los animales se emplearon de acuerdo a la norma de uso y manejo de animales, aprobada durante la declaración de principios éticos para las investigaciones médicas en seres humanos en Helsinki y la norma oficial mexicana NOM-062-ZOO-1999. (Barrios et al, 2011).

Sacrificio de ratones y fijación de los pulmones

Tres semanas después del inóculo celular, con un monitoreo de los pesos, los animales fueron anestesiados mediante restricción química con isoflurano al 5 % hasta alcanzar un estado de anestesia profundo, momento en el que fueron sacrificados los animales por asfixia y posteriormente se realizó una perfusión de los órganos parenquimatosos con una inyección de solución salina al 0.9 % en el sentido de la circulación menor. Posteriormente mediante el método quirúrgico, se procedió a extraer el paquete respiratorio que incluyó a la base de la tráquea hasta los pulmones; todo este paquete de órganos fue insuflado y fijados con formol al 10 % en solución salina y a un pH fisiológico.

Conteo macroscópico de nódulos metastásicos pulmonares.

Una vez extraídos los pulmones completos en tamaño y estructura, con ayuda de un microscopio estereoscópico (MOTIC) con objetivos de 0.75x, 1X y 2X, fueron cuantificados los nódulos metastásicos presentes en cada lóbulo por la superficie dorsal y ventral pulmonar. Se decidió tomar como válido a un nódulo, cuando se observaba una circunferencia con los bordes tumorales bien definidos y distinguido de otros nódulos para así realizar el conteo totales observables.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

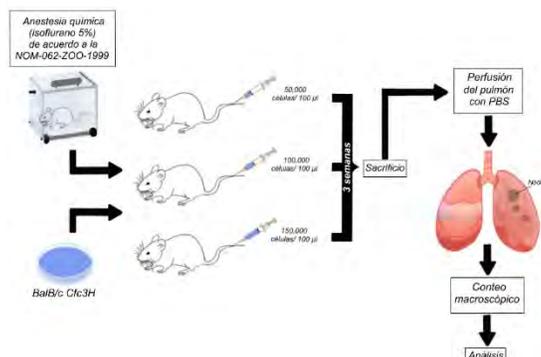


Fig. 1. Esquema de la metodología para la estandarización de la densidad tumoral para inducir metástasis. Se muestra el método de anestesia de los ratones y las densidades celulares inoculada por la vena caudal de la cola. Como controles, se utilizaron animales donde solamente se hizo pasar solución fisiológica.

Posteriormente al sacrificio, los pulmones fueron perfundidos y se inició el conteo tumoral de los nódulos.

Como se muestra en la Fig. 1, para el ensayo de inoculación, se utilizaron 8 ratones hembra BalB/c, de 8 semanas de edad, con un peso aproximado de 20 g. Se conformaron 4 grupos de animales de estudio, uno perteneciente a controles (solución fisiológica con células) y tres grupos con densidades celulares de 50,000, 100,000 y 150,000 células. La inoculación fue llevada a cabo sin complicaciones o efectos adversos ya que se utilizó el método químico para anestesiarse a los ratones, lo que permitió un manejo apropiado bajo los criterios del manejo de animales del laboratorio previamente mencionado. Posterior a la inoculación, la evaluación de los nódulos metastásicos se realizaron después de 3 semanas mediante conteo macroscópico, los resultados fueron los siguientes:

En la Fig. 2 se muestran los pulmones extraídos para la curva de estandarización de la densidad tumoral. Se muestra en la Fig. 2(a) los pulmones derivados de ratones sin tratamiento (control), en donde la estructura de los

pulmones es clara, íntegra, de color homogéneo y libre de nódulos tumorales. Cuando se utilizó la densidad de 50,000 células, los bordes tumorales se presentaron mejor definidos y con escasa coalescencia entre los nódulos tumorales. El patrón de distribución fue escasamente localizado, pero sin comprometer al septo alveolar zonalmente o difusamente. (Fig. 2**(b)**). En la concentración de 100,000 células (Fig. 2**(c)**) se observó una escasa delimitación de los bordes tumorales y aumento de la coalescencia entre los nódulos. Las áreas que abarcó el crecimiento tumoral fueron desde los septos alveolares ya invadidos hacia el tejido pulmonar aún no colonizado. (Fig. 2**(d)**). Algunos septos alveolares estaban engrosados, lo cual está asociado a una marcada proliferación de neumocitos tipo 2 y congestión sanguínea. Asimismo, hubo un mayor grado de inflamación por aumento de macrófagos alveolares y neutrófilos localizados alrededor de los nódulos tumorales y multifocalmente en el parénquima.

En la concentración de 150,000 se observaron masivamente los nódulos tumorales por lo que al momento del conteo macroscópico de los nódulos tumorales con el microscopio estereoscópico, no fue posible cuantificar los límites tumorales entre algunos nódulos (en la mayoría de casos), porque gran parte de estos coalescían y no permitía definir los contornos que delimitaban el tumor. Al igual que lo ocurrido con 100,000 células, con 150,000 indujeron un severo engrosamiento septal probablemente debido a la proliferación de neumocitos tipo 2 y mayor grado de inflamación en el borde del tumor. Cabe mencionar que no se registraron metástasis macroscópicas evidentes en órganos diferentes al pulmón (datos no mostrados).

Como se pudo observar en los resultados, el modelo de roedor con una esquema de inóculo de células y evaluado a las tres semanas, es una ventaja a diferencia de otros modelos reportados anteriormente, ya que la duración hasta la presentación del tumor tarda de 5-6 semanas (Bruce et al, 2014). Por lo que este modelo es viable en un menor tiempo. Un hecho importante en este trabajo es que al tener un modelo en menor tiempo, esto representa también menor sufrimiento al animal, y se permite apegarse aún mejor a las recomendaciones del cuidado y manejo de los animales, haciendo este estudio sensible con el modelo animal

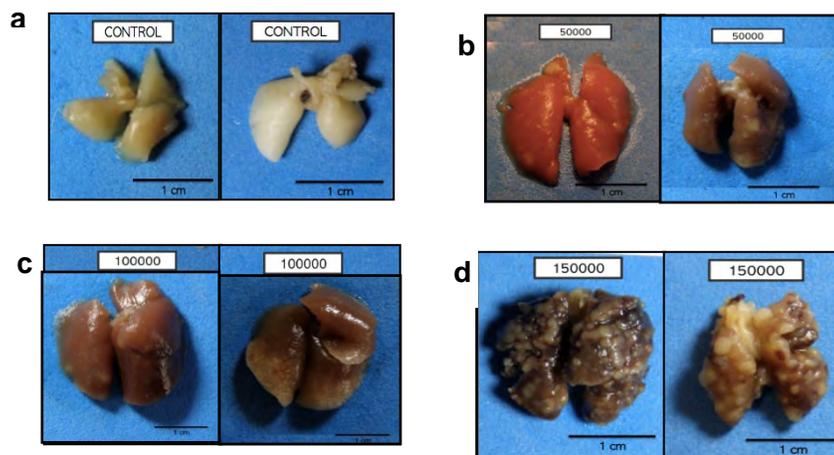


Fig. 2. Ensayo de inoculación por vía caudal con las células BalB/c Cfc3H. Paneles macroscópicos de nódulos tumorales pulmonares posteriores a 3 semanas de inoculación. **(a)** pulmones de ratones control tratados con solución salina sin células, **(b)**, **(c)** y **(d)** son pulmones donde se inocularon 50,000, 100,000 y 150,000 células respectivamente; los nódulos son apreciados como pequeñas esferas con bordes definidos. Nota: se muestran dos imágenes representativas tomadas de ocho repeticiones realizadas.

El número de nódulos pulmonares que sí pudieron ser identificados individualmente en la cara dorsal y ventral pulmonar esta descrito a continuación. (Tabla 1).

Tabla 1. Conteo macroscópico de nódulos metastásicos en el lóbulo derecho (panel superior), y lóbulo izquierdo (panel inferior). También se muestra el conteo por superficie anatómica pulmonar (ventral y dorsal).

Pulmón Derecho						
	Dorsal			Ventral		
	Craneal	Coronario	Caudal	Craneal	Coronario	Caudal
50,000	8	5	6	3	5	4
50,000	2	15	14	3	6	8
100,000	20	7	19	14	11	12
100,000	16	11	19	11	7	6
150,000	11	17	25	14	11	13
150,000	15	17	24	11	13	16
Pulmón Izquierdo						
	Dorsal		Accesorio	Ventral		
	Craneal – Caudal			Craneal – Caudal	Accesorio	
50,000	22		0	22	19	
50,000	20		1	17	0	
100,000	43		4	21	4	
100,000	30		7	19	7	
150,000	45		50	24	50	
150,000	36		50	20	50	

CONCLUSIONES

El modelo propuesto en el presente trabajo resultó adecuado para establecer los parámetros de inducción de nódulos metastásicos producidos en pulmón a partir de la inyección caudal de células BalB/c Cfc3H en ratones singénicos. Se demostró que el inóculo de 100,000 células fue óptimo para inducir nódulos a nivel macroscópico (evidentes con delimitación y estructura tumoral). En la presente propuesta se aplicaron procedimientos de anestesia que permite el mejor manejo y cuidado para la inoculación de los animales. Todo esto en su conjunto conforma un modelo reproducible que permite su utilización en la búsqueda de herramientas de diagnóstico y tratamiento en el cáncer de mama.

REFERENCIAS

1. Caceres, S.; Alonso-Diez, A.; Crespo, B.; Peña, L.; Illera, M.J.; Silvan, G.; de Andres, P.J.; Illera, J. C. *Vet. Science* **202**, 8. DOI 10.3390/vetsci8090194.
2. Ruggeri, R.A.; Camp, F.; Miknyoczki, S. *Biochem. Pharmacol.* **2014**, 87: 150-161. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.bcp.2013.06.020>.
3. Fantozzi, A.; Christofori, G. *Breast Cancer Res.* **2006**, 8, 212. DOI: 10.1186/bcr1530)
4. Yeo, S.K.; Guan, J. L. *Trends in cancer*, **2017**, 3, 753-760. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.trecan.2017.09.001>
5. Akram, M.; Iqbal, M.; Daniyal, M.; Khan, A.U. *Biol. Res.* **2017**, 50, 33. DOI: <https://doi.org/10.1186/s40659-017-0140-9>
6. Wang, F.; McLafferty, S.; Escamilla, V.;Luo, L. *Prof geogr: the journal of the Association of American Geographers.* **2008**, 60, 54-69. DOI: <https://doi.org/10.1080/00330120701724087>
7. WMA. Declaración de la AMM sobre el uso de animales en la investigación biomédica. The world Medical Association. **2020**. <https://www.wma.net/es/policies-post/declaración-de-la-amm-sobre-el-uso-de-animales-en-la-investigación-biomédica/>
8. WHO. (2021). "Breast cancer". Consultado Organización Mundial de la Salud. **2021**, <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/breast-cancer>
9. Pan American Health Organization. <https://www.paho.org/en/topics/breast-cancer>
10. https://www.inegi.org.mx/contenidos/saladeprensa/aproposito/2022/EAP_CANCER22.pdf
11. Barrios E. E, et al. *Salus.* **2011**, 15, 28-34.

CISQM-AP-CP06

Determinación del contenido de glicerol y humedad en glicerina cruda por espectroscopia de infrarrojo cercano (FT-NIR)

Mario A. Llinás V., Jorge Roperro Vega, Miriam Fontalvo Gómez
María de la Luz Soto Téllez, Hermilo Goñi Cedeño, María del Rocío Cruz Colín
Facultad de Ciencias, Programa de Ciencias Químicas, Universidad del Atlántico, Carrera 30 #8-49, Puerto
Colombia, Colombia.
llinasviloriama@mail.uniatlantico.edu.co

RESUMEN

En el presente estudio se ha utilizado la técnica de Espectroscopia de Infrarrojo Cercano (FT-NIR) utilizando un espectrofotómetro ABB MB-3600 para mediciones rápidas y precisas de diferentes propiedades de glicerina cruda (contenido de glicerol y humedad) obtenidas a partir de la producción de biodiesel. Se desarrollaron modelos de calibración cuantificando los datos espectrales mediante regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS), aplicando diversos parámetros matemáticos (derivadas de Savitzky Golay, SNV, MSC, entre otros) a una variabilidad de muestras de diferentes partes del proceso. Para la validación de los modelos de calibración se utilizaron muestras bien distribuidas en todo el rango químico y espectral, que no fueron usadas en el proceso de calibración. Se obtuvieron coeficientes de correlación (R^2) de 0,98 (glicerol) y 0,97 (humedad). Se calcularon los errores cuadráticos medios de calibración (RMSEC) para cada uno de estos modelos con resultados de 0,36 % y 0,24 % respectivamente. El error cuadrático medio de validación cruzada (RMSECV) más bajo fue para el modelo de humedad (0,23 %) seguido del contenido de glicerol (0,34 %). Para reflejar la desviación entre el valor real determinado por los métodos primarios y los valores predichos por el equipo NIR se utilizó el error relativo con resultados 1,84 % (glicerol) y 6,18 % (humedad), siendo acordes a los objetivos de este trabajo de investigación, lo que indica que los modelos calibración cumplen con los niveles de aceptación establecidos en cada una de las normas de referencia asegurando que son adecuados para los fines propuestos.

CISQM-AP-CP07

Desarrollo y validación de dispositivos impresos en 3D para la determinación de fármacos antiinflamatorios no esteroideos (AINEs) en muestras de agua por métodos cromatográficos

Cesar Castro García¹, Laura Ferrer Trovato², Rogelio Rodríguez Maese¹, Verónica Rodríguez Saldaña¹, Luz O. Leal Quezada¹

¹Centro de investigación en Materiales Avanzados, S.C. Avenida Miguel de Cervantes 120, CP 31136, Chihuahua, Chih., México.

²Universitat de les Illes Balears. Carretera de Valldemossa, Km 7.5, 07122, Palma de Mallorca, España.
Cesar.castro@cimav.edu.mx; Luz.leal@cimav.edu.mx

RESUMEN

Los fármacos antiinflamatorios no esteroideos (AINEs), incluyen fármacos de libre venta cuyo consumo es elevado, de manera que su liberación en cuerpos de agua es constante. Otros estudios han abordado este problema, sin embargo, la extracción de AINEs empleando dispositivos 3D es un enfoque poco explorado. En este estudio, es reportado el desarrollo y validación de una metodología para la extracción de AINEs en muestras de agua, para su posterior determinación por métodos cromatográficos. Después de probar diferentes resinas de impresión 3D y de extracción, y diversas condiciones de extracción para los AINEs, se diseñó un dispositivo impreso en 3D (Rigid 10k), que soporta una resina de extracción en fase sólida (Oasis Hlb). Se realizó una validación del método, empleando al diclofenaco como modelo, obteniendo linealidad con un $r^2 = 0.999$, un factor de preconcentración de 33 y límites de detección y de cuantificación de $0.86 \mu\text{g L}^{-1}$ y $2.58 \mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente, con precisiones $< 5 \%$ (desviación estándar relativa). Los resultados obtenidos, demuestran la viabilidad de la metodología desarrollada para la extracción de AINEs en un amplio rango de concentraciones.

INTRODUCCIÓN

Los contaminantes emergentes son sustancias liberadas al ambiente, para las cuales no existe una regulación establecida. Entre estos contaminantes están los fármacos antiinflamatorios no esteroideos (AINEs), algunos de ellos de libre venta (p. ej. diclofenaco), cuyo consumo es sumamente elevado, de manera que su liberación en cuerpos de agua es persistente. Diversos estudios han abordado este problema, incluyendo monitoreos y metodologías para la detección de AINEs. No obstante, la mejora de su extracción por medio de dispositivos 3D es un enfoque que no ha sido bien explorado. Por lo anterior, existe la necesidad de desarrollar metodologías analíticas sensibles, selectivas y rápidas para la determinación cuantitativa de AINEs y así sentar las bases para establecer un monitoreo continuo para estos fármacos. En este estudio, es reportado el desarrollo de nueva metodología basada en la impresión de dispositivos 3D para la extracción de AINEs (ibuprofeno y diclofenaco) en muestras de agua, para su posterior determinación por medio de las técnicas de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas y cromatografía líquida de alta eficacia con detector de arreglo de diodos (i.e. GC-MS, HPLC-DAD).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Impresión de dispositivos en 3D

Para la impresión en 3D, se ensayó con tres resinas (proveedor FormLabs) previamente reportadas en la literatura (Calderilla *et al.*, 2017; 2019; Sammani *et al.*, 2021) y con características convenientes para este estudio: Clear, Durable y Rigid 10K. Las resinas de impresión 3D fueron evaluadas efectuando pruebas de fragilidad y de resistencia química, sumergiéndolas en diferentes disolventes comúnmente utilizados para una extracción en fase sólida (SPE). De acuerdo con el material de extracción empleado (Oasis Hlb, Oasis MCX y tC18), los disolventes fueron: a) Metanol al 100 %, b) Metanol y acetato de etilo al 50 % V/V, c) Metanol y agua al 50 % V/V, d) Metanol

e hidróxido de amonio al 98 % de metanol V/V, e) Acetato de etilo y acetona al 50 % V/V. Para esto, se imprimieron dispositivos cúbicos de 1 cm³ con cada tipo de resina de impresión, y fueron sumergidos sucesivamente durante 3 segundos en 2-propanol al 90 % hasta eliminar los restos de resina no polimerizada. Posteriormente, los cubos se sometieron a un proceso de secado y curado antes de ser sumergidos en los disolventes de interés. Para el ensayo de sumersión con los disolventes, se emplearon diferentes tiempos de contacto (0, 5, 20, 35, 55, 90 y 120 min, y 24 h), así como un ensayo control sin exposición. Una vez concluidas estas pruebas, se utilizó la espectrofotometría UV-Vis a 250 nm para evaluar la posible liberación del polímero empleado en la impresión en 3D, lo que supone pérdidas de material y deterioro estructural en función del tiempo. En todos los ensayos, se observaron aumentos en la absorbancia conforme avanzaba el tiempo de exposición, indicando el deterioro estructural en los dispositivos impresos. El material que presentó mejor resistencia después de 5 ensayos con las condiciones de disolventes previamente mencionadas fue el cubo impreso con la resina Rigid 10 K (Fig. 1).

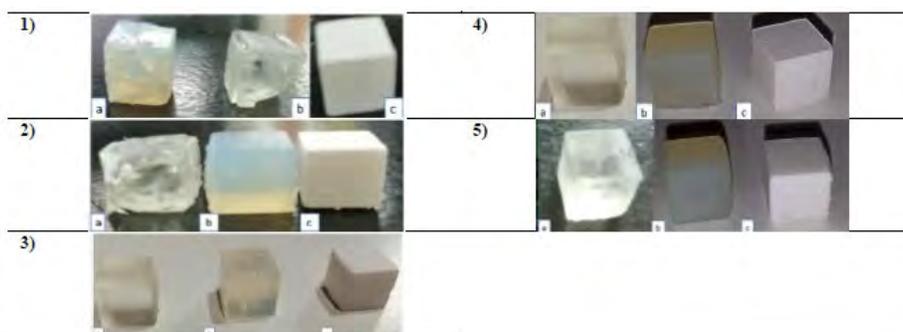


Fig. 1. Cubos de 1 cm³ de resinas de impresión 3D: (a) Durable, (b) Clear y (c) Rigid 10 K, después de 24 horas de exposición a metanol al 100 % (1), metanol al 50 % (2), metanol-acetato de etilo al 50 % (3), acetato de etilo y acetona al 50 % (4) y metanol al 98 % con un 2 % de hidróxido de amonio (5).

2.2 Evaluación de la resina para la extracción en fase sólida

La afinidad del material de extracción hacia los analitos de interés fue evaluada mediante el análisis de disoluciones estándar de 50 mg L⁻¹ de diclofenaco, ketoprofeno, ibuprofeno y paracetamol. Los protocolos de extracción se llevaron a cabo empleando una jeringa y una bomba de vacío. Las disoluciones resultantes (eluat) fueron recogidas y llevadas a un volumen final de 100 mL, para posteriormente realizar su análisis por medio de espectrofotometría UV-Vis. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1, donde se puede observar que el extractante Oasis Hlb presenta los mayores porcentajes de retención para el paracetamol, ketoprofeno y diclofenaco, y en menor medida para el ibuprofeno.

Tabla 1. Valores medio \pm la desviación estándar (n=3) para los AINES de interés Paracetamol (a), Ketoprofeno (b), Ibuprofeno (c) y Diclofenaco (d) y porcentajes de extracción de las resinas evaluadas 1AINEs Paracetamol (a) Ketoprofeno (b) Ibuprofeno (c) Diclofenaco (d).

¹ AINEs Extractant e	Paracetamol (a)		Ketoprofeno (b)		Ibuprofeno (c)		Diclofenaco (d)	
	mg L ⁻¹	% de extracción						
tC18	4.35 ± 0.15	87	4.11 ± 0.12	82	4.15 ± 0.11	83	4.05 ± 0.11	81
MCX	4.45 ± 0.19	89	4.34 ± 0.13	86	4.55 ± 0.14	91	4.25 ± 0.14	85
Hlb	4.55 ± 0.11	91	4.41 ± 0.09	88	4.31 ± 0.10	86	4.85 ± 0.10	97

¹Se emplearon curvas de calibración individuales para cada AINE (1, 10, 50 y 100 mg L⁻¹; r > 0.99).

Así mismo, se evaluó el porcentaje de extracción para cada AINE de interés adhiriendo el extractante a la superficie del dispositivo impreso en 3D; se utilizaron ensayos en dos modalidades para recubrir los soportes y se determinaron los analitos por medio de HPLC-DAD. Las modalidades de recubrimiento bajo estudio fueron stick and cure, PVDF y una mezcla de ambos. Cada soporte se recubrió empleando 40 mg de extractante (tC18, Hlb y MCX) y el procedimiento de SPE se llevó a cabo sobre 100 mL de una disolución estándar de 25 mg L⁻¹. La Tabla 2 presenta los resultados obtenidos, donde se puede observar que el mayor % de extracción se obtiene con Hlb de Oasis empleando el método de recubrimiento stick and cure.

Tabla 2. Eficiencia de extracción mediante diferentes modalidades de recubrimiento de los dispositivos impresos en 3D.

	Paracetamol			Ketoprofeno			Diclofenaco			Ibuprofeno		
	Concentración (mg/L)	Área	% de extracción	Concentración (mg/L)	Área	% de extracción	Concentración (mg/L)	Área	% de extracción	Concentración (mg/L)	Área	% de extracción
Stick and cure tC18	8,99	305491	64,032	10,85	215605	56,58	7,30	632150	70,79	8,20	230777	67,20
Stick and cure MCX	8,62	292646	65,504	10,16	200625	59,34	6,42	546832	74,29	6,58	183273	73,67
Stick and cure HLB	8,26	279801	66,976	9,82	193135	60,72	2,88	200923	88,46*	7,55	211776	69,79
PVDF tC18	25,00	864234	0	25	522708	0	25	2359843	0	25	723632	0
PVDF MCX	25,00	864234	0	25	522708	0	25	2359843	0	25	723632	0
PVDF HLB	25,00	864234	0	25	522708	0	25	2359843	0	25	723632	0
Recubrimiento mixto tC18	24,75	855508	1	24,77	517823	0,9	24,42	2303712	2,30	24,76	716518	0,97
Recubrimiento mixto MCX	24,69	853326	1,25	24,81	518637	0,75	24,70	2330557	1,20	24,48	708230	2,10
Recubrimiento mixto HLB	24,67	852715	1,32	25	522708	0	24,69	2329825	1,23	25	723632	0

* Combinación de técnica de fijación y resina de SPE con mayor % de extracción

Optimización del sistema de extracción

Una vez definidas las variables para la extracción de los AINEs, se efectuó una optimización multivariante de los factores de volumen de elución y volumen de derivatizante a dos niveles (45 y 75 mL; 30 y 70 µL, respectivamente). Se utilizó un diseño de experimentos central compuesto y se obtuvo un valor óptimo de 58.68 µL para el derivatizante que, por cuestiones prácticas, se fijó a 60 µL. No obstante, el factor eluyente no mostró un valor óptimo, solo una tendencia al alza, por lo que se sometió a un estudio univariante.

Ya establecido el valor del derivatizante en 60 µL, para el eluyente se escogieron 4 niveles por encima del máximo ensayado en la superficie de respuesta: 75, 85, 95 y 105 mL (n=3). Se puede observar que con un volumen de 85 mL se alcanza el área de pico máximo, indicando el valor óptimo para realizar las eluciones (Fig. 2).

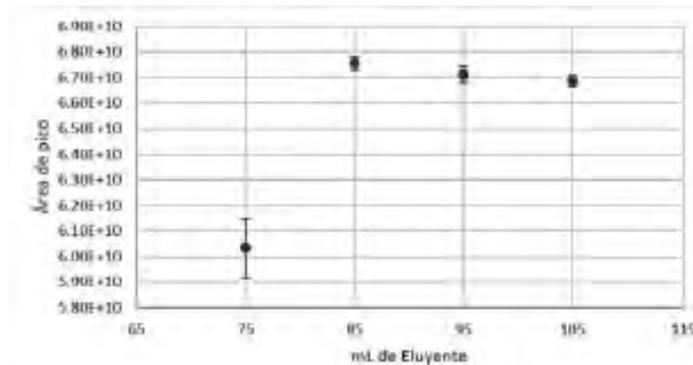


Fig. 2. Respuesta del ensayo univariante para la optimización del volumen del eluyente.

Validación del método desarrollado

Para llevar a cabo la validación, se estudió el diclofenaco como prueba de concepto y se evaluaron los parámetros de tiempo de retención, linealidad, límites de detección y cuantificación, precisión y factor de enriquecimiento. La técnica de detección empleada fue GC-MS. 5

Tiempo de retención

Para el diclofenaco se observó un tiempo de retención de 12.3 min, en un tiempo de análisis requerido de 30 min, duración de análisis suficiente para evitar contaminación en la columna y errores en las mediciones posteriores (Fig. 3).

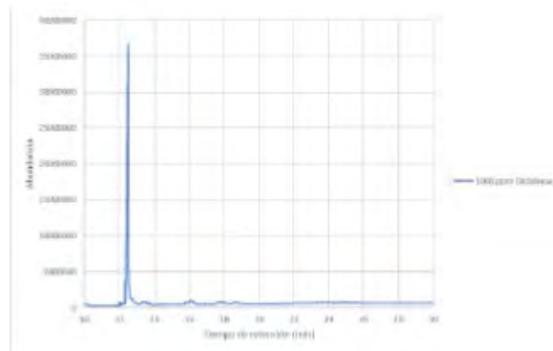


Fig. 3. Cromatograma del diclofenaco por GC-MS.

Linealidad

El método desarrollado demostró linealidad en un amplio rango de concentraciones de diclofenaco (0.5 a 2000 $\mu\text{g L}^{-1}$) con un coeficiente de determinación de 0.999. La Fig. 4 muestra la representación de la curva de calibración y la ecuación de la recta.

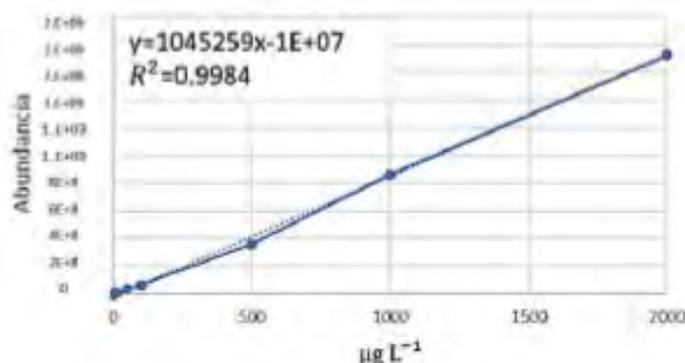


Fig. 4. Curva de calibración del diclofenaco por GC-MS.

Límite de detección y de cuantificación

Los límites de detección (LoD) y de cuantificación (LoQ) se calcularon de acuerdo con los criterios de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC) (Thompson *et al.*, 2002), siendo el primero tres veces la desviación estándar de la señal del blanco de reactivos dividido entre la pendiente de la curva de calibración y el segundo 10 veces la desviación estándar de la señal del blanco de reactivos dividido entre la pendiente de la curva de calibración. Los valores obtenidos fueron: LoD = 0.86 µg L⁻¹ y LoQ = 2.86 µg L⁻¹.

Precisión

La precisión es definida como la concordancia entre los resultados obtenidos al aplicar el mismo análisis repetidas veces sobre la misma muestra bajo condiciones establecidas, esperando encontrar porcentajes de la desviación estándar relativa (RSD) < 5 %, según criterio de la IUPAC. Se calculó la precisión intradía en dos niveles de concentración (10 y 70 µg L⁻¹) e interdía por 5 días consecutivos a 70 µg L⁻¹, a partir de la señal analítica de los patrones y se obtuvieron desviaciones estándar relativas satisfactorias de 0.04% para ambos.

Factor de enriquecimiento

El factor de enriquecimiento es un parámetro fundamental en la preconcentración de muestras, pues delimita el desempeño para la determinación en cualquier técnica analítica. Se analizó un volumen de muestra de 100 mL y se eluyó con un volumen de 10 mL, este volumen a su vez fue llevado a 2 mL mediante la evaporación con un flujo de gas nitrógeno. Después, se adicionaron 0.9 mL de acetato de etilo y 0.1 mL de agente derivatizante, por lo que el factor de enriquecimiento (FE) obtenido fue de 33, representando una buena preconcentración de la muestra.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- Se desarrolló un dispositivo mediante impresión en 3D, para mejorar la extracción de fármacos AINEs en agua.
- La resina de impresión con mejor desempeño fue la Rigid 10k, por tener una mejor resistencia mecánica a todos los disolventes probados.
- El extractante SPE Oasis Hlb, fijado al dispositivo mediante la técnica *stick and cure*, presentó los mayores porcentajes de extracción para los AINEs de interés.
- La validación, empleando diclofenaco como modelo, fue satisfactoria de acuerdo con los valores obtenidos para los parámetros analíticos, de acuerdo con los criterios de la IUPAC ($R^2 = 0.999$; LoD: 0.86 µg L⁻¹; LoQ: 2.86 µg L⁻¹; FE: 33), garantizando una eficiente cuantificación en un amplio rango de concentraciones (0.5 a 2000 µg L⁻¹).

- Se plantean como recomendaciones y futura investigación, implementar la metodología propuesta para el monitoreo en campo y aplicarla al análisis de otros medicamentos, como los antibióticos.
- Así mismo, se recomienda automatizar el proceso de derivatización para propiciar el ahorro de tiempo de análisis, la cantidad de reactivos utilizados y disminuir el error humano.

BIBLIOGRAFÍA

1. Calderilla, C.; Maya, F.; Cerdà, V.; Leal, L. O. *Talanta* **2017**, *175*, 463–469. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2017.07.028>.
2. Subhi Sammani, M.; Clavijo, S.; Figuerola, A.; Cerdà, V. *Peel. Microchem. J.* **2021**, *168*, 106421. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.MICROC.2021.106421>.
3. Calderilla, C.; Maya, F.; Cerdà, V.; Leal, L. O. *Talanta* **2019**, *202*, 67–73. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.TALANTA.2019.04.026>.
4. Thompson, M.; Ellison, S. L. R.; Wood, R. *Pure Appl. Chem.* **2002**, *74*, 835–855. DOI: <https://doi.org/10.1351/PAC200274050835/MACHINEREADABLECITATION/RIS>.

CISQM-AP-CP09

Study of calibration curve and sensitivity for $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$ by FAAS

Margarita Chávez Martínez¹, María Cecilia Salcedo Luna², Leonardo Hernández Martínez¹
María de la Luz Soto Téllez¹, Hermilo Goñi Cedeño¹, María del Rocío Cruz Colín¹

¹Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco, Área de Química, Av. San Pablo 180, Col. Reynosa
Tamaulipas, Ciudad de México, C. P. 02200, México.

²Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, USAII, Lab. Rayos-X de Polvos, Ciudad
Universitaria, Ciudad de México, C. P. 04510. México.

cmm@azc.uam.mx

ABSTRACT

It was possible to determine the amount of lithium in the new complex oxide $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$ by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). The stoichiometric calculation for the synthesis of this ceramic compound was to obtain the nominal formulas, that is, whole numbers. But it is possible that at high temperatures of obtaining 1050 °C, a certain amount of lithium volatilizes. To achieve refinement and determine the crystal structure of this compound, it is necessary to know the amount of lithium atoms. Through FAAS, it was possible to determine the lithium concentration. The calculation of the exact amount of lithium that was 5.53 atoms and atoms. Thus, the formulas determined were $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

INTRODUCTION

Lithium is the smallest metal atom in the periodic table of chemical elements, so with certain techniques it is not possible to determine it, for example, with X-ray energy dispersion spectrometry (EDS) is not possible because lithium does not it disperses that energy because it has a very small atomic radius of $1.45 \text{ \AA} \pm 0.12 \text{ \AA}$ (Slater, 1964). Flame photometry is the most reliable or preferred technique for determining Li, Na, K (Perkin, 2018). What is required is that the chemical compounds containing these metals are solubilized, that is, that these ions are completely dissolved in order to quantify them (Cámara et al., 2004; Das et al., 2011). Basically, there are two optical spectroscopic techniques based on the interaction between electromagnetic radiation and matter that is in the atomic state, which is achieved by a flame that reaches 2000 °C, where the processes of desolvation, vaporization and atomization are (Burguera, 2009; Grunze, 2017). In the atomic cloud are atoms in excited state and atoms in ground state, the relationship between both states is given by the expression:

$$\frac{N_j}{N_0} = \frac{P_j}{P_0} e^{-\frac{E_j}{kT}}$$

N_j = Number of atoms in excited state
 N_0 = Number of atoms in ground state
 E_j = Difference of energy of states

K = Boltzman constant
 P_j and P_0 statistical factors (number of states
with equal energy in each quantum level);
 T = Temperature

Atoms that are in an excited state are not in equilibrium, so they tend to emit energy later returning to their fundamental state (Castillo, 2003). The intensity of the emitted energy is proportional to the number of atoms in the excited state and therefore to the concentration of the substance. What constitutes the foundation of Atomic Emission Spectroscopy, which when the atomizer is a flame is called Flame Photometry (Hans, 2012). On the other hand, if an appropriate energy radiation is applied to the atoms in the ground state, the absorption of part of this energy by the atoms in the ground state can occur, with which the transmitted energy is lower than the incident energy and is related to the number of atoms in the ground state and therefore the concentration, this is the basis of Atomic Absorption Spectroscopy (Vásquez et al., 2012; Licata, 2004). In this paper we describe the optimization

of the flame atomic absorption photometry method for the determination of lithium in new ceramic materials $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$ (Chávez et al., 2015). The interest related to this study was to know the concentration of Lithium in this compound and in this way, it was possible to determine the exact amount of lithium that was 5.53 atoms. Thus, the formula determined were $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

Exposure materials and methods

Conditions and sample preparation

For the analytical determination of Lithium, an atomic absorption spectrophotometer, PERKIN-ELMER, model 2380 was used in the instrumental mode of flame atomic absorption spectrometry (FAAS). The operational conditions or instrumental parameters were: $\lambda = 660 \text{ nm}$; The slit that refers to the width of the spectral band, was 0.1 nm, the fuel was acetylene and air support, known as air/acetylene flame type. The mass of the $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$ compound was 1000 mg/L to prepare the concentrated solutions gravimetrically. The analyte studied were weighed on an OHAUS PIONEER analytical balance with 0.0001 g precision and a maximum capacity of 200 g. Volumes were measured with GIBSON volumetric pipettes, PIPETMAN P-100, P-200, P-1000 and P-5000 models. The amount used of the samples was dissolved in a mixture of 3HCl: HNO_3 . The equipment calibration was performed with and without ionization suppressor. Lithium was ionized in the flame. To reduce this effect, a KCl ionization suppressant was added, so that its concentration in all standards and samples was $2000 \mu\text{g mL}^{-1}$. Data processing was performed by calibration with and without calibrated replicas.

DISCUSSION OF RESULTS

Calibration curve and measurements and results for $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$

The lithium concentration was between 0.0 and 1.0, g L^{-1} . Using a spreadsheet, it was shown that these values are randomly distributed, so the residuals r were $r = 0.999$ for the analysis of variance. The spreadsheet generated the data of the ordinate at the origin, of the slope, as well as the data of the lower interference and the superior interference of the ordinate at the origin include zero and therefore the line was compatible with passing through the origin (Escobedo et al., 2018). The graphical representation of the measured intensity versus the concentration was made, a straight line was observed, this is observed in Fig. 1. Tables 1 and 2 show the measurements obtained, the average absorption and the standard deviation respectively for $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$. While Table 3 shows the calculated and residual concentrations for $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$. Table 4 shows the concentrations compared to the controls for $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

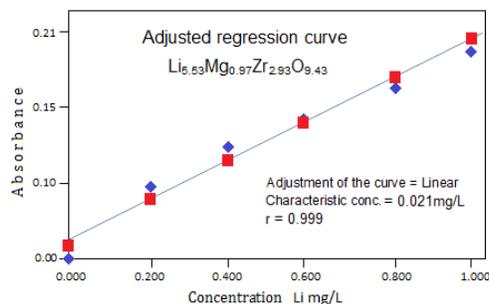


Fig. 1. Calibration curve for $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

Table 1. Patterns and readings for obtaining the average absorption for Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

Sample ID	Li (mg L ⁻¹)	Measurements		
Pattern	0.0 calibrated	-0.0002	-0.0002	-0.0003
1	0.169	0.1960	0.1660	0.1658
2	0.336	0.1909	0.1709	0.1715
3	0.502	0.1358	0.1058	0.1349
4	0.668	0.1698	0.1408	0.1402
5	0.832	0.1748	0.1748	0.1770
6	1.000	0.4432	0.4131	0.4136

Table 2. Average absorption and standard deviation for Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

Li (mg L ⁻¹)	Average Absorption	%RSD*
0.0 calibrated	-0.0002	19
0.168	0.0359	0.2
0.334	0.0511	0.3
0.501	0.5055	0.4
0.668	0.5403	0.3
0.834	0.5755	0.6
1.000	0.5132	0.1

Table 3. Calculated and residual concentrations of Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

-0.001	0.471	0.438	0.499	0.664	0.829	1.008
Residuals:						
0.001	-0.002	-0.002	0.002	0.004	0.004	-0.006

Table 4. Concentrations compared to the controls for Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

	Li (mg L ⁻¹)	Measurements		
ICB	-0.002	-0.0005	-0.0005	-0.0003
ICV	0.525	0.5076	0.5075	0.5082
Li	0.564	0.0565	0.0566	0.5778
Li	0.564	0.0569	0.0567	0.5763
Control	0.509	0.5071	0.5071	0.5072

To calculate the amount of Lithium atoms in the formula, they were made from the molecular mass of $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$:

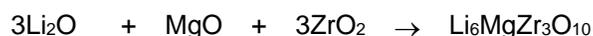
$$\text{Abs} = (0.20079) (C) \times (0.00006)$$

$$= \frac{0.5}{0.525} = 0.953; \quad \frac{100}{0.5} = 200$$

$$\text{Li} = (2.4196\text{mg/Li})(0.953)(200) = 461.18 \text{ mg/L}$$

$$\text{mg/g} = \frac{(461.18\text{mg/L})(0.1\text{L})}{0.1005} = 459.00 \text{ mg/g}$$

For the reaction:



$$\begin{array}{r} 41.646 \text{ -----} 499.617 \\ X \text{ -----} 1 \text{ g} \\ X = 0.083 \text{ g de Li} \end{array}$$

$$0.083 \text{ g -----} 6 \text{ Li atoms}$$

-

$$0.076 \text{ g -----} X$$

-

$$X = 5.53 \text{ Li atoms}$$

Molecular masses (MM):

$$\text{MM } 3\text{Li}_2 = 41.646 \text{ g/mol}$$

$$\text{MM } \text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10} = 499.617 \text{ g/mol}$$

In each gram of $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$ there is 0.083 g of lithium theoretically in six lithium atoms; so, at 76.0 mg/g there will be 5.53 lithium atoms. In the same way it was calculated and resolved for Mg and Zr. Table 5 shows the operating parameters, concentration and amount of $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$ atoms.

Table 5. Operation parameters and AA results of Mg and Zr for $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$.

Metal	λ	Standard solution	Flame	Conc. mg/g	Number of atoms in the formula
Mg	285	200mg/mL $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$	aire/ C_2H_2	46.5	0.97
Zr	360	ZrCl_4 1000 $\mu\text{g/mL}$	$\text{N}_2\text{O}/$ C_2H_2	178	2.93

λ = Wavelength

Studies of accuracy, precision, equation parameters in calibration and sensitivity curves for $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$

The accuracy of the spectrometric method used for the analytical determination of lithium was verified by analyzing the standard reference material of Li_2CO_3 from Merck with number 4095-1000291. The results obtained in this study are presented in table 6 showing the certified and theoretical values of the average concentration, plus minus the standard deviation in milligrams per liter; as well as relative errors lower than 5 % implying accuracy levels of 100 ± 5 %. In this regard, no statistically significant differences were found between them, evidencing the adequate accuracy in the analytical determinations. The precision study in runs for repeatability, expressed by standard deviation (SD, in mg/L) and relative standard deviation (DER in %). The sample was prepared in triplicate and three aliquots of 10 mL. The spectrometric determinations of Li were made by five times. The average DER was 0.54 % in the study of analytical repeatability in this compound. Analytical reproducibility the mean DER for Li was 2.17 % This result shows that the analytical method used was reproducible and suitable for the determination of lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$. Table 7 shows the precision statistics for the determination of Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$. It is very favorable to show Table 8, in which a recovery study is presented for the determination of Lithium in sample of $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ FAAS. The analytical quantification of the calibration curve is widely used in the FAAS to know the optimal linear working interval for each chemical element studied. The optimization of the calibration curve for Li, allowed to delimit the optimal linear working interval; in this case it was from 0.0 to 76 mg Li/L; The linear equation of the calibration curves for Li was: $A = 0.1528 c + 0.0244$ ($r = 0.9995$), thus these values were significant

for the coefficient of linear correlation of Pearson (r). Table 9 shows the values obtained for the parameters of the equation in the calibration curve and in the standard addition curve in the total determination of Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ by FAAS. The value of the detection limit was expressed three times in the standard deviation of the target, 3s; was 0.01 mg/L for the Li. The value of the limit of quantification was expressed ten times in the standard deviation of the target, 10s; which was 0.0333 mg/L for Li. The characteristic concentration (Cc) of the lithium required to produce an absorption of 1 % which is equivalent to a signal of 0.0044 absorbance units, was 0.021 mg/L for Li. Table 10 indicates the Limits of detection, quantification and instrumental sensitivity for the total determination of Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ by FAAS.

Table 6. Accuracy study for the total determination of lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ by FAAS.

Certified material	Metal	Litio average conc. \pm DE, mg/L		Relative error
		certified value	Experimental value	
Li ₂ CO ₃ Merck # 4095- 1000291	Li	76.450 + 0.347 -0.277	76.0 \pm 0.320 Li _{5.53} Mg _{0.97} Zr _{2.93} O _{9.43}	(%) 0.2

Table 7. Precision study for the determination of Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ por FAAS.

Metal	Average con. (mg/L)	In the measurement (Analytical Repetitiveness)		Between measurements (Analytical reproducibility)	
		DE (mg/L)	DER (%)	DE (mg/L)	DER (%)
		Li	0.76 0.72 0.76	0.0002 0.0043 0.0071	0.06 0.78 0.77

Table 8. Recovery study for the determination of Lithium in samples of $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ by FAAS.

Metal	Conc. (mg/L)	Adicionado (mg/L)	Expected (mg/L)	Found (mg/L)	Error (%)
Li	0.76	0.50	1.23	1.24	90.6
		1.52	2.28	2.22	97.4
		2.50	3.28	3.30	97.6
			X \pm DE: 97.77 \pm 2.35		

Table 9. Values obtained for the parameters of the equation in the calibration curve and in the standard addition curve in the total lithium determination in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ by FAAS.

Metal	Calibration Curve Equation	Standard Addition Curve Equation	Error (%)
Li	A = 0.1529c + 0.0008 r = 0.9998	A = 0.0420c + 0.0078 r = 0.9997	0.15

Table 10. Limits of detection, quantification and instrumental sensitivity of Lithium in $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$ by FAAS.

Limits and conc.	$\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$
Detection limit ^a (mg/L)	0.0002 (0.00001) [Ca.0.00002 (0.00001)] ^c
Limit of quantification (mg/L)	0.0654
Characteristic concentration ^b (mg/L)	0.0655 (0.065)

CONCLUSIONS

The method developed by flame photometry or FAAS was used to determine the concentration of Li in samples of a new ceramic material or complex oxide $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$. By knowing the concentration of Lithium, it was possible to determine the correct formula, that is: $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$. From these results we will proceed to determine the crystalline structure of both compounds. It is paper mentioning that ceramic materials are generally obtained at elevated temperatures, above 1000°C. In this particular case, this compound contain lithium, which could happen is that at high temperatures the lithium volatilizes, so, when ignoring this loss, the determination of the crystalline structure would not be correct. The determined values could be expressed in mEq/L units, which is an appropriate concentration. An average value of 76 ± 320 mg Li/L $\text{Li}_{5.53}\text{Mg}_{0.97}\text{Zr}_{2.93}\text{O}_{9.43}$. The statistical data determined, such as, mean, standard deviation, coefficient of variation, etc. for the total concentration of Li, they helped the validation of the atomic flame absorption spectrometry (FAAS) method in this ceramic material. So, this method could be used to reliably know the concentration of Lithium in other ceramic compounds containing this chemical element. In addition, the methods used were free of non-spectral interferences, presenting adequate levels of detection, quantification and analytical sensitivity.

BIBLIOGRAPHIC REFERENCES

- Slater J. C. Atomic Radii in Crystal, Journal of Chemical Physics, 1964, 41, 3199, [doi:10.1063/1.1725697](https://doi.org/10.1063/1.1725697).
- Perkin- Elmer, Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry, Norwalk, USA. January Review. 2018, BC-1, BC-4.
- Skoog Douglas A., Holler F. James, Nieman Timothy A., Principios de análisis instrumental, 5a. edición, McGrawHill, capítulo 9 Espectrometría de absorción atómica y fluorescencia atómica 2001, p 219; capítulo 10 Espectrometría de emisión atómica p 245.
- Cámara C., Fernández P., Pérez C., Vidal M. Toma y tratamiento de muestras. Síntesis. Madrid (España), 2004, 49-51.
- Das, S., A. Grewal y M. Banerjee, A brief review: Heavy metal and their analysis. International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research, 2011, 11(1), p 213-218.
- Burguera J.L., Burguera M. (2009). Determination of lithium at pellets of 100 mg. Spect Acta Part B., 64: 451-458.
- Grunze H. Study and determination of Lithium in blod by atomic absoption (GSAA). Neuropsychiatrie, 2007, 21(2),110- 120.
- Castillo C. Efecto del litio sobre los niveles de magnesio plasmático y eritrocítico. Tesis de estudios profesionales, Universidad de Zulia, Maracaibo, Venezuela, Escuela de Bioanálisis, Facultad de Medicina, Departamento de Química, 2012.
- Hans-Georg C., Trace Li by atomic absorption validation, J. Analytical methods, 29(2), 117-118.
- Vásquez A. Del C., Fernández D.R., Bello S.C., Ocando A.M., Rodríguez M.C., Semprún B.I., Hernández M., Colina M., Granadillo V.A., Determinación de litio en medicamentos de control psiquiátrico por espectrofotometría de absorción atómica de llama, J. Rev Med Clin Condes, 2006, 14 (2), 202-209.

11. Licata P., Trombetta D., Cristani M., Giofrè F., Martino D., Calò M., Naccari F., Lihium in brain cel, Environ Int., 2004, 30, 1-6.
12. Chávez Martínez Margarita, Hernández Martínez Leonardo, Soto Téllez María de la Luz, Goñi Cedeño Hermilo. Síntesis de dos nuevos óxidos complejos $\text{Li}_6\text{MgZr}_3\text{O}_{10}$ y $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$. Memorias del VI Congreso Internacional de Docencia e Investigación en Química. UAM Azcapotzalco, Ciudad de México, 2015.
13. Escobedo Monge Marlene, Barrado esteban Enrique, Alonso Vicente C., Marugan de Miguelsanz José Manuel, Estudio comparativo entre la espectrofotometría de absorción atómica de llama y el método colorimétrico en el estado del Zinc sérico, Nutrición clínica y dietética hospitalaria, 2018, 38 (2), 128-133.

CISQM-AP-CP10

Estandarización de un modelo de rasgado para evaluar procesos de migración de células troncales mesenquimales en presencia de un ambiente cardiaco hipóxico en comparación de un normóxico

Rafael de Jesús de la Cruz Vicente¹, Gisela Gutiérrez Iglesias¹, Claudia Camelia Calzada Mendoza², María Elena-Sánchez Mendoza², Alberto Parra-Barrera¹, José Jesús Pérez Correa², César Miguel Mejía Barradas^{1*}

¹Laboratorio de Medicina Regenerativa y Estudios en Cáncer. Escuela Superior de Medicina. Instituto Politécnico Nacional. Plan de San Luis S/N, Casco de Santo Tomás, 11340 Ciudad de México, México.

²Departamento de Posgrado. Sección de Estudios de Posgrado e Investigación. Escuela Superior de Medicina. Instituto Politécnico Nacional. Plan de San Luis S/N, Casco de Santo Tomás, 11340 Ciudad de México, México.

*cmmejiab@hotmail.com

RESUMEN

El uso de terapias con células troncales mesenquimales es hoy una alternativa para tratar daño isquémico, sin embargo, su efectividad depende de condiciones como el ambiente celular, además de conocer sus mecanismos para mejor su manejo. Así, en este estudio se desarrolló y estandarizó un modelo de rasgado para investigar la influencia del daño isquémico sobre la migración de células mesenquimales. Se simuló *in vitro* un ambiente isquémico con el medio condicionado de cardiomiocitos hipóxicos o normóxicos y se evaluó su efecto sobre la proliferación y migración de células troncales mesenquimales de médula ósea en un modelo de rasgado y cierre de herida. Los resultados mostraron cómo el ambiente celular hipóxico modificó la capacidad de reclutamiento de células troncales mesenquimales e influir en la motilidad, ya que la normoxia favorece el cierre de herida mientras que la hipoxia la disminuye. Todo lo anterior proporciona información acerca de la capacidad de regeneración celular por parte de las células troncales mesenquimales en los ambientes de daño cardiaco, por lo que se pueden utilizar estos datos para el campo de medicina regenerativa.

INTRODUCCIÓN

Las células troncales mesenquimales (CTMs) fueron descritas por primera vez en 1970 por Alexander Friedenstein como una "Población de células del estroma de la médula ósea capaces de diferenciación mesodérmica y soporte trófico de la hematopoyesis" (Friedenstein, 1970). Durante el desarrollo embrionario, las células mesenquimatosas tienen la habilidad de migrar desde el mesodermo hacia las capas ecto y endodérmicas. Las fuentes de CTMs pueden derivarse de médula ósea, tejido adiposo, tejido de pulpa dental y tejido epitelial adulto; aunque también de tejido perinatal como es la sangre del cordón umbilical, el propio cordón umbilical, placenta, fluido amniótico y de membrana. Debido a las características de auto renovación, regenerativas y anti-inflamatorias, se ha propuesto que las CTMs poseen un potencial terapéutico en heridas crónicas, angiogénesis, regeneración de cartílago y vascularización (Maacha et al., 2020). Se ha documentado en diferentes estudios clínicos, que la implantación o sembrado de las células en los tejidos dañados, induce una serie de factores segregados por estas, lo que contribuye a los procesos de reparación. En cuanto al resultado de los factores liberados, éstos varían dependiendo de la procedencia de las células, su capacidad de diferenciación *in vitro* (limitada) y el tipo de estímulo, que en conjunto incidirá en la capacidad de formación de tejido *in vivo* (Rodríguez-Sáenz et al., 2018). En la Fig. 1 se muestran las fuentes más conocidas de CTMs.

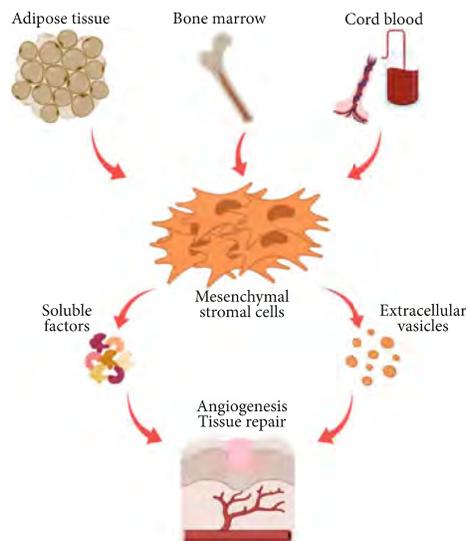


Fig. 1. Células troncales mesenquimales (CTMs), su fuente de origen más común, factores secretados por estas y su acción como promotor de la reparación tisular y angiogénesis. (Tomado de Maacha et al., 2020).

En órganos vitales como el corazón, podemos identificar un tipo especial de células llamadas cardiomiocitos, las cuales conforman al músculo cardíaco, que desde las paredes de dicho órgano, permiten la contracción y relajación que facilita al bombeo sanguíneo. Dichas células cardíacas presentan característicamente un núcleo en posición central y ramificaciones, similares a la morfología de las células músculo-esqueléticas (Megías et al., 2019). Cuando los cardiomiocitos sufren daño, el tejido y el órgano pueden hipertrofiarse o atrofiarse en función del aumento o disminución de las miofibrillas dañadas, pero no suele existir proliferación celular. Ya que los cardiomiocitos tienen poco glucógeno, no se puede obtener energía de la glucólisis, sino de la fosforilación oxidativa, lo cual demanda un consumo de oxígeno alto, que al ocurrir daño o atrofia se corta el suministro y las células entran en estado de hipoxia, aumentando la demanda energética, produciendo daños celulares de manera acelerada. (Megías et al., 2019).

Se ha encontrado que la mayoría de los órganos contienen su propia reserva de células CTMs (llamados nichos); sin embargo, existen controversias en cuanto a los posibles efectos adversos de su función, ya que por un lado permiten el mantenimiento de las células que pudieran encontrarse dañadas, pero también podrían aumentar la velocidad de desarrollo de aterosclerosis o su actividad eléctrica (de la Peña, del Instituto Europeo de Salud y Bienestar Social). Un infarto cardíaco produce muerte masiva de células, y tras la pérdida de tejido sano se activan los mecanismos para reclutar las CTMs desde los nichos y que mediaran en el proceso de recuperación de la herida a través de la diferenciación celular, el reclutamiento celular, y la modulación de la inflamación. De esta manera, la administración con células troncales mesenquimales se vuelve de relevante importancia ya que actualmente se plantea como una terapia celular de la medicina regenerativa, lo cual ya es una realidad, en especial porque se favorece la síntesis de factores solubles que permiten la movilización de células hacia las zonas afectadas del corazón, fenómeno que se conoce como migración celular.

Ante los cambios ocurridos en el sistema cardiovascular, debe alcanzarse la homeostasis, especialmente para el mantenimiento de oxígeno en los tejidos. Es así como intervienen otros mecanismos como la frecuencia cardíaca, volumen, precarga, postcarga, sístole y diástole (Oberman et al., 2021), los cuales también dependen de la integridad de la organización celular.

Para el estudio de la migración, se han propuesto diferentes metodologías, las cuales simulen condiciones fisiológicas que puedan afectar la migración de las CTMs (Justus et al., 2014), proporcionando información completa sobre los procesos, sin embargo, no siempre se cuenta con los materiales adecuados o son técnicas que para llegar a una conclusión, se necesitan realizar varios pasos intermedios antes de la conclusión final.

Dentro de las técnicas más utilizadas para el estudio de la migración celular encontramos el cultivo celular para cierre de heridas (por rasgado) y el ensayo de migración e invasión en cámaras Transwell. (Castellone et al., 2011). Todas son eficientes para el estudio de migración, sin embargo el primero es un método rápido, no costoso y se puede estudiar con las condiciones in situ sin demasiada manipulación de los componentes, por lo que es muy utilizada en modelos de migración de masas celulares, análisis de morfología durante la migración celular, así como el descubrimiento de diversos fenotipos (Justus et al., 2014).

Los ensayos de migración e invasión Transwell pueden utilizarse para analizar la habilidad de células individuales y su respuesta a diversos quimio atrayentes como son las quimiocinas, factores de crecimiento, lípidos o nucleótidos. De igual modo también puede evaluar la capacidad migratoria diferencial debido a la sobreexpresión de un receptor (Castellone et al., 2011; Peter et al., 2008).

Actualmente, es necesario contar con modelos de estudio que nos permitan investigar los procesos que favorezcan o afecten la movilización o migración de las células mesenquimales, en particular, un modelo de migración de CTMs en un ambiente hipóxico a comparación de uno normóxico, nos permitirá comprender las características estándares para sentar las bases de conocimiento de los factores que afecten una de las características primordiales de las células troncales. La finalidad de este trabajo es evaluar bajo la influencia sobre la proliferación y migración de CTMs del ambiente tanto normóxico como hipóxico de células cardíacas en un modelo de cierre de rasgado y herida. Lo anterior cobra relevancia como un modelo de tratamiento celular y regenerativo para daño cardíaco para conocer la seguridad y la eficacia del tratamiento con CTMs.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Diseño: estudio experimental in vitro

Para este estudio se utilizaron 2 líneas celulares principales, la línea celular de cardiomiocitos ATCC H9C2 y células troncales mesenquimales de médula ósea (CTMMO) provenientes de rata Wistar, estas teniendo como característica, un peso de entre 200 y 250 gramos.

Obtención de CTMMO y Aislamiento de células mesenquimales:

Se utilizaron ratas Wistar macho a las que se administró con 40mg/kg pentobarbital sódico, para posteriormente realizar la extracción de medula ósea. En condiciones de esterilidad se extrajeron los fémures de las ratas lavadas con PBS 1X y desinfectadas previamente. Enseguida se cortó la cabeza del fémur (siendo la parte dura) y se retiró la porción del epicóndilo para dejar descubierta la epífisis del hueso. Al hueso expuesto se le pasó una solución isotónica con una jeringa, insertando la aguja en la parte porosa del hueso, procurando condiciones de esterilidad, se colectó la medula ósea en un tubo de 15 ml. Obteniendo un pool celular mediante centrifugación a 2 000 rpm durante 10 minutos.

Cultivo de CTMMO

Los cultivos obtenidos se mantuvieron en DMEM/F12 con SFB al 10 % y en cámara de Neubauer las células fueron contadas. Se sembraron las células en cajas de petri con DMEM/F12 al al 10 % de SFB así como antibiótico/antimicótico 1X. Los cultivos fueron mantenidos a 37 °C, en saturación de humedad y 5 % de CO₂ hasta que se obtuvo una confluencia del 70-80 %.

Condiciones de cultivo de cardiomiocitos H9C2

Se cultivó la línea celular de cardiomiocitos H9C2 adquirida en el ATCC. Las células se conservaron conforme a la hoja técnica en medio DMEM/F12 suplementado con 10 % de SFB y 1 % de antibiótico/antimicótico, a 37 °C, 5 % de CO₂ y humedad saturada. Para los ensayos de hipoxia y normoxia en el modelo de rasgado y cierre de herida, las células H9C2 fueron llevadas a condiciones de hipoxia administrándoles diferentes condiciones de H₂O₂.

Evaluación de la migración en condiciones de normoxia e hipoxia.

En cajas de 6 pozos se sembraron 1×10^6 células H9C2 y se incubaron en condiciones habituales de cultivo. Se ensayaron diferentes técnicas para condicionar la hipoxia, encontrando que el mejor resultado fue añadiendo 12 μL de peróxido de hidrógeno 0.98 M a cada pozo seguidas de un lavado con PBS 1X a los 30 minutos. Las células fueron incubadas con DMEM/F12 alto en glucosa por 48 h más para después evaluar la migración. El ensayo de cierre de herida se realizó en placas de 48 pozos con 1×10^4 CTMMO, determinando que 200 μL de medio de cultivo es la mejor condición para el ensayo. Una vez obtenido el 100 % de confluencia celular, la monocapa fue rasgada con una aguja estéril. Los pozos fueron separados en tres grupos: a) medio condicionado de cardiomiocitos normóxicos o b) de hipóxicos, y c) sin estímulo. 48 h más tarde se evaluó el cierre del rasgado.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los resultados del estímulo por 48h de las CTMMO en un modelo de rasgado y cierre de herida son mostrados en la Fig. 2. Las células se tiñeron bajo la técnica de cristal violeta para visualizarlas mejor. Las CTMMO sin estímulo, células control, mostraron un cierre parcial de la herida que reflejó la condición normal de proliferación celular tendiente a reparar una herida (Fig. 2(A)). Cuando las CTMMO fueron estimuladas con medio condicionado de cardiomiocitos normóxicos durante 48 h, el cierre del rasgado fue mayor (casi cerró por completo y poco perceptible), debido a una mayor proliferación y migración celular que se traduce como mayor recuperación del modelo de herida (Fig. 2(B)). Cuando las CTMMO son estimuladas por 48 h con el medio condicionado de cardiomiocitos hipóxicos, la proliferación celular es menor al que lo hacen con medio condicionado de cardiomiocitos normóxicos (incluso menor que las CTMMO control). Esto puede deberse a que hay menor proliferación y migración celular (Fig. 2(C)). Los resultados en el modelo de cierre de herida, muestran que el medio condicionado de cardiomiocitos normóxicos favorecen la proliferación y la migración celular promoviendo la recuperación de heridas y tejidos al estimular el crecimiento de la población de células madre que podrían involucrarse en la diferenciación, reclutamiento y regeneración celular y tisular además de modular el proceso inflamatorio. De modo contrario, la condición de hipoxia en cardiomiocitos, al parecer induce la liberación de factores que retrasan la recuperación de tejidos, ya que a las 48 h disminuyó la proliferación y la migración celular. Lo anterior sustenta que afecciones que involucran daño a tejidos por hipoxia pueden disminuir la capacidad de recuperación y la migración de células madre y por lo tanto de sus mecanismos asociados a regeneración.

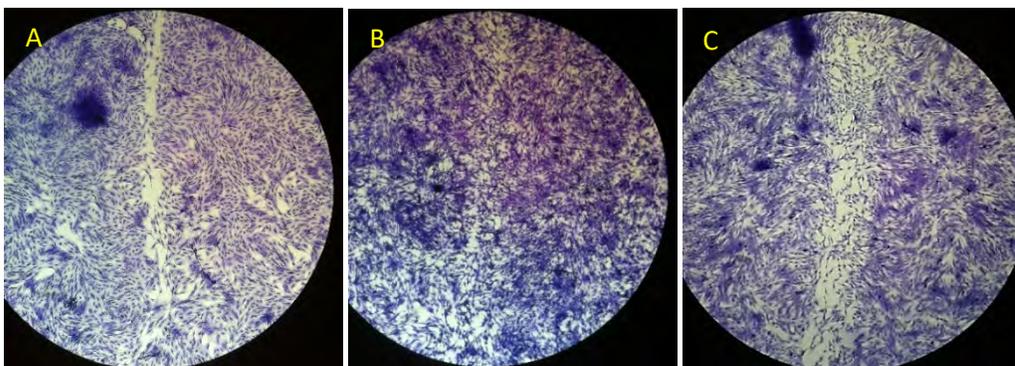


Fig. 2. Modelo de rasgado para evaluación de la migración a 48h. (A) CTMMO sin estímulo, control; (B) CTMMO estimuladas con medio condicionado de cardiomiocitos normóxicos; (C) CTMMO estimuladas con medio condicionado con cardiomiocitos hipóxicos. Tinción con cristal violeta. Magnificación a 20x, en microscopio invertido.

CONCLUSIONES

El ambiente celular, en especial de los cardiomiocitos, estimulan la producción de factores que bajo normoxia favorecen, o bajo hipoxia perjudican, la proliferación y migración de células madre, y con ello la capacidad de ser reclutadas y de concentrar otros factores que intervienen en la regeneración de tejidos y la modulación de la inflamación. De tal manera que aunque las células madre se constituyen como una terapia celular alternativa de

gran relevancia, su uso dependerá de la comprensión y manejo del ambiente celular. Por lo tanto, la técnica de rasgado y cierre de herida puede ser un modelo *in vitro* eficaz para evaluar y estudiar la influencia del ambiente de daño isquémico con cardiomiocitos sobre células troncales mesenquimales de médula ósea.

REFERENCIAS

1. Friedenstein, A. J.; Chailakhjan, R. K.; Lalykina, K. S. *Cell Tissue Kinet.* **1970**, *3*, 393-403. DOI: 10.1111/j.1365-2184.1970.tb00347.x. PMID: 5523063.
2. Maacha, S.; Sidahmed, H.; Jacob, S.; Gentilcore, G.; Calzone, R.; Grivel, J.C.; Cugno, C. *Stem Cells International.* **2020**, *2020*, 1-12. DOI: <https://doi.org/10.1155/2020/4356359>
3. Rodríguez-Sáenz, A. A.; Martínez-Carreño, M. A.; Munévar-Niño, J. C. *Rev. CES Odont.* **2018**; *31*, 38-47.
4. Megías, M; Molist, P; Pombal, M.A. Atlas de histología vegetal y animal. Tipos celulares. Recuperado. **2019**, <http://mmegias.webs.uvigo.es/8-tipos-celulares/listado.php>
5. Megías, M.; Molist, P.; Pombal, M.A. Atlas de histología vegetal y animal. Tipos celulares. **2019** Recuperado 27 de junio 2022 de : <http://mmegias.webs.uvigo.es/8-tipos-celulares/listado.php>
6. Oberman, R.; Bhardwaj, A. Physiology, Cardiac. [Updated 2021]. In: StatPearls [Internet]. Treasure Island (FL): StatPearls Publishing; 2022. Available from: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK526089/>
7. Justus, C. R.; Leffler, N.; Ruiz-Echevarria, M.; Yang, L. V. *J. Vis. Exp.* **2014**, *88*, 1-8. DOI: 10.3791/51046.
8. Castellone, R. D.; Leffler, N. R.; Dong, L.; Yang, L. V. *Cancer Lett.* **2011**, *312*, 197-208, DOI: 10.1016/j.canlet.2011.08.013, (2011).
9. Peter, C.; *et al.* *J. Biol. Chem.* **2008**, *283*,c5296-5305.
10. Checa-Rojas, A. Tinción de Cristal Violeta (0.5%) en cultivo de células adherentes. Conogasi.org. **2018**, Sitio web: <https://conogasi.org/articulos/tincion-de-cristal-violeta-0-5-en-cultivo-de-celulas-adherentes/>
11. de la Peña, M. <https://institutoeuropeo.es/articulos/blog/celulas-madre-y-regeneracion-cardiovascular/>

CISQM-AP-CP11

Estrategia computacional para el diseño de fármacos multifuncionales. Caso de estudio: Edaravone

Gabriel Guzmán-López, Miguel Reina, Romina Castañeda-Arriaga, Adriana Pérez-Gonzalez, Annia Galano
UAM-Iztapalapa, CDMX.
annia.galano@gmail.com; eggl@ciencias.unam.mx

RESUMEN

Se diseñó una metodología computacional para la creación de nuevos compuestos químicos basados en el precepto: estructuras químicas semejantes implican reactividad química semejante [1-3]. Para el desarrollo de tal metodología se construyó software especializado que permitiera el diseño y generación sistemática de nuevos derivados. La metodología fue aplicada con énfasis en la obtención de antioxidantes multifuncionales que pudieran funcionar como neuroprotectores, aunque el alcance de la metodología no se encuentra restringido.

Se generaron un total de 164 derivados de Edaravone agregando grupos funcionales, (i.e., -OH, -NH₂, -SH and -COOH), a la molécula de Edaravone. Se propone un puntaje de selección que evalúa de manera simultánea las propiedades ADME, de toxicidad y accesibilidad sintética. Este puntaje es usado para escoger un subconjunto de 12 derivados como los compuestos más prometedores para tener un comportamiento farmacológico. Para el subconjunto seleccionado se determinaron índices de reactividad, así como sus valores de pKa. De acuerdo con los resultados 5 compuestos son seleccionados como los más probables para actuar como antioxidantes mejores que Trolox como referencia.

CISQM-AP-PO04

Desarrollo de metodología analítica miniaturizada para la determinación de atrazina y simazina en tortilla de maíz

Carlos Martínez Rodríguez, Martha Patricia García Camacho*

Facultad de Química, Departamento de Química Analítica. Universidad Nacional Autónoma de México. Circuito Escolar S/N, C.U., Coyoacán, 04510 Ciudad de México, México.
mtzr.carlos@outlook.com; *pgcllas@unam.mx

RESUMEN

En este estudio se desarrolló una metodología analítica para la determinación de atrazina y simazina en tortillas de maíz basada en Extracción Asistida por Ultrasonido, Extracción en Fase Sólida (con adsorbente C18) y Extracción en Fase Sólida dispersiva (con adsorbente PS/DVB). La cromatografía de líquidos de alta resolución con detección ultravioleta permitió el análisis de los herbicidas en los extractos con límites de detección de 0.07- 0.03 µg/g y cuantificación de 0.11 y 0.08 µg/g. Los recobros obtenidos con niveles de fortificación entre 3.5-7.5 µg/g en la muestra fueron de 58-73 %.

INTRODUCCIÓN

La atrazina y la simazina forman parte de los herbicidas triazínicos, empleados para el control de malezas preemergencia y postemergencia en múltiples cultivos alrededor del mundo. En México la atrazina y simazina son empleados principalmente en el control de malezas de cultivos como el maíz, caña de azúcar y sorgo. La atrazina presenta una toxicidad crónica en mamíferos relacionada con la alteración del sistema endocrino, reduciendo la síntesis y acción de andrógenos a través de varios mecanismos y aumentando la producción de estrógenos [1]. Los efectos causados por la simazina sobre la salud humana han sido poco estudiados, pero su estructura química con un grupo alquilo menos se degrada más lentamente en comparación con la atrazina. La EPA clasifica a ambos compuestos dentro del Grupo C - Posiblemente cancerígeno para humanos [2,3].

Hasta el momento del desarrollo de esta investigación no se han publicado reportes de metodologías analíticas para la determinación atrazina y/o simazina en tortilla de maíz; tampoco de contaminación de tortillas con estos agroquímicos. El trabajo de investigación de González y col. [4], reportó contaminación de tortillas de maíz con glifosato siendo éste el único reporte de contaminación de herbicidas que se ha generado en tortillas, mientras que otros grupos de investigación se han enfocado al desarrollo de metodologías analíticas para el análisis de atrazina en el grano de maíz [5].

La tortilla es un producto derivado del maíz y por tanto susceptible a contener agentes herbicidas. Un 94 % de la población mexicana consume tortillas de maíz de manera regular siendo el consumo per cápita anual de 79.5 Kg para la población rural y 56.7 Kg para la población urbana [6]. La legislación de México ha establecido límites máximos residuales para la simazina y la atrazina sólo en cultivos como el maíz, LMR 0.25 ppm [7], no así para productos derivados del mismo.

En este estudio se propone una metodología miniaturizada para la extracción de atrazina y simazina en tortillas de maíz utilizando Extracción Asistida por Ultrasonido, Extracción en Fase Sólida y Extracción en fase sólida dispersiva (UAE-SPE-d-SPE por sus siglas en inglés). Los extractos se analizaron por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución con detección UV (HPLC-UV por sus siglas en inglés).

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Materiales y reactivos

Los estándares de atrazina y simazina (pureza 98 y 99.5 %, respectivamente) fueron proporcionados por Chem Service, de estos se preparó una solución stock 100 ppm en metanol que se almacenó en refrigeración a 4 °C. Las

soluciones estándar a diferentes concentraciones fueron preparadas a partir de la solución stock. El metanol y acetonitrilo fueron obtenidos de J.T. Barker., el agua se obtuvo de un sistema de purificación.

Symplicity Millipore con una resistencia de 18 MΩcm. Los adsorbentes empleados fueron C18 Supelclean LC-18 SPE (45 μm y 60 Å) de Sigma y Bondesil ENV (125 μm y 450 Å) adquirido de Agilent. Para la preparación de la muestra se empleó un homogeneizador biohomogenizer M133/1281-0 de Biospec, una sonda ultrasónica de Coleparmer, una mini centrifuga MiniSpin plus de Eppendorf y un agitador con control de temperatura HCM100-Pro de DLAB.

Instrumentación y equipo cromatográfico

Los análisis cromatográficos fueron realizados en un sistema de HPLC Knauer con bombas V7603 y detector ultravioleta de arreglo de diodos V7605 (DAD) a una longitud de onda de 230 nm. La columna cromatográfica empleada fue C18 Thermo electron ODS Hypersil, 150 x 4.6 mm, 5 μ, con una precolumna Nucleosil 100-5 C18, 5 μm. La fase móvil usada fue MeOH:H₂O 50:50 a un flujo isocrático de 1 mL/min.

Preparación de muestra

Las tortillas analizadas se obtuvieron de una tortillería local en la zona sur de la Ciudad de México y fueron analizadas el mismo día en que se obtuvieron. Se pesaron 2.0 g de tortilla y se le adicionaron 2.0 mL de agua para posteriormente homogeneizar la muestra durante 2 min a la máxima velocidad del equipo homogeneizador Biospec. De la tortilla homogeneizada se tomaron submuestras de 200 mg que se colocaron en viales de 15 mL donde se realizó la fortificación durante 1 h con 0.4 μg de simazina y 0.4 μg de atrazina. Después, a la submuestra fortificada se le adicionaron 10.0 mL de una mezcla de H₂O:MeOH 80:20, la cual fue llevada a una sonda ultrasónica durante 1 min con pulsos de 10 s espaciados por 5 s a una amplitud de 40 %. El extracto del ultrasonido fue filtrado con papel Whatman no. 1 y centrifugado a 4,750 rpm durante 20 min para su tratamiento con extracción en fase sólida. La SPE se realizó en cartuchos Chromabond de 1 mL empacados con 100 mg de C18 Supelclean LC-18. Los cartuchos empacados fueron previamente activados con 1 mL de MeOH 100 % seguidos de un lavado con 5 mL de H₂O. Posteriormente, el extracto UAE fue cargado al cartucho con un flujo de 2 mL/min. Una vez el extracto UAE cargado, el cartucho se lavó con 2 mL de H₂O y 1 mL de MeOH 20%. Finalmente, se realizó la elución de los analitos por gravedad con 1 mL de MeOH 50 %, el eluato de SPE se colectó en tubos eppendorf de 1.5 mL para su concentración y limpieza posterior por d-SPE.

Para la d-SPE, se adicionaron 500 μL de agua a los tubos eppendorf que contenían al eluato de la SPE y 5 mg del adsorbente Bondesil ENV. Posteriormente, los tubos se agitaron en Vortex a 3,000 rpm por 3 min, se centrifugaron a 10,000 rpm por 10 min y se descartaron los sobrenadantes. Por último, los analitos fueron desorbidos del Bondesil.ENV con 100 μL de ACN 100 % empleando un agitador con control de temperatura a 45 °C y 1,400 rpm durante 7 min, el extracto final se centrifugó a 10,000 rpm por 5 min y se filtró con papel Whatman no 1 antes de ser analizado por cromatografía de líquidos (Fig. 1).

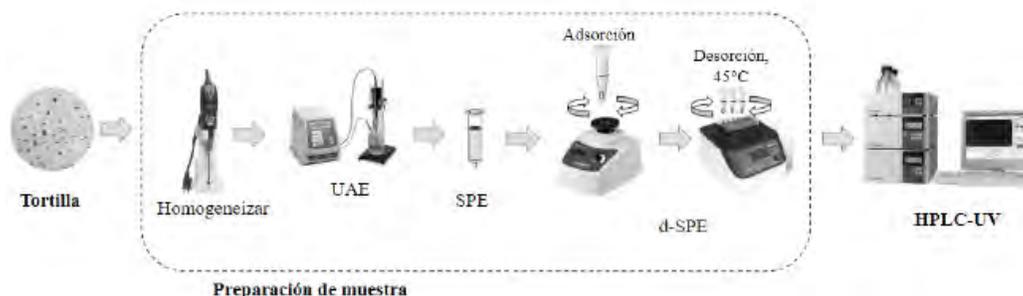


Fig. 1. Ilustración de la metodología desarrollada.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Optimización de la UAE

Se probaron tiempos de extracción de 1, 2 y 3 min y amplitud de 20, 40 y 60 % variando un parámetro a la vez y fijando los demás. Se encontró que el recobro se mantenía constante y aceptable desde el minuto 1 y 40 % de amplitud.

Optimización de la SPE

Para la SPE se optimizó el porcentaje de metanol en la carga de la muestra, el volumen y porcentaje de metanol en los lavados, así como el volumen y el porcentaje de metanol en la elución de los analitos. Las mejores condiciones encontradas fueron: 20 % de MeOH en el volumen de carga, teniendo en cuenta que por arriba de este porcentaje la simazina fugaba durante la carga. El mejor volumen y porcentaje de MeOH del lavado fue 1 mL a 20 % MeOH y el mejor volumen y porcentaje de metanol para la elución, teniendo en cuenta el recobro y la co-elución de la menor cantidad de interferencias, fue 1 mL de MeOH:H₂O 50:50.

Optimización de la d-SPE

La optimización de la d-SPE consideró en variar la cantidad y tipo de adsorbente: se realizaron pruebas con 5, 10 y 30 mg de Bondesil ENV y 10, 20 y 30 mg de sílice C-18. El porcentaje de MeOH de la muestra aplicada (12, 25, 33 y 50 %), el volumen de disolvente de desorción (100, 200 y 300 µL), su temperatura (temperatura ambiente y 45 °C) y tipo de disolvente (MeOH y ACN). Los mejores recobros se obtuvieron con 5 mg del adsorbente Bondesil ENV a 45 °C, debido a que las interacciones pi-pi e hidrofóbicas entre las triazinas y el copolímero PS/DVB son más fuertes comparadas con las interacciones hidrofóbicas de los analitos con la sílice C-18. El rango de porcentaje de MeOH en agua con el cual se retenían mayormente a los analitos al adsorbente ENV fue 12 a 33 %, por lo que se adicionaron 500 µL de agua al eluato de SPE (1 mL 50 % MeOH) para llegar a un porcentaje 33 % MeOH. El ACN permitió obtener mejores porcentajes de recobro frente al MeOH.

Validación analítica

Las curvas de calibración se obtuvieron bajo las condiciones optimizadas y mediante muestras fortificadas a concentraciones conocidas de analitos. Se evaluaron parámetros como el rango lineal, desviación estándar relativa (% DER), límites de detección (LD) y cuantificación (LC). El LD y LC se calcularon con la relación ks/m , siendo k 3.3 y 10 para el LD y LC respectivamente, m la pendiente de curva de calibración y s la desviación estándar del blanco. Los resultados se muestran en la Tabla 1 y Gráfico 1.

Tabla 1. Validación de metodología desarrollada.

Analito	Rango lineal (µg/g)	Ecuación lineal	r ²	LD (µg/g)	LC (µg/g)	% DER
Simazina	0.1-7.5	$y = 0.989x - 0.357$	0.987	0.07	0.11	8.4
Atrazina	0.08-7.5	$y = 1.032x - 0.2503$	0.990	0.03	0.08	5.7

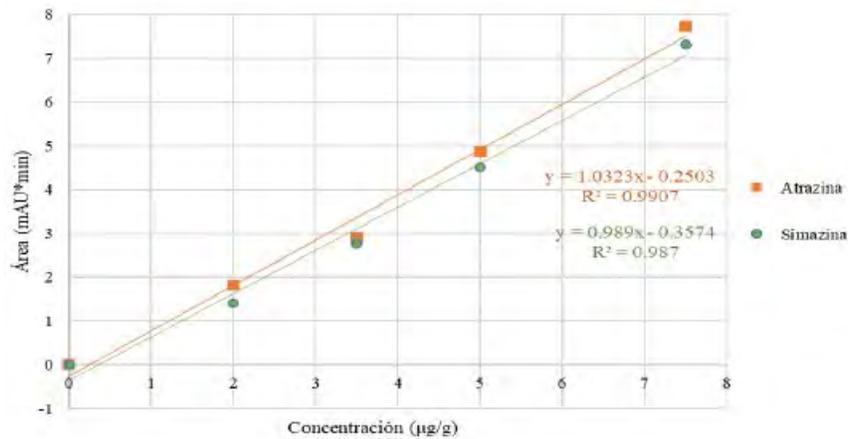


Gráfico 1. Curva de calibración de metodología desarrollada.

Adicionalmente se muestran los porcentajes de recobro promedio en una muestra fortificada a diferentes niveles de concentración (Tabla 2).

Tabla 2. Recobro promedio y desviación estándar relativa (% DER).

Fortificación (µg/g)	% Recobro simazina (% DER)	% Recobro atrazina (% DER)
3.5	58 (14.1)	59 (12.5)
5	66 (11.5)	69 (10.7)
7.5	71 (4.4)	73 (3.4)

Finalmente, se realizó el análisis de los herbicidas en tortillas obtenidas de una tortillería al sur de la Ciudad de México, el cromatograma correspondiente se muestra en la Fig.2 comparados con el de una disolución estándar. Los picos cromatográficos de la simazina y la atrazina tienen un tiempo de retención de 6.3 min y 9.7 min respectivamente (Fig. 2).

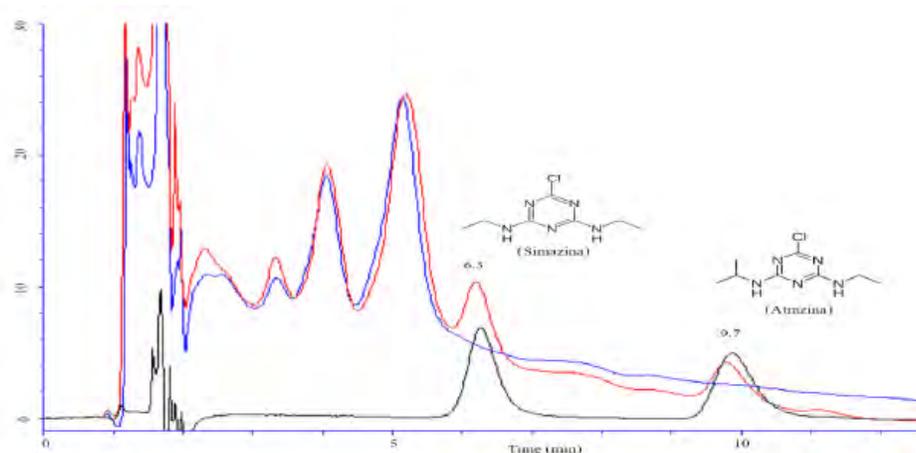


Fig. 2. Cromatograma de muestra fortificada con atrazina y simazina 0.4 µg (en rojo), muestra blanca (en azul) y estándar a 4 ppm (en negro).

CONCLUSIONES

El método desarrollado permite realizar la determinación de atrazina y simazina con una mínima cantidad de muestra (200 mg) y bajo consumo de disolventes y absorbentes, además de alcanzar límites de detección de 0.07-0.03 µg/g y cuantificación de 0.11 y 0.08 µg/g, por debajo del LMR 0.25 µg/g establecido en la legislación mexicana para el maíz. El presente trabajo presenta un avance significativo en el análisis de herbicidas triazínicos en tortillas de maíz.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al Programa de Apoyo a la Investigación y al Posgrado de la Facultad de Química, UNAM (PAIP 5000-9034) y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología CONACYT por la beca otorgada a Carlos Martínez Rodríguez (No. de becario 786607). Se agradece también a la Mta. María del Rosario Covarrubias por el apoyo técnico en cromatografía de líquidos.

REFERENCIAS

1. Pandey, N.; Maske, P.; Mote, C.; Dighe, V. *Food Chem. Toxicol.* **2021**, *157*, 112586. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fct.2021.112586>.
2. Almeida, D.; Barbosa, A. P.; Bento, J. M.; Oliveira, J. L. M. *Rev. Ambient. Água* **2013**, *8*, 133. DOI: <https://doi.org/10.4136/ambi-agua.1073>.
3. Gideon, J.; Mulligan, J.; Hui, C.; Cheng, S.-Y. *Heliyon* **2021**, *7*, e08010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e08010>.
4. González-Ortega, E.; Piñeyro-Nelson, A.; Gómez-Hernández, E.; Monterrubio-Vázquez, E.; Arleo, M.; Dávila-Velderrain, J.; Martínez-Debat, C.; Álvarez-Buylla, E. R. *Agroecol. Sustain. Food Syst.* **2017**, 1–16. DOI: <https://doi.org/10.1080/21683565.2017.1372841>.
5. Santos-Hernández, A. S.; Hinojosa-Reyes, L.; Sáenz-Tavera, I. del C.; Hernández-Ramírez, A.; Guzmán-Mar, J. L. *J. Mex. Chem. Soc.* **2018**, *62*. DOI: <https://doi.org/10.29356/jmcs.v62i2.475>.
6. Escobedo-Garrido, J. S.; Jaramillo-Villanueva, J. L. *Estud. Soc. Rev. Aliment. Contemp. y Desarro. Reg.* **2019**, *29*. DOI: <https://doi.org/10.24836/es.v29i53.627>.
7. COFEPRIS. Registro Sanitario de Plaguicidas y Nutrientes Vegetales. Acciones y Programas. Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios. <http://siipris03.cofepris.gob.mx/Resoluciones/Consultas/ConWebRegPlaguicida.asp> (consultado 2022-09-23).

CISQM-AP-PO05

Aplicación de nanopartículas de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ en la determinación de acrilamida en frituras mediante espectroscopia de fluorescencia

Raybel Muñoz Ramírez, Eva María Santos López, Alfredo Guevara Lara, José Antonio Rodríguez
Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Área Académica de Química, Carretera Pachuca-Tulancingo Km 4.5, Pachuca, Hidalgo, C. P., 42184, Tel: +52 (771) 7175200, ext. 2202.
josear@uaeh.edu.mx

RESUMEN

Las nanopartículas de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ son una alternativa en el diseño de estrategias de análisis empleando espectroscopia de fluorescencia, es por ello que el presente trabajo propone dos técnicas analíticas basadas en el concepto de transferencia de electrón fotoinducida: (1) abatimiento de la señal de fluorescencia debido al recubrimiento de poliacrilamida y (2) el uso de 2-tionaftol para abatir la señal de fluorescencia de las nanopartículas seguido de una recuperación de la señal analítica tras la adición de acrilamida. Ambas metodologías presentan límites de detección adecuados (15.6 y $4.8 \mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente) encontrándose mejores parámetros analíticos cuando se emplea 2-tionaftol. Ambas metodologías fueron empleadas para la detección de acrilamida en frituras obteniéndose que el sistema de PET reversible (2-tionaftol) es exacto y por lo tanto viable para su aplicación en muestras reales.

INTRODUCCIÓN

La acrilamida (AA) es una molécula orgánica producida durante los procesos de fritura y horneado de diversos productos alimenticios, como: papas fritas, galletas, café tostado, productos de panadería, entre otros. La presencia de acrilamida se atribuye a la reacción de Maillard, que involucra una serie de reacciones promovidas cuando la temperatura es ≥ 120 C. [1] Los precursores iniciales de la reacción de Maillard son un azúcar reductor (glucosa o fructosa) y un aminoácido (principalmente asparagina). En la primera etapa, el azúcar y el aminoácido se condensan para formar N-glucósidos, los cuales se isomerizan para formar productos de Amadori. En las etapas finales de la reacción, los productos de Amadori se degradan de acuerdo a las condiciones fisicoquímicas del alimento (pH, temperatura actividad de agua, etc.) en reacciones de enolización, condensación, descarboxilación produciendo furfural, melanoidinas y acrilamida, respectivamente.[1] La AA es potencialmente carcinogénico en humanos, el Centro Internacional de Investigaciones sobre el Cáncer la clasifica en el grupo 2A. Aunque la presencia de AA es ubicua en los productos mencionados, no existen regulaciones oficiales con límites máximos permisibles. En 2017 la comisión europea estableció valores de referencia para diversos productos alimenticios como: papas fritas ($500 \mu\text{g kg}^{-1}$), pan de trigo ($50 \mu\text{g kg}^{-1}$), café tostado ($400 \mu\text{g kg}^{-1}$), entre otros. La determinación de acrilamida en alimentos se lleva a cabo por cromatografía de líquidos de alta resolución, sin embargo, debido a la falta de un grupo cromóforo en su estructura se necesita una previa derivatización para su detección por UV-Vis o fluorescencia. [1]

Una alternativa es el uso de nanopartículas de materiales semiconductores, las cuales presentan propiedades fisicoquímicas únicas como fluorescencia, altos coeficientes de extinción molar y elevada área superficial.

Generalmente son compuestos binarios sintetizados a partir de un metal como Cd o Pb y un calcógeno (Te, Se, S, etc) dando lugar a diferentes nanopartículas como CdTe, CdSe, PbS, CdS, etc. A partir de estas nanopartículas se han desarrollado numerosas metodologías con parámetros analíticos apropiados para analitos orgánicos e inorgánicos en diferentes tipos de matrices (farmacéuticas, alimentos, biológicos y ambientales), sin embargo, estos materiales presentan alta toxicidad. En los últimos 10 años se ha propuesto nanopartículas ternarias como AgInS_2 , CuInS_2 y AgInSe_2 que presentan características espectroscópicas similares a sus análogos binarios. Con el objetivo

de incrementar sus propiedades fotoluminiscentes y estabilidad se han empleado corazas (ZnS) y agentes estabilizantes (ácido 3-mercaptopropiónico, cisteína, glutatona). [2]

La determinación de acrilamida en papas fritas empleando QDs, ha sido descrita previamente bajo diferentes esquemas basados principalmente en el abatimiento (transferencia electrón fotoinducida o PET), incremento o recuperación de la señal de fluorescencia nanopartículas de CdSe/ZnS y CdTe. El presente trabajo, propone el uso de nanopartículas de AgInS₂/ZnS en la determinación de AA en muestras de frituras.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Síntesis y caracterización de nanopartículas de AgInS₂/ZnS

Los nanopartículas tipo núcleo/coraza de AgInS₂/ZnS fueron sintetizados de acuerdo al siguiente protocolo: 0.90 mL de In(NO₃)₃ 0.2 M se mezclan con 0.58 mL de AgNO₃ 0.06 M y 95 µL de 3-MPA concentrado en 20 mL de agua desionizada, el pH de la solución se ajusta a 9.0 con NaOH 0.1 M y se adicionan 0.90 mL de Na₂S 8.0 mM resultando en una solución color marrón. La solución se coloca en un reactor autoclave con calentamiento a 120 °C y presión de 2 atm por 20 minutos para obtener el núcleo de AgInS₂. La coraza de las nanopartículas se obtiene adicionando 0.18 mL de Zn(NO₃)₂ 0.2 M a la solución de AgInS₂, la mezcla se afora a 25 mL y se coloca en el autoclave a 120 °C por 10 minutos. [3] Los espectros de absorción y de emisión de las nanopartículas de AgInS₂/ZnS se obtienen a partir de una muestra diluida en agua (1:40). El espectro de absorción se obtiene en un espectrofotómetro Perkin Elmer Lambda 40 en un intervalo de 400 a 1000 nm, empleando una celda de cuarzo de 1.0 cm de paso óptico. El espectro de emisión se obtiene en un espectrofluorímetro Perkin Elmer LS 55 en el intervalo de 400 a 650 nm empleando una longitud de excitación de 350 nm y una celda de cuarzo de 1.0 cm de paso óptico.

Análisis de acrilamida

En el presente trabajo se proponen dos estrategias de análisis, la primera se basa en el abatimiento de la fluorescencia de nanopartículas por redes poliméricas. 30 µL de la dispersión de AgInS₂/ZnS se mezclan con acrilamida (10 -60 µg L⁻¹) y se diluyen en agua en un volumen final de 10 mL, las soluciones son irradiadas por luz UV de 365 nm por 30 minutos y se obtienen los espectros de emisión en un intervalo de 400 a 650 nm empleando una longitud de excitación de 350 nm. La segunda estrategia se basa en el cambio espectroscópico de las nanopartículas de AgInS₂/ZnS tras la inducción de una adición de Michael. Inicialmente se evalúa el efecto del 2-tionaftol sobre la señal de AgInS₂/ZnS, para ello 30 µL de la dispersión se mezclan con 2-tionaftol (0-30 µM) en un volumen final de 10 mL y se obtienen los espectros de emisión. La detección de AA se lleva a cabo mezclando 30 µL de AgInS₂/ZnS con 30 µL de 2-tionaftol (6 mM), seguido de la adición de acrilamida a diferentes concentraciones (5 a 30 µg L⁻¹) y aforando a 10 mL. [6] muestras de papas fritas y 4 muestras de frituras de trigo fueron seleccionadas para analizar su contenido de acrilamida empleando las metodologías desarrolladas. Para ello se pesan de 0.3 a 1.0 g de fritura triturada y se colocan en tubos de centrifuga de 15 mL, se adicionan 10 mL de agua y se agitan mecánicamente por 10 minutos, posteriormente se centrifugan a 2500 rpm por 15 minutos. La fase acuosa se coloca en un tubo de centrifuga de 15 mL y se adicionan 5 mL de hexano para eliminar las grasas. La fase acuosa se filtra a través de membranas de 0.45 µm, 1-2 mL del extracto acuoso se mezcla con AgInS₂/ZnS (30 µL) y AgInS₂/ZnS-2-tionaftol (30 µL-30 µL) y se afora 10 mL. Los espectros de emisión de las mezclas se obtienen bajo las condiciones descritas previamente.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Caracterización de nanopartículas de AgInS₂/ZnS

Los espectros UV-Vis y de emisión de las nanopartículas de AgInS₂/ZnS se muestran en la Fig. 1. En el espectro UV-Vis (a) se observa una región de absorción amplia sin mostrar un pico de emisión máximo, incrementando la

señal de absorbancia conforme la longitud de onda disminuye, este comportamiento es característico de nanopartículas ternarias. El band gap óptico (E_g) de los empleando el diagrama de Tauc obteniéndose un valor de 2.7 eV, clasificándolo como material semiconductor. El espectro de emisión (Fig. 1(b)) presentan un pico máximo de emisión a 550 nm y una anchura a media altura de 100 nm, la cual es mayor en comparación a los compuestos binarios. El rendimiento cuántico fue calculado al comparar las diluciones de las nanopartículas con un estándar de fluoresceína considerando un 93 % de rendimiento en el estándar, obteniéndose un valor de 24.4 %, siendo menor en comparación a sus análogos binarios, sin embargo, permite la obtención de una adecuada sensibilidad.[4]

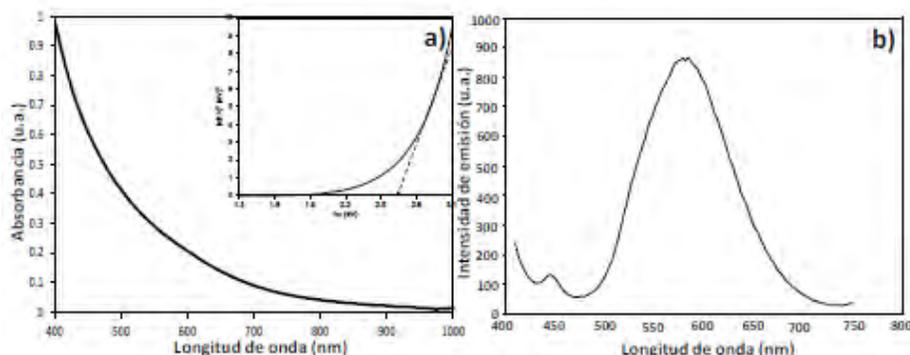


Fig. 1. Espectro UV-Vis/diagrama de Tauc (a), y espectro de emisión de nanopartículas de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ (b)

Análisis de acrilamida

En el primer sistema evaluado que comprende $\text{AgInS}_2/\text{ZnS-AA}$ e irradiación UV, se observa el abatimiento (Fig. 2) de la señal de emisión a los 550 nm tras la adición de diferentes concentraciones de acrilamida ($20 - 60 \mu\text{g L}^{-1}$) esto se debe a la formación de una red de poli(acrilamida) sobre $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ tras incidir luz UV, promoviendo una transferencia de electrón fotoinducida. Este efecto se ha descrito previamente para diferentes polímeros como el polimetacrilato de metilo el cual abate la señal de emisión de las nanopartículas de CdSe . [5]

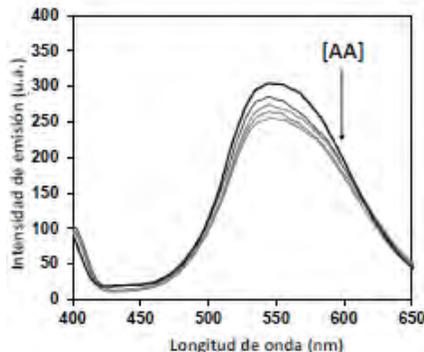


Fig. 2. Espectros de emisión de nanopartículas de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ y AA ($20 - 60 \mu\text{g L}^{-1}$).

La segunda metodología propuesta consta de dos etapas: 1) el abatimiento de la señal de emisión de las nanopartículas debido a la adición de un compuesto que presenta un grupo tiol y 2) la adición de AA para promover la adición de Michael entre grupo tiol y el carbonilo a α - β -insaturado, resultando en un cambio espectroscópico. En este sentido el grupo tiol presente en el 2-tionaftol reacciona con la acrilamida en un sistema con nanopartículas de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$. El 2-tionaftol es evaluado a diferentes concentraciones ($10 - 30 \mu\text{M}$), en la Fig. 3(a) se presentan los espectros de emisión de los sistemas de nanopartículas-2-tionaftol, se observa que la señal de fluorescencia a

550 nm de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ se abate en presencia de 2-tionaftol atribuido a un mecanismo de transferencia de electrones fotoinducida. Para la determinación de acrilamida se emplea la el 2-tionaftol $30 \mu\text{M}$, a esta concentración se observa el abatimiento de la señal sin la superposición o interferencia de la señal a 450 nm del 2-tionaftol. [5] Una vez seleccionada la concentración apropiada de 2-tionaftol, se adicionan diferentes concentraciones de AA, y los cambios espectroscópicos fueron registrados. En la Fig. 3(b) se observa la recuperación de la señal de emisión a los 550 nm tras la adición de AA, este comportamiento espectroscópico se explica dado que el proceso de transferencia de electrón es un fenómeno reversible. El 2-tionaftol (nucleófilo) reacciona con la acrilamida (electrófilo) en una adición de Michael obteniéndose, 3- (2-tionaftil) -1-propanamida este compuesto no participa en el proceso PET por lo que la señal abatida por el 2-tionaftol se recupera. Este proceso se ha descrito previamente en nanopartículas de CuInS_2 , en el cual la señal de emisión de las nanopartículas se abate con Cu^{2+} y tras la adición de biotioles, se forma un complejo Cu(II) -biotioles, este complejo no participa en el proceso PET lo que da como resultado la recuperación de la señal original de emisión. [5]

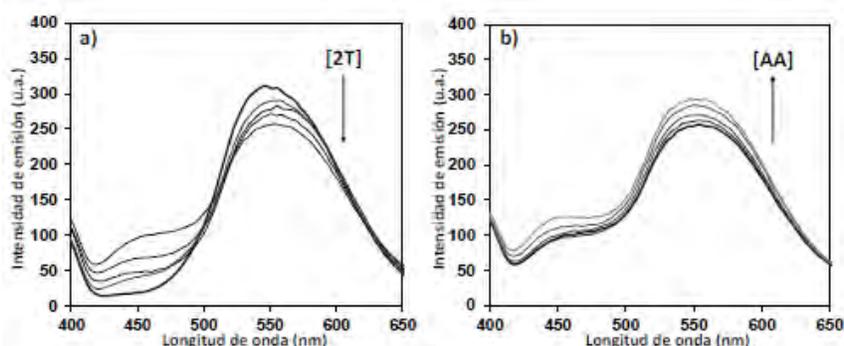


Fig. 3. Espectros de emisión de nanopartículas de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ en presencia de 2-tionaftol (0-30 μM)(a). Espectros de emisión de nanopartículas de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ -2-Tionaftol y acrilamida (5-30 $\mu\text{g L}^{-1}$) (b).

Validación de la metodología

En condiciones óptimas se analizaron diferentes concentraciones de acrilamida (5-60 $\mu\text{g L}^{-1}$) empleando ambos sistemas ($\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ y $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ -2-tionaftol). Las curvas de calibrado fueron desarrolladas graficando la señal de emisión abatida en sistemas $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ -AA o la señal recuperada en sistemas $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ -2-tionaftol-AA a los 550 nm contra la concentración de AA.

Los parámetros de la regresión obtenidos del análisis de AA se muestran en la Tabla 1. El sistema que comprende de $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ y AA (en forma de poliacrilamida) presenta un intervalo lineal de 15-60 $\mu\text{g L}^{-1}$ (318.0 $\mu\text{g kg}^{-1}$) mientras que el sistema $\text{AgInS}_2/\text{ZnS}$ -2-tionaftol-AA presenta una reducción en el intervalo lineal 4.8 - 30 $\mu\text{g L}^{-1}$ (101.8 $\mu\text{g kg}^{-1}$). Los límites de detección alcanzados son útiles en la determinación de AA en productos fritos, donde la concentración se encuentra en el intervalo de 100 a 2200 $\mu\text{g kg}^{-1}$. [6] La precisión intermedia de las metodologías se determina en términos de repetibilidad y reproducibilidad y se expresa en desviación estándar relativa (%DER) de tres determinaciones realizadas el mismo día y tres días diferentes respectivamente. Para ello se emplean soluciones estándar de AA 20 y 25 $\mu\text{g L}^{-1}$ en las metodologías desarrolladas. El %DER obtenido de repetibilidad y reproducibilidad fue menor al 5 % para todas las soluciones estándar indicativo de una precisión adecuada.

Tabla 1. Parámetros de la regresión obtenidos a partir de la curva de calibrado.

Parámetro	Abatimiento de fluorescencia	Recuperación de fluorescencia
Ordenada al origen (AU)	1.7 ± 6.2	0.6 ± 4.4
Sensibilidad, (AU L µg ⁻¹)	0.9 ± 0.1	2.1 ± 0.2
Intervalo lineal (µg L ⁻¹)	15.6 – 60.0	4.8 – 30.0
Límite de detección (µg L ⁻¹)	5.2	1.6
Límite de cuantificación (µg L ⁻¹)	15.6	4.8
Repetibilidad (%RSD, n=3, 20.0 µg L ⁻¹)	3.1	2.9
(%RSD, n=3, 25.0 µg L ⁻¹)	1.7	1.9
Reproducibilidad (%RSD, n=3, 20.0 µg L ⁻¹)	4.9	2.2
(%RSD, n=3, 25.0 µg L ⁻¹)	4.6	3.8

La selectividad de las metodologías fue evaluada añadiendo el potencial interferente al 1 % en los sistemas con acrilamida 25 µg L⁻¹. Los interferentes seleccionados son los principales carbohidratos contenidos en papas y productos de trigo (almidón y sacarosa), los azúcares reductores (fructosa y glucosa) y colorantes adicionados en el proceso de elaboración (tartrazina, rojo allura y amarillo ocaso). Los resultados muestran que las moléculas evaluadas no muestran interferencia cuando se emplean la metodología que emplea 2-tionaftol, sin embargo, los resultados muestran un efecto de abatimiento por parte del almidón (7 %). [6]

Ambos sistemas presentan parámetros analíticos adecuados y fueron empleado para determinar AA en frituras. La concentración de AA en las muestras se determina por interpolación en la curva de calibrado y los resultados se expresan en µg kg⁻¹. La concentración de AA obtenida por cada metodología se compara con los resultados obtenidos empleando cromatografía de líquidos con detección por fluorescencia. Empleando una prueba t para muestras emparejadas, se deduce que existen diferencias significativas entre los resultados obtenidos por la metodología de abatimiento debido a la interferencia del almidón presente en las muestras, lo que da como resultado una sobreestimación de AA. Por otra parte, no existe diferencia significativa entre los resultados con la metodología basada en la recuperación de la señal de emisión donde la recuperación no se ve afectado por los componentes de la muestra. El contenido de AA determinado está en el intervalo de 329 a 1613 µg kg⁻¹, valores consistentes con los descritos en la literatura para este tipo de muestras. [6]

CONCLUSIONES

Se desarrollaron dos metodologías para determinar AA empleando nanopartículas de AgInS₂/ZnS. En la primera se induce la formación de poliacrilamida por luz UV abatiendo la señal de fluorescencia, este efecto se atribuye a un proceso PET. La segunda metodología se basa en un proceso de abatimiento de la señal analítica por 2-tionaftol y su recuperación tras la adición de AA debido a una adición de Michael. A pesar de que ambas metodologías presentan parámetros analíticos y de precisión adecuados, la metodología basada en la recuperación de fluorescencia es la que cumple con la exactitud, por lo que permite su uso para la cuantificación de AA en productos fritos de papa y trigo.

REFERENCIAS

1. Cantrell, M. S.; McDougal, O.M. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* **2021**, *20*, 2176.
2. Muñoz R.; Santos E. M.; Galan-Vidal, C. A.; Miranda, J. M.; Lopez-Santamarina, A.; Rodriguez, J. A. *Moleculas.* **2021**, *26*, 2764.

3. Soares, J. X.; Wegener, K. D.; Ribeiro, D. S., Melo, A.; Hausler, I.; Santos, J. L.; Resch-Genger, U. *Nano Res.* **2020**, *13*, 2438.
4. Gromova, Y.; Sokolova, A.; Kurshanov, D.; Korkasov, I.; Osipova, V.; Cherevkov, S.; Fedorov, A. *Materials.* **2019**, *12*, 3616.
5. Mojska, H. in: *Acrylamide in foods: analysis, content and potential health effects*, Vol. 1, Gökmen, V.. Ed., Academic Press, London, **2015**, 39.59.
6. Muñoz, R.; Santos, E. M.; Guevara-Lara, A.; Vazquez-Garcia, R. A.; Islas-Rodriguez, N.; Rodriguez, J. A. *Anal. Methods* **2022**, *14*, 1797.

CISQM-AP-PO08

Síntesis de pirrolizinas por cicloadición dipolar-1,3 intramolecular de nitronas a partir de *N*-alenilpirroles

Carlos H. Escalante,¹ Miguel A. Caracas,¹ José Carlos Espinoza-Hicks,² Francisco Delgado¹, Joaquín Tamariz^{1*}

¹Departamento de Química Orgánica, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Instituto Politécnico Nacional, Prol. Carpio y Plan de Ayala S/N, 11340 Cd. de México.

²Departamento de Química Orgánica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Chihuahua, Circuito Universitario S/N, 31125 Chihuahua, Chih.

escalantecah@gmail.com; jtamarizm@gmail.com

RESUMEN

Se describe la síntesis con elevada diastereoselectividad *endo* de pirrolizinas tricíclicas funcionalizadas mediante la cicloadición 1,3-dipolar intramolecular entre un *N*-alenil-2-vinilpirrol y diversas *N*-hidroxilbencilaminas. La apertura de estos aductos generó pirrolizinas funcionalizadas de interés biológico.

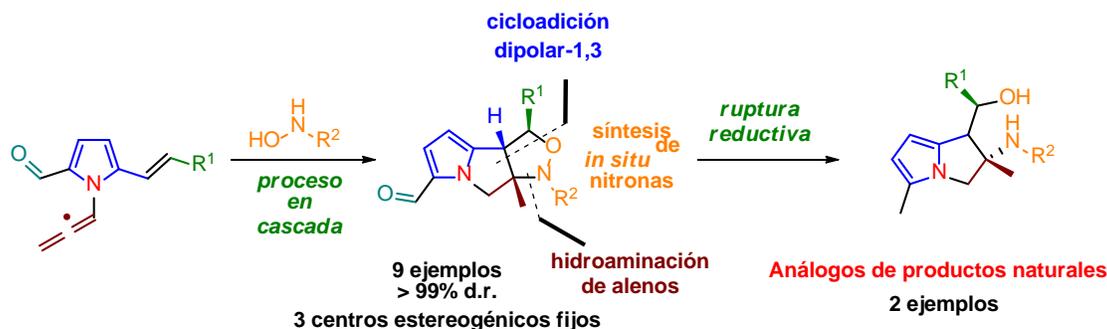


Fig. 1. Esquema general sintético.

INTRODUCCIÓN

Los alcaloides son reconocidos ampliamente como productos naturales con elevada actividad terapéutica, siendo por lo tanto el objetivo sintético de incontables estudios [1]. Moléculas como la Alexina (1), Hiacintacina A₇ (2) y Pochocinina (3) son pirrolizidinas polihidroxiladas que han mostrado actividad inhibitoria de glicosidasas, antimicrobiana y anticancerígena [2]. Por su parte, las pirrolizinas son derivados insaturados de este grupo y donde resaltan moléculas como el Ketorolaco (4) [3], que a su vez ha sido la base para el desarrollo de análogos como la Licofelona (5), que presenta actividad antiinflamatoria [4].

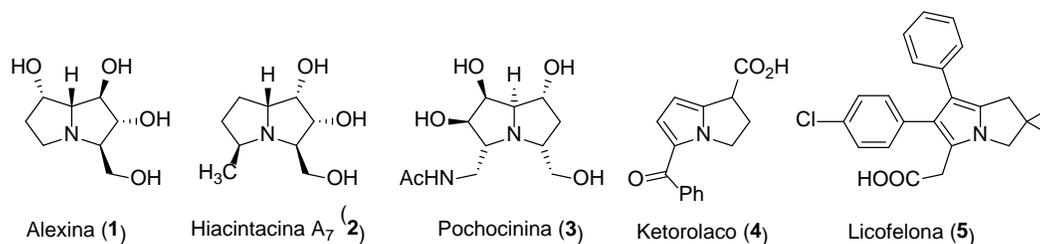


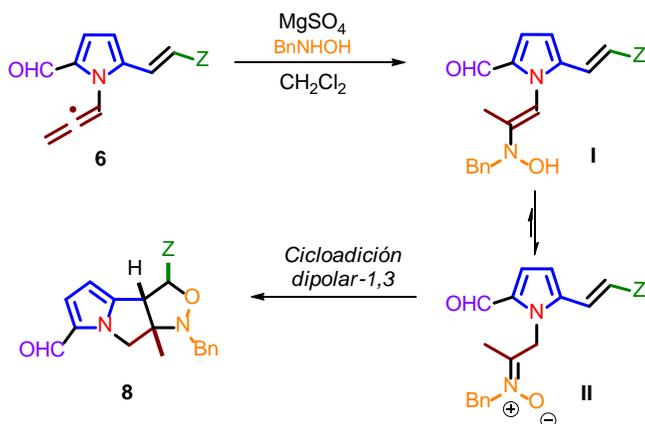
Fig. 2. Pirrolizidinas y pirrolizinas con actividad biológica.

El presente proyecto evalúa la reacción de diversos *N*-alenil-2-vinilpirrol y *N*-bencilhidroxilaminas en una reacción de cicloadición 1,3-dipolar, promovida por la formación *in situ* de una nitrona y conduciendo a novedosas pirrolizinas funcionalizadas con elevada diastereoselectividad *endo* en el proceso. Asimismo, estos compuestos representan bloques de construcción muy atractivos para la preparación de análogos de productos naturales como los antes mencionados y con potencial actividad farmacológica similar a éstos.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

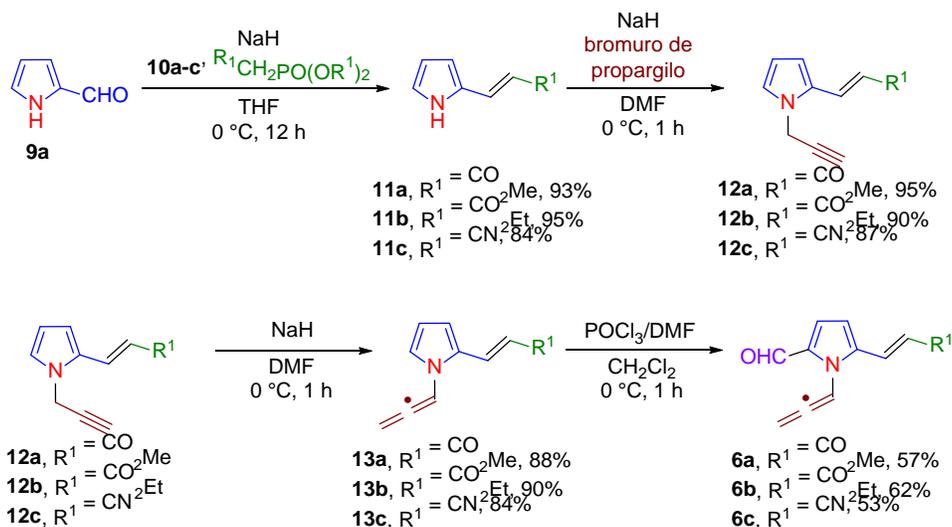
La síntesis de *N*-alenilpirroles es conocida en la literatura. [5] Asimismo, dentro del grupo se han realizado algunos experimentos que involucran estos compuestos en ciclaciones con diversos nucleófilos.⁶ Aquí se describe la reacción de *N*-alenilpirroles (**6**) y *N*-bencilhidroxilaminas (**7**), empleando MgSO₄ como base y diclorometano (DCM) como disolvente.

El mecanismo de reacción propuesto inicia con la adición de una molécula de *N*-bencilhidroxilamina (**7**) al carbono interno del aleno por parte del nitrógeno para promover la formación de la especie **I**, que mediante una isomerización conduce a la formación de la nitrona **II**, reacción reportada en presencia de alenos [7]. Subsecuentemente, a través de una cicloadición dipolar-1,3 llevaría a la pirrolizina **8** (Esquema 1). Esta última etapa es factible debido a la bien conocida reactividad de nitronas para realizar cicloadiciones dipolares-1,3 diversas [8].



Esquema 1. Mecanismo de reacción propuesto.

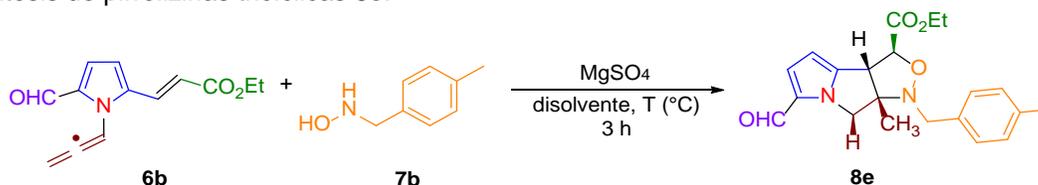
Se propuso la preparación de los 2-vinilpirroles **11a-c** con grupos electroattractores con excelentes rendimientos, mediante reacciones de condensación entre el 2-formilpirrol y fosfonatos **10a-c**. Posteriormente, se realizó la *N*-alquilación de éstos con bromuro de propargilo para obtener la serie correspondiente **12a-c** (Esquema 2). Estos compuestos se sometieron a condiciones de isomerización con NaH para obtener la serie de alenos **13a-c** con buenos rendimientos. Enseguida, se realizó la reacción de formilación de Vilsmeier-Haack en C-5 del anillo de pirrol y obtener los pirroles **6a-c**.



Esquema 2. Síntesis de *N*-alenylopirroles formilados **6a-c**.

Posteriormente, se evaluaron condiciones adecuadas para obtener la serie de pirrolizinas tricíclicas **8**. Se hicieron reaccionar el *N*-alenylopirrol **6b** con la *N*-bencilhidroxilamina (**7b**) en condiciones alcalinas con MgSO₄, evaluando diclorometano (DCM) y acetonitrilo (ACN) como disolventes a 30, 50 y 80 °C (Tabla 1). Se observó que al emplear diclorometano a 30 °C por 3 h se obtenía la pirrolizina **8e** con la mejor diastereoselectividad *endo* y el más alto rendimiento.

Tabla 1. Síntesis de pirrolizinas tricíclicas **8e**.



Ensayo ^a	Disolvente	T (°C)	8e (dr) ^b (%) ^c
1	DCM	80	8e (79:21) (58)
2	ACN	80	8e (78:22) (61)
3	DCM	50	8e (88:12) (61)
4	DCM	30	8e (99:1) (65)

^a**6b** (1.0 eq. mol), **7b** (1.3 eq. mol), MgSO₄ (4.0 eq).

^bProporción de cicloproductos *endo/exo* calculada por ¹H-RMN.

^cRendimiento calculado tras purificación por columna cromatográfica.

Estas condiciones fueron evaluadas con los *N*-alenylopirroles **6a-c** y las *N*-hidroxilbencilaminas **7a-c** en condiciones similares, para conducir eficientemente a la serie de pirrolizinas tricíclicas **8a-i** (Tabla 2). Se puede observar una diastereoselectividad *endo* excelente, aislando únicamente el cicloadducto *endo* correspondiente y logrando buenos rendimientos en todos los casos.

Tabla 2. Síntesis de las pirrolizinas tricíclicas **8a-i**.



Ensayo ^a	6	R ¹	7	R ²	8 (dr) ^b (%) ^c
1	6a	CO ₂ Me	7b	H	8a (99:1) (64)
2	6a	CO ₂ Me	7b	Me	8b (99:1) (67)
3	6a	CO ₂ Me	7b	Cl	8c (99:1) (63)
4	6b	CO ₂ Et	7b	H	8d (99:1) (72)
5	6b	CO ₂ Et	7b	Me	8e (99:1) (65)
6	6b	CO ₂ Et	7b	Cl	8f (99:1) (63)
7	6c	CN	7b	H	8g (99:1) (47)
8	6c	CN	7b	Me	8h (99:1) (48)
9	6c	CN	7b	Cl	8i (99:1) (45)

^a6 (1.0 eq. mol), 7 (1.3 eq. mol), MgSO₄ (4.0 eq).

^bProporción de cicloadductos *endo/exo* calculada por ¹H-RMN.

^cRendimiento calculado tras purificación por columna cromatográfica.

La confirmación de la estereoquímica *endo* fue confirmada por experimentos gNOESY 1D al compuesto **8d** (Fig.3(a)) y difracción de rayos X (DRX) de monocristal del compuesto **8b** (Fig. 3(b)).

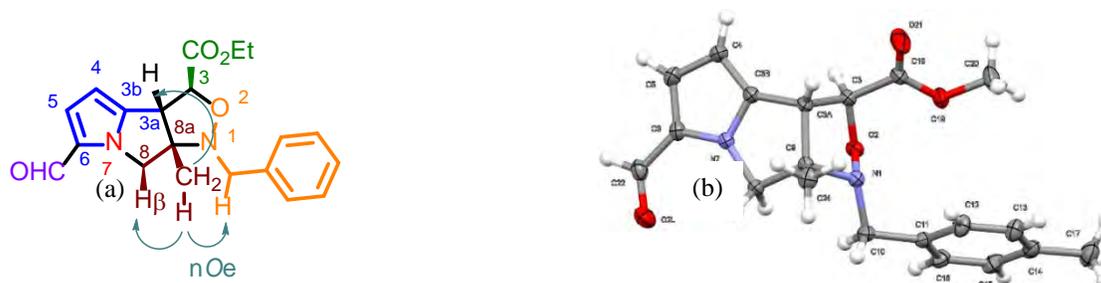
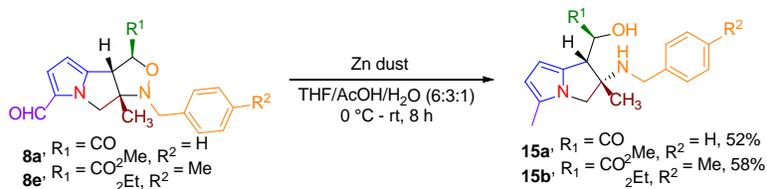


Fig. 3. (a) Correlaciones observadas por gNOESY 1D selectivo (600 MHz, CDCl₃) de **8d**. **(b)** Estructura de **8b** determinada por DRX de monocristal (elipsoides al 30 % de probabilidad).

Finalmente, estos compuestos han sido evaluados en reacciones que conduzcan a derivados análogos a productos naturales con funcionalidad similar a las pirrolizinas naturales (Fig. 1). De este modo, se realizó la apertura del anillo de isoxazolidina bajo condiciones reductoras en medio ácido (Esquema 4), conduciendo a las pirrolizinas **15a-b** en rendimientos moderados.



Esquema 3. Apertura del anillo de isoxazolidina bajo condiciones reductoras en medio ácido.

CONCLUSIONES

Se evaluó satisfactoriamente la reacción de ciclación intramolecular de los *N*-alenilpirroles **6** con las *N*-hidroxilbencilaminas **7**, para conducir a las pirrolizinas tricíclicas **8** con diastereoselectividad *endo* elevada. Además, se funcionalizaron estos compuestos para llegar a análogos de productos naturales, mismos que pueden tener importante aplicación en química medicinal.

BIBLIOGRAFÍA

1. Gouda, A. M.; Abdelazeem, A. H. *Eur. J. Med. Chem.* **2016**, *114*, 257-292.
2. Tamariz, J.; Burgueño, E.; Vázquez, M. A.; Delgado, F. PyrrolizidineAlkaloids. In *The Alkaloids*, Knölker, H.-J., Ed. Academic Press-Elsevier: Cambridge, MA, **2018**; Vol. 80, pp. 1–331.
3. Motov, S.; Fassassi, C.; Drapkin, J.; Butt, M.; Hossain, R.; Likourezos, A.; Monfort, R.; Brady, J.; Rothberger, N.; Mann, S. S.; Flom, P.; Gulati, V.; Marshall, J. *Am. J. Emerg. Med.* **2020**, *38*, 165-172.
4. Madrigal, D. A.; Escalante, C. H.; Gutiérrez-Rebolledo, G. A.; Cristobal-Luna, J. M.; Gómez-García, O.; Hernández-Benitez, R. I.; Esquivel-Campos, A. L.; Pérez-Gutiérrez, S.; Chamorro-Cevallos, G. A.; Delgado, F.; Tamariz, J. *Bioorg. Med. Chem.* **2019**, *27*, 115053.
5. Menges, N.; Sari, O.; Abdullayev, Y.; Erdem, S. S.; Balci, M. *J. Org. Chem.* **2013**, *78*, 5184–5195.
6. Escalante, C. H.; Carmona-Hernández, F. A.; Hernández-López, A.; Martínez-Mora, E. I.; Delgado, F.; Tamariz, J. *Org. Biomol. Chem.* **2022**, *20*, 396-409.
7. Moran, J.; Pfeiffer, J. Y.; Gorelsky, S. I.; Beauchemin, M. *Org. Lett.* **2009**, *11*, 1895-1898.
8. Anderson, L. L. *Asian J. Org. Chem.* **2016**, *5*, 9–30.

CISQM-AP-QF02

Chemical multiverses: A novel view of the chemical space

José L. Medina-Franco¹ Ana L. Chávez-Hernández¹ Edgar López-López^{1,2} Fernanda I. Saldivar-González¹

¹DIFACQUIM Research Group, Department of Pharmacy, School of Chemistry, National Autonomous University of Mexico, Mexico City 04510, Mexico.

²Department of Pharmacology, Center for Research and Advanced Studies of the National Polytechnic Institute (CINVESTAV), Mexico City 07360, Mexico.

medinajl@unam.mx

ABSTRACT

Technological advances and applications of the chemical space concept in drug discovery, natural product research, and other research areas have attracted the scientific community's attention. The ultra-large chemical spaces are associated with the increase in the number of compounds that can potentially be made and the increasing numbers of descriptors that are emerging that encode the molecular structure and/or property aspects of the molecules. Due to the continued evolution of compound libraries, herein, we review definitions for chemical space and emphasize the convenience to use complementary descriptors to obtain a comprehensive view of the chemical space of compound libraries. In this context we discuss the new concept *chemical multiverse* to refer to the analysis of compound data sets through several chemical spaces, each defined by a different set of descriptors.

INTRODUCTION

The concept of "chemical universe," or "chemical space," is associated with a set of all possible molecules described by a multi-dimensional space that represents their functional and structural properties and the relationship of the molecules to each other. [1] Although the type of molecules could be any, the chemical space has been typically studied quantitatively and qualitatively with small organic compounds. In theory, the multi-dimensional space can be formed by two (or even one) dimensions, e.g., a single or two descriptors that encode a specific set of structural or functional properties. However, depending on the project's goals, the dimensions are typically more than three. Eventually, it could contain hundreds or a few thousands of descriptors. Many descriptors demand the implementation of dimensionality-reduction techniques to generate 2D or 3D visual representations of the multi-dimensional descriptor space. Reduction methods such as t-distributed stochastic neighbor embedding (t-SNE), principal component analysis (PCA), self-organized maps (SOMs), generative topographic mapping (GTM), and chemical space networks currently are the most frequently used, but there are others. Visual representation of the chemical space has been the focus of several research projects.

For several decades, the chemical space concept has been of interest in several areas of chemistry. With the rapid advances in machine learning and de novo design and the number of chemical compounds that exist or could be made, the community has a significant interest in enumerating large- and ultra-large chemical libraries containing billions of chemical structures. Hence, there is an increased interest in studying the huge chemical libraries under the chemical space concept. For example, systematic and consistent description with novel and existing chemical descriptors, visual representation of the chemical space of libraries with millions of compounds, and other analyses that can be done based on the multi-dimensional chemical space (examples of the latter are diversity analysis, similarity-based virtual screening, property, and biological activity prediction).

Herein, we review definitions proposed in the literature for chemical space, emphasizing the approaches to generate a consensus view of the chemical space. Building upon the developments of others and our group on chemical space, we also propose the term *chemical multiverse* highlighting the convenience of employing multiple descriptors for a comprehensive assessment of the chemical space.

Definitions of chemical space

There are several definitions of chemical space proposed in the literature. Table 1 summarizes examples. [2]

Table 1. Examples of definitions of chemical space concepts, as proposed in the literature.^a

Author(s)	Chemical space definitions
Dobson	"All possible small organic molecules, including those present in biological systems".
Lipinski and Hopkins	"Chemical space can be viewed as being analogous to cosmological universe in its vastness, with chemical compounds populating space instead of stars".
Reymond, et al.	"Ensemble of all known and possible molecules described by their chemical properties".
Varnek and Baskin	"The ensemble of graphs or descriptor vectors forms a chemical space in which some relations between the objects must be defined".
von Lilienfeld, et al.	"The combinatorial set of all compounds that can be isolated and constructed from possible combinations and configurations of N_1 atoms and N_e electrons in real space".
Virshup et al.	"An M-dimensional cartesian space in which compounds are located by a set of M physicochemical and/or chemoinformatic descriptors".
Vogt	"Comprehensive collection of all possible small molecules under some reasonable restrictions considering size and composition".
Huang and Lilienfeld	"Chemical compound space is the set of all theoretically conceivable combinations of chemical elements and (meta-)stable geometries that make up matter".

Several definitions conceptualize the chemical space as a chemical descriptor vector space set by the numerical vector D encoding property or molecular structure aspects as elements of the descriptor vector D . [3] Based on this notion, Fig. 1 shows the chemical space concept like "M-multidimensional cartesian space," Rows represent the number of (n) molecules, and the columns (M) are the number of descriptors or features that encode each molecule. The length of descriptor sets corresponds to the number of dimensions defining the chemical space itself.

Chemical multiverse

The chemical space concept implies that a given set of n molecules represented with different descriptors would lead to distinct chemical universes. Varnek and Baskin have pointed out that "unlike real physical space, a chemical space is not unique: each ensemble of graphs and descriptors defines its own chemical space." [4] It also follows that molecules with very different chemical nature, for instance, organic small-molecules, e.g., lead- and drug-like; peptides; metal-containing compounds, macromolecules, biologics, etc., yield divergent chemical spaces, this be their own nature of the descriptors required to represent the compounds. In addition, the number and type of chemical and biological-related descriptors available from experimental data or computational calculations, e.g., quantum mechanics, are also increasing, yielding the chance to augment the number of possible valid chemical spaces.

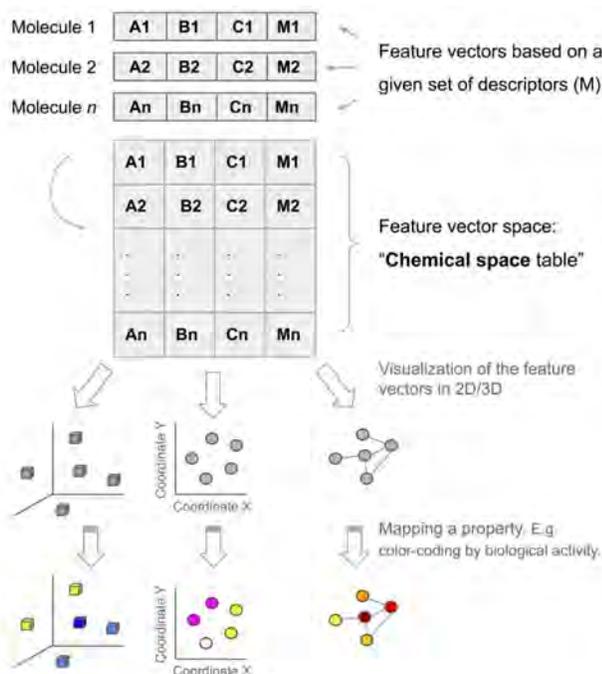


Fig. 1. Schematic view of the chemical space. Each molecule in the compound data set is represented by M descriptors that lead to a feature vector space. The group of n molecules represented with M descriptors form a “chemical space table” that can be represented using different visualization methods. Mapping a property (e.g., biological activity) to the “chemical space table” or the visual representation gives rise to a chemogenomic space that is the basis to do structure-property (activity) relationships.

In physics, Everett’s multiverse [5] is “a hypothetical collection of potentially diverse observable universes, each of which would comprise everything that is experimentally accessible by a connected community of observers.” In other words, the multiverse “is a hypothetical group of multiple universes,” and regions in the universe detached from one another exhibit distinct properties.

By rough analogy with the cosmic multiverse, here we introduce the term chemical multiverse as the group of numerical vectors that describe it differently from the same set of molecules. In other words, a chemical multiverse is a group of multiple chemical spaces, each one defined by a given set of descriptors. Furthermore, and maintaining the analogy with the cosmology megaverse, a “chemical megaverse” is the collection of chemical multiverses. This would be given by the several different sets of descriptors that can be used to define a chemical space (Fig. 1). As discussed earlier different chemical space representations lead to other spaces, and relationships between chemical compounds could be maintained or not.

The concept of the chemical multiverse is schematically shown in Fig. 2. Three grids encode different chemical spaces, each described by a different set of descriptors. For schematic and illustrative purposes, the green triangles encode a chemical multiverse defined by Lipinski’s “Rule-of-five” that displays favorable pharmacokinetic properties in terms of absorption and distribution. The orange cylinders represent a chemical space described by molecular fingerprints as Extended Connectivity Fingerprints (ECFP). The pink cubes encode the chemical space defined by constitutional descriptors like carbon, nitrogen, and oxygen atoms, ring counts, and bridgehead atoms. Of course, any other set of descriptors can be used. All three chemical spaces in Fig. 2 comprise the chemical multiverse of the data set with n atoms. Again, the chemical multiverse could be formed by more than three chemical spaces, depending on how many different sets of descriptors need to be used to meet the study’s goals.

The importance of the chemical multiverse concept relies on the fact that a comprehensive view of the chemical space of a data set should be given by several representations, as opposed to a single one. This is because a single set of descriptors is limited and does not capture all aspects of the chemical structures. The need to consider multiple

descriptors for chemoinformatics applications has been broadly recognized, for instance, in similarity searching and diversity analysis. A case in point are the consensus diversity plots that consider at least four types of molecular representation to gain a more comprehensive view of the “global” or total diversity of compound data sets in comparative studies. In these plots, types of representation such as scaffolds, structural fingerprints, physicochemical properties, and metrics associated with structural complexity have been employed. Table 2 summarizes recent studies of the chemical space using multiple structure representations for different aims. Albeit the concept of chemical multiverse as not been used before.

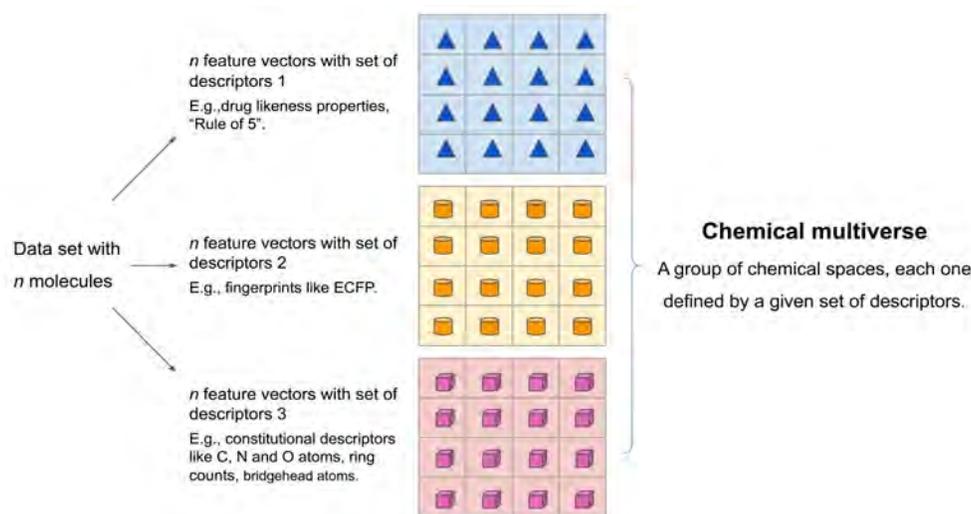


Fig. 2. Schematic and general representation of the concept of the chemical multiverse. The chemical multiverse of the same data set with n molecules would be composed of several (shown in figure three for illustrative purpose) alternative (“parallel”) chemical spaces, each one defined by a different set of descriptors. The geometric figures represent the encoding of the structures using different descriptors: e.g., drug-likeness properties (blue triangles), fingerprints (orange cylinders), and constitutional descriptors (such as ring counts, carbon, nitrogen, oxygen, and bridgehead atoms) (pink cubes). Depending on the study's goals, a chemical multiverse could contain as many chemical spaces as needed. Each chemical space (in the middle section: “chemical space tables”) could be subject to different 2D/3D visual representations of the chemical space.

Table 2. Examples of studies of chemical spaces of compound data sets using multiple representations. [6-8]

Study aims	Data sets and molecular representations and descriptors
Structure-activity relationships	2D representations of the chemical space combined with biological activity using 11 2D and 3D structural representations. The therein generated activity landscapes were used to identify consensus activity cliffs.
Diversity analysis	3D projections of PCA-based chemical spaces generated from a set of 2250 compounds obtained from nine datasets of 250 compounds each using four fingerprints (atom pairs, MACCS keys, TGD, and piDAPH4) and the Tanimoto coefficient. The visualizations of the chemical space were employed to analyze the diversity of the data sets.
Virtual screening	Eight universal GTMs each generated with different descriptor vectors (In Silico design and Data Analysis - ISIDA descriptors), each encoding distinct structural features, were employed as support for predictive classification landscapes.

Table 2. (Continued)

Study aims	Data sets and molecular representations and descriptors
Compound library design	Four PCA plots of molecular quantum number fingerprints to assess the quality of the training process in generative models.
Chemical space navigation	Visualization and navigation through the chemical space of natural products and natural products-like molecules considering chemotype distribution, physicochemical properties, biological activity, and commercial availability.
Diversity analysis and compound(s) selection	CLNs of 19 chemical libraries used in drug discovery and natural products research were generated using four fingerprints (MACCS keys, RDKit, and ECFP4), and the extended Tanimoto index. CLNs were used to compare the diversity of the data sets.
Diversity analysis	16 comparative ChEMBL vs. purchasable building blocks (PBB) landscapes using GTMs and ISIDA fragment descriptors. GTMs allowed the identification of the most represented and underrepresented classes of PBBs.

CONCLUSIONS

The continued increase in the number of compounds and descriptors encourages novel ways to interact with the chemical space beyond the traditional medicinally relevant chemical space built based on drug- or lead-like properties of the pharmaceutical interest and the conventional organic small-molecules. Herein, we introduce the term chemical multiverse as a group of chemical spaces, each one defined by a given set of descriptors. By its own nature, a chemical multiverse provides more information about a single chemical space defined by a specific molecular representation. In this review, we have shown that the use of multiple descriptors to study the chemical space has been implemented in several studies.

REFERENCES

1. Medina-Franco, J. L.; Martínez-Mayorga, K.; Giulianotti, M. A.; Houghten, R. A.; Pinilla, C. *Curr. Comput.-Aided Drug Des.* **2008**, *4*, 322.
2. Vogt, M. *Expert Opin. Drug Discov.* **2020**, *15*, 523.
3. Virshup, A. M.; Contreras-García, J.; Wipf, P.; Yang, W.; Beratan, D. N. *J. Am. Chem. Soc.* **2013**, *135*, 7296.
4. Varnek, A.; Baskin, I. *Mol. Inf.* **2011**, *30*, 20.
5. H. Everett, Hugh Everett Theory of the Universal Wavefunction, Thesis, Princeton University, **1957**.
6. Zabolotna, Y.; Volochnyuk, D. M.; Ryabukhin, S. V.; Horvath, D.; Gavrilenko, K. S.; Marcou, G.; Moroz, Y. S.; Oksiuta, O.; Varnek, A. *J. Chem. Inf. Model.* **2022**, *62*, 2171.
7. Saldívar-González, F. I.; Medina-Franco, J. L. *Expert Opin. Drug Discov.* **2022**. DOI: 10.1080/17460441.2022.2084608.
8. Medina-Franco, J. L.; Chávez-Hernández, A. L.; López-López, E.; Saldívar-González, F. I. Chemical Multiverse: An Expanded View of Chemical Space. *ChemRxiv* **2022**.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



**CARACTERIZACIÓN
ESTRUCTURAL. DEVELANDO
ESTRUCTURAS - DE**

CISQM-DE-CP04

Determination of the crystal structure of the new complex oxide $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$

Margarita Chávez Martínez¹, María Cecilia Salcedo Luna², Leonardo Hernández Martínez¹
María de la Luz Soto Téllez¹, Hermilo Goñi Cedeño¹, María del Rocío Cruz Colín¹

¹Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco, Área de Química, Av. San Pablo 180, Col. Reynosa
Tamaulipas, Ciudad de México, C. P. 02200, México.

²Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, USAI, Lab. Rayos-X de Polvos, Ciudad
Universitaria, Ciudad de México, C. P. 04510. México.

cmm@azc.uam.mx

ABSTRACT

In complex ceramic oxides, it is essential to determine the crystalline structure to know the atomic order and predict properties, mainly by conducting the lithium ion in the crystalline network. A new phase $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ was synthesized by chemical reactions in solid state, obtained at 1250°C/45 min. The reaction kinetics was followed by X-ray powder diffraction. The data obtained by Rietveld refinement for this monoclinic cell were: $a = 8.1944$, $b = 5.9778$, $c = 5.0360$; $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 96.587^\circ$; $\text{Vol.} = 246.7 \text{ cm}^3$, $M = 540.7 \text{ g/mol}$, $D_x = 2.2 \text{ g/cm}^3$, space group C2/c (No. 15), $R = 0.033$ for 32 reflections, Li-O bond lengths are 2.10(1) Å and 2.44 (15) Å; Zn, Zr-O are 2.11 (1) Å and 2.13(15) Å. $R_p = 3.84\%$, $R_{wp} = 4.56\%$, $R_i = 13.45\%$, $R_{exp} = 1.72\%$. Structure has a partially ordered rock salt structure related to the ordered structure of Li_2ZrO_3 .

INTRODUCTION

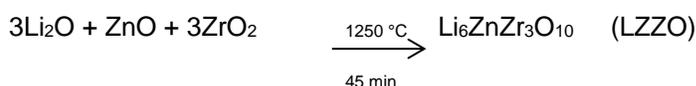
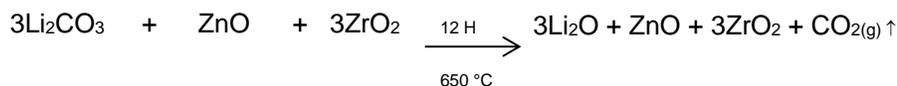
The Rietveld method is a refinement technique, that is, an initial model is needed to start the work. The model structure is generally obtained from single crystal methods. Rietveld's polycrystalline method does not supplant single crystal methods, it complements it. In the diffractometer of the single crystal the structure of a practically ideal crystal of a given phase is determined; while, with the polycrystalline technique specific characteristics of real samples that depart to a certain extent from the model structure are investigated. (Rietveld 1969; Thomson et al., 1996). There are several cases solved by Rietveld, from the sample almost equal to the ideal crystal to complicated structures that only have a basic skeleton common with the model. One of the most important cases obtained by this technique is the determination of the crystallographic structure of high temperature superconductors. In 1987, when the high-temperature superconducting ceramics $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ were discovered, a number of crystallographers in various laboratories immediately investigated the structure of the monocrystals they could obtain from this novel phase. In parallel, researchers in several polycrystalline neutron diffraction laboratories also tried to decipher the structure of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ through Rietveld's refinement (Salinas et al, 1992). The Rietveld method is one of the best methods to elucidate structures of polycrystalline samples. Today there are many problems of diffractometric analysis that are solved with the Rietveld method throughout the world. It is used in both X-ray and neutron diffraction, it is considered an extremely powerful technique for the quantitative analysis of phases, it is used to refine lattice parameters, it is used in the evaluation of crystalline perfection and texture. It is an important tool in the determination of atomic positions in relatively complex structures (Pannetier, 1990). In this work, the Rietveld method is applied for the refinement of the crystal structure of the $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ (LZZO) complex oxide. The Rietveld method consists in a theoretical adjustment of the diffraction pattern applying a model that includes structural and experimental factors (Fuentes, 2004). In this paper we use X-ray powder diffraction signals and line profiles of neutron powder-diffraction signals for LZZO structure refinement. We used some refinement methods for crystalline structures which are described below. It is worth mentioning that the refinement program that provided the most suitable results was that of Rietveld and Fullprof.

EXPERIMENTAL

A new complex oxide of the formula $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ (LZZO) was synthesized. Three reagents of 99.999 % purity Aldrich brand were used: Li_2CO_3 , ZrO_2 and ZnO . The calculations were made to obtain 20 grams of product with the

49

stoichiometry of the respective compositions. Once these quantities were determined, they were weighed on an Oertling analytical balance model NA 114 with precision of 0.0001 grams. Subsequently, the mixture of reagents was ground in agate mortar, using high purity Baker acetone as a vehicle for the homogenization of the powders. The milling was suspended until the acetone evaporated completely. The powder mix was placed in a gold vessel recipient and then it was taken inside a Thermolyne muffle at 650 °C for one night to eliminate CO₂. The sample was allowed to cool, ground in an agate mortar. After a pellet was made with the powder of LZZO which was placed in a platinum crucible which contained powder of the same sample. The pill was covered with the same powder. The crucible was covered with a sheet of platinum. All this was done to avoid lithium volatilization with thermal treatments (Díaz and Roca, 1984). The thermal treatments were from 700 °C; after 900 °C, every 50 °C/1 hours, the progress of the reaction was observed by X-ray diffraction until reaching the temperature of obtaining LZZO that occurred at 1250 °C. The obtaining reactions are:



A BRUKER brand diffractometer was used, model D8 Advance with DaVinci design, with copper tube configured for powders, with high-speed Lynx eye detector, overcomes intensity losses and absorption edges associated with secondary monochromators and metal filters; twin-twin secondary optics and sample holder for 18 automated samples. The radiation used was CuK α_1 with $\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$. This diffractometer is in Unit of Services of support to the investigation and to the Industry, USAII, UNAM, Ciudad Universitaria, México. The samples were passed through 400 mesh, whose particle size corresponds to 37 μm . An advanced photon source (APS) was used, which is a synchrotron X-ray radiation source, obtained from the SXD Prospector Northwestern Chicago, Illinois, USA. The APS is part of the Argonne National Laboratory. The use of this equipment was fundamental to obtain the beam time in the APS synchrotron for the dispersion of the radiation by the lithium atoms mainly, zinc and zirconium in this complex oxide. The electron beam was accelerated to energy of 450 MeV, in a linear accelerator Linac, so the electrons were emitted by thermoionic effect in a cathode at 1100°C. Then the electrons passed to a synchrotron called a booster, four times smaller than the main ring, in which the electrons reached their final energy of 7GeV. The unit cell could be obtained correctly from the data set obtained by APS. The synchrotron data were measured in the light line 11-BM/APS. The unit cell and the solution of the structure was confirmed using direct methods with the EXPO 2014 software (Giacovazzo et al., 2008), with which it was possible to produce all the atomic sites, including the pure Li sites that, therefore, were not supposed, were actually found by crystallographic methods. The neutron data were measured in a 3T2 powder neutron diffractometer in the second station, in the Thermal 3 channel of the Orphee reactor in Laboratoire Léon Brillouin, (LLB), Center National de la Recherche Scientifique (CNRS) et le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA), Saclay, France. The instrument was calibrated appropriately with the NIST standard (Al₂O₃ powder) before running the LZZO sample. The X-ray fluorescence data (XRF) was obtained with a team from Bruker Inc. in Madison, USA. UU with which it was concluded that the Zn: Zr ratio of 0.27 instead of the theoretical of 1/3. In this work we present all the data of the LZZO phase.

RESULTS AND DISCUSSION

Synthesis

The complex oxides LZZO was synthesized by chemical reactions in solid state, which is a white powder at room temperature; only that LZZO presents thermoluminescence from 200°C to 1250°C. The kinetics of the reaction was followed by X-ray diffraction by the powder method; the analysis by this method showed that it was a new phase. The data obtained was compared with the database of the International Centre for Diffraction Data and Powder Diffraction File (ICDD-PDF, 2020), and so it was necessary to determine its crystalline structure. It was achieved

that the sample was as homogeneous as possible and that the sizes of the crystallite was between 1-37 μ m and also that preferential orientation did not occur. For the refinement of the sample in powder it was necessary that the angle interval was 0.02° in units of 2 θ and thus ensure that the number of accounts sufficient to allow the best of the profile function construction's to the sample diffractogram.

Crystal chemistry and refinement of the structure

Initially the structural model of the oxide Li₂MgZrO₄ was taken, which has a spatial group of *I4₁/amd* and tetragonal symmetry (Castellanos et al, 1985, 1990); but the new phase Li₆ZnZr₃O₁₀ present three additional diffraction lines at the angles corresponding to values of 2 θ of: 18.3, 19.9, 22.2. By tripling the cell in *a* and *b* while *c* remains constant. These diffraction lines were indexed with the corresponding hkl of: (211), (220) and (112), which means that it is a superstructure (Fletcher et al, 1994). Under the model with space group No. 141, *I4₁/amd* with tetragonal symmetry; its refinement was not possible because lines (101) and (200) appeared in this case. The International tables for X-ray crystallography were consulted to review the subgroups, of which No. 88, *I4₁/* were chosen with tetragonal symmetry also, but in its refinement lines (101) and (200) continued appearing, which do not belong to the experimental diffraction pattern. Subsequently, the crystallographic tables were consulted again; the subgroup chosen was No. 15, *C2/c* with monoclinic symmetry, so refinement was possible. The refinement was carried out through the Fullprof program. Several instructions were introduced, so the function that modeled the background was the polynomial. A simple phenomenological function that has been widely used is a fifth order polynomial function (Fuentes, 2004). For 35 000 counts, the Li₆ZnZr₃O₁₀ sample was exposed to X- ray during 15 hours. The computer equipment has a program that corrects the problem of preferential orientation and, therefore, corrects the intensity of the signals. Automatic indexing on the first 24 lines of the powder pattern of Li₆ZnZr₃O₁₀ gave a monoclinic unit cell of dimensions *a* = 5.634 Å, *b* = 8.828 Å, *c* = 9.987Å, β = 96.16°. Lattice refinement data resulted in a unit cell of *a* = 5.6444(5)Å, *b* = 8.9845(8) Å, *c* = 9.9776(9) Å, β = 96.125°(8); the fully indexed powder pattern is given in table 1.

Table 1. Fully Indexed Powder Pattern for Li₆ZnZr₃O₁₀: *a* = 8.1944(5) Å, *b* = 5.9778(8) Å, *c* = 5.0360(9) Å, β = 96.587°(8); *Z* = 8. XPRD. (SXD Bruker Prospector Northwestern U).

signal	h	k	l	2 θ (obs)	2 θ (calc)	d(obs)	Δ 2 θ	d(obs)	d(calc)	Δ d	I(obs)	I(calc)	Δ I
1	1	1	0	18.362	18.399	4.8643	-0.037	4.8278	4.8182	0.0096	15	16	1
2	1	0	-1	19.719	19.717	4.3598	0.003	4.4985	4.4992	-0.0007	7	8	1
3	2	0	0	21.833	21.817	4.3006	0.015	4.0675	4.0703	-0.0028	13	13	0
4	1	0	1		21.874	4.0601	-0.041		4.0599	0.0076	2	<1	1
5	0	1	1	23.166	23.163	3.2546	0.003	3.8363	3.8368	-0.0004	100	100	0
6	2	1	-1	30.587	30.556		0.031	2.9204	2.9232	-0.0029	9	8	1
7				31.442		2.7452		2.8428			8	6	2
8	2	1	1	33.425	33.448	2.7198	-0.022	2.6786	2.6768	0.0017	5	5	0
9	0	0	2	35.898	35.865	2.5102	0.032	2.4996	2.5017	-0.002	20	22	2
10	1	0	-2	36.342	36.307	2.4700	0.035	2.4700	2.4723	-0.0023	17	18	1
11	3	1	0		36.329	2.4539	0.013		2.4709	-0.0009	2	<1	1
12	1	1	-2	39.417	39.408	2.4243	0.010	2.2841	2.2846	-0.0005	25	26	1
13				41.241		2.3101		2.1872			5	6	1
14	1	1	2	41.719	41.763		-0.044	2.1633	2.1611	0.0022	35	39	4
15				42.805		2.2799		2.1108			3	3	0
16				49.254		2.1819		1.8485			4	5	1
17				51.400		2.1506		1.7762			5	6	1
18				53.382		2.1256		1.7149			7	9	2
19	3	1	2	54.845	54.836	2.0602	0.009	1.6725	1.6728	-0.0002	11	10	1
20	1	0	-3		54.863	2.0282	-0.017		1.6720	0.0005	10	9	2
21	5	0	-1	57.399	57.427	1.9895	-0.029	1.6040	1.6033	0.0007	8	9	1
22	1	3	-2	59.597	59.538	1.9745	0.059	1.5500	1.5514	-0.0014	20	21	1
23	4	2	1		59.568	1.8988	0.028		1.5507	-0.0007	20	21	1
24	2	3	-2	62.183	62.185	1.7784	-0.002	1.4916	1.4916	0.0000	12	13	1

The LZZO refined to a final R-value (R_{wp}) of 16.5%. Table 2 shows the atomic parameters for $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$, using as a start model the monoclinic Li_2ZrO_3 . This suggested that while the basic model was correct, even if there was some degree of disorder in the cation sites. The approach takes to determine the correct distribution of the cations was to use an average scattering factor for the cations based in the placement these cations in each of the five crystallographic sites and refine only the site occupancies. The refinement converged successfully to the final site occupancies shown in table 3; a possible interpretation of these occupancies is given in the final column, although at this stage the agreement is only approximate. The thermal parameters were added one by one in the same order, and once these parameters had converged, the site occupancies for the lithium/Zinc sites were included. The full refinement converged to five $R_{wp} = 2.61\%$, the Li occupancies of the Li/Zn sites converged to 0.595(9) for Li_2 and 0.38(1) for Li_3 . This gives a stoichiometry of $\text{Li}_{5.81}\text{Zn}_{0.925}\text{Zr}_{2.85}\text{O}_{9.68}$ which it's a good approximation similar to the nominal stoichiometry or $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$. The occupancies of the Li/Zn2 and Li/Zn3 sites were then fixed at 0.6/0.4 and 0.4/0.6 respectively, and the rest of the structure refined as before. The crystallographic data for $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ obtained by Rietveld refinement in table 4.

Table 2. Atomic Parameters for Li_2ZrO_3 used as Starting Model for $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$.

Atomic positions	Wyckoff positions	x/a	y/b	z/c	Occup.
Li1	4a	0	¼	1/8	4/16=0.25
Li2	4b	0	¼	5/8	4/16=0.25
Li3	16f	0.1667	0.9166	0.875	16/16 =1
Li4	16f	0	0.4167	0.375	16/16 =1
Zr1	8e	0	0	0	0
Zn8	16f	0	0	0	0
O1	8e	0.0	0.25	0.824	8/16 = 0.5
O2	8f	0.0184	0.924	0.369	16/16 =1
O3	16f	0.0069	0.431	0.113	16/16 =1
O4	16f	0.329	0.594	0.337	16/16 =1
O5	16f	0.151	0.096	0.396	16/16 =1

Table 3. Refined Occupancies for Li_2ZrO_3 and them interpretation in terms of the $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ structure.

Site	No.	Occupancy	Z ^a	Refined atoms
4f	Zn1	0.3	6	Li
4d	Zn2	0.69	13.8	Li/Zn
4e	Zn3	0.98	19.6	Li/Zn
4e	Zn4	1.36	27.2	Zn
4e	Zn5	2.81	56.2	Zr

Table 4. Final Parameters after Rietveld refinement for $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$.

Atom	Site	x/a	y/b	z/c	U(Å) ²	Occupancy
Li1	8f	0.230(4)	0.0789(15)	-0.011(2)	0.083(3)	
Li2	4d	¼	¼	½	0.0420(10)	0.6
Zn2						0.4
Li3	4e	0	0.0784(8)	¼	0.066(14)	0.4
Zn3						0.6
Zn4	4e	0	0.4139(4)	¼	0.0303(4)	
Zr5	4e	0	0.7883(2)	¼	0.0191(2)	
O1	8f	0.1777(2)	0.2376(11)	0.1433(4)	0.0443(14)	
O2	8f	0.1132(10)	0.5888(12)	0.1223(6)	0.048(2)	
O3	8f	0.0886(10)	0.9022(11)	0.1194(5)	0.032(2)	

Note. Rp = 2.73 %; Rwp = 2.61 %; RBragg = 1.87 %; Rexp = 1.72 %; Space Group C2/c.

Fig. 1 shows experimental X-ray powder diffraction pattern for with difference profile after Rietveld refinement.

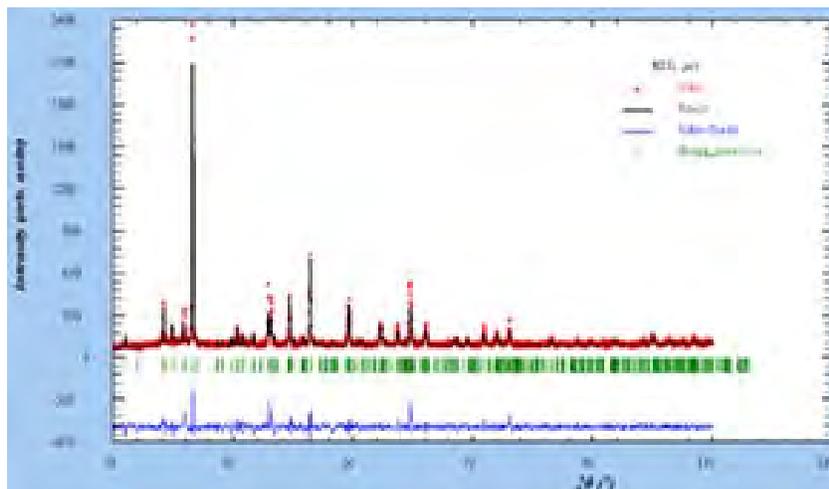


Fig. 1. Experimental X-ray powder diffraction pattern for with difference profile after Rietveld refinement.

The crystal structure of $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ is a partially ordered rock salt structure derived from that of Li_2ZrO_3 and Li_2HfO_3 . The cation distributions in $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ and Li_2ZrO_3 are illustrated in Fig. 2. Within the cubic close packed cell of oxide ions, five sets of octahedral sites are occupied by the cations, two of which show partial, no-statistical occupancy of Li and Zn. In order to better understand the crystal structure of this oxide LZZO the Fig. 3 exhibit the possible existence of layers in the unit cell. Exactly perpendicular to the crystallographic axis c of the crystal. For the two types of layers, (O-Li-Zr-O, O-Li-Zn-O) and (O-Li-O), it can be seen that the three metals ions are coordinated octahedral by the O^{2-} ions. The sites where Zr atoms can be substituted or shared by the atoms of Zn and Li randomly. On the other hand, could be that the substitution of a Li atom by one of Zr in the O-Li-Zr-O layer, or by one of Zn in the O-Li-Zn-O layer; and a similar substitution in the O-Li-O layer.

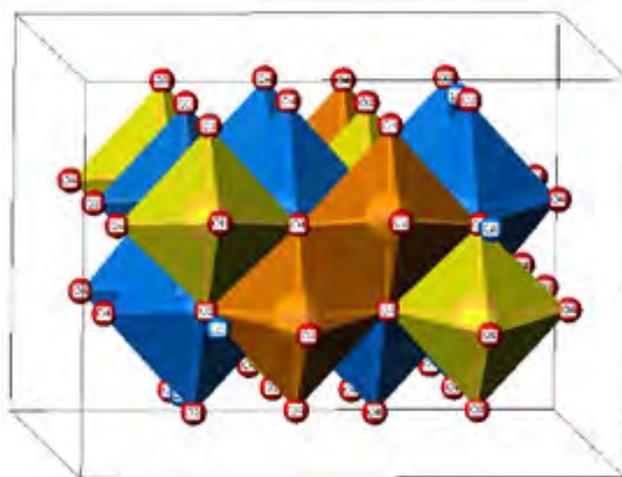


Fig. 2. $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$. octahedron model. Blue Li atoms, green Zn atoms, and orange zirconium atoms.

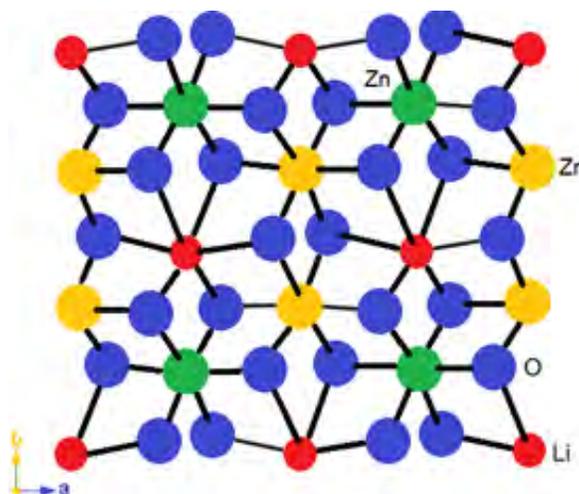


Fig. 3. O-Li-Zr-O, O-Li-Zn-O, O-Li-O layers in $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ model of the monoclinic structure type Li_2ZrO_3 .

CONCLUSIONS

A new complex oxide of formula $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$ was synthesized by chemical reactions in the solid state at 1250 °C. The structure of the new compound has been refined by the Rietvel method. The new phase was analyzed by two analytical techniques: X-ray powder diffraction and neutron diffraction. The characterization of the structure could be determined as a structure derived from the disordered rock salt structure. The occupation of the O^{2-} anions is in defined positions through the monoclinic entire lattice keeping the close packing even when the size of the network is tripled. The occupation of the Li^{1+} ions are accommodated in defined positions in octahedral coordination, in the layer defined as O-Li-O. While the occupations of the Zr^{4+} ions are in octahedral coordination as well, only they are not statistically randomly arranged, that is, they are disordered. In the layer occupied by the Li^{1+} or by the Zr^{4+} ; either by Li^{1+} or by Zn^{2+} , is to say, O-Li/Zn-O or O-Li/Zr-O. The terms "ordered", "disordered" could be interpreted in the following way: If the model adjusts to the experimental without having the atoms share positions it will be an ordered structure. While if the atoms share positions the structure will be disordered. There are two Wyckoff positions where Zn and Zr may be found: $\text{Li}^{1+}/\text{Zn}^{2+}$ is in M2(8) which means that Zr1 occupancy = 0; On the other hand, $\text{Li}^{1+}/\text{Zr}^{4+}$ is in M1(16) means that Zn8 occupancy = 0. The reasons for the variation in site occupancies between the two refined structures are not well understood. Those sites that are preferentially occupied by the Zn^{2+} cation is least distorted and on average are slightly further from the tetravalent Zr^{4+} cation, thereby minimizing cationic repulsions. In all cases, the Li(3)/M(8) site is least preferred by the Zn^{2+} cations but it is not clear why some tetravalent Zr^{4+} cations prefer the Li(1)/M(16). What could be assumed is that the highest occupancy between Zr^{4+} and Zn^{2+} is for Zr^{4+} since the atomic ratio maintained in the formula of LZZO is 3: 1. Fully Indexed Powder Pattern for $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$: $a = 8.1944(5) \text{ \AA}$, $b = 5.9778(8) \text{ \AA}$, $c = 5.0360(9) \text{ \AA}$, $\beta = 96.587^\circ(8)$; $Z = 4$; monoclinic system with space group C2/c (No. 15); Vol. = 246.7 cm^3 , $M = 540.7 \text{ g/mol}$, $D_x = 2.2 \text{ g/cm}^3$. The difference of the parameters of cell b and c is less than one, so that angle β is $96.587^\circ(8)$. $R_p = 3.84\%$; $R_{wp} = 2.61\%$; $R_{\text{Bragg}} = 1.87\%$; $R_{\text{exp}} = 1.72\%$ $R = 0.033$ for 24 unique reflections. Li-O bond lengths are 2.10(1) \AA and 2.44(15) \AA . the latter being abnormally long, and Zn, Zr-O are 2.11(1) \AA and 2.13(15) \AA . The stoichiometry that resulted with the refinement was of $\text{Li}_{5.81}\text{Zn}_{0.925}\text{Zr}_{2.85}\text{O}_{9.68}$ which it's a good approximation similar to the nominal stoichiometry or $\text{Li}_6\text{ZnZr}_3\text{O}_{10}$. It could be inferred that the lithium gain was achieved by the phenomenon of diffusion of the lithium atoms in the powder to the tablet; or some Lithium atoms were left on the surface of the tablet. The latter could also have happened with the zirconium atoms. While the loss of zinc, although not very unfavorable, could be limited to thinking about a disproportion in occupations. The contribution of this work is that it was possible to synthesize a new complex oxide, whose

crystalline phase turned out to have a partially ordered atomic arrangement. The occupation of monovalent, divalent and tetravalent ions was not easy to determine. So, for other later syntheses with this same stoichiometry, but in which the ions could be changed, then a family of new compounds could be obtained and for the determination of the crystalline structure this article would be of great support.

REFERENCES

1. Rietveld M. Hugo, An Algol Program for the Refinement of Nuclear and Magnetic Structures by the Profile Method, Reactor Centrum Nederland (RCN), Petten, The Netherlands. RCN Report, 1969, 104.
2. Thomson Jamie B., Small Caroline, Lightfoot Philip and Bruce Peter G., Combined X-ray and neutron powder diffraction study of magnesium doped lithium niobate, *J. Mater. Chem.*, 1996. 5, (7), 1039-1041.
3. Salinas-Sanchez A., Garcia-Munoz J. L., Rodriguez-Carvajal J., Saez-Puche R., Martinez J.L., Structural characterization of R_2BaCuO_5 (R= Y, Lu, Yb, Tm, Er, Ho, Dy, Gd, Eu and Sm) oxides by X-ray and neutron diffraction, *Journal of Solid State Chemistry*, 1992, 100, 201-211.
4. Pannetier J, Bassas-Alsina J., Rodriguez-Carvajal J, Caignaert V., Prediction of crystal structures from crystal chemistry rules by simulated annealing, *Nature*, 1990, 346, 343.
5. Fuentes Cobas Luis, Introducción al Método de Rietveld, Sociedad Mexicana de Cristalografía, Centro de Investigaciones en Materiales avanzados, Chihuahua, México, 2004.
6. Diaz-Guerra J.P, Roca, M., Fenómenos de volatilización-excitación y eficiencia de reguladores espectroquímicos en el análisis de materiales geológicos. I. Acción de la mezcla Li_2CO_3 : Grafito, por *Junta de energía nuclear Madrid*, 1984. J.E.N. 555 Sp ISSN 0081-3397.
7. Giacobazzo, C., Moliterni, A. y Rizzi, R. J., Solution of structures by direct methods (DM), *Appl. Cryst. B* 41, 2008, 592-599.
8. ICDD-PDF, International Centre for Diffraction Data–Powder Diffraction File, 12 Campus Blvd, Newtown Square, PA 19073, USA, (2016).
9. Castellanos M. West A. R., Reid W. B., Dilithium magnesium, zirconium, tetroxide with an α - $LiFeO_2$ structure. *Acta Crystallogr. C* 41, . 1985, 1707-1709.
10. Castellanos M., Chávez Martínez M. and West A. R., New family of phases, Li_2MXO_4 : X = Zr, Hf; M = Mg, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn with α - $LiFeO_2$ and related structures. *Zeitschrift für Kristallographie*, 1990, 190, 161-169.
11. Fletcher James G., Mather Glenn C., West Anthony R., Castellanos R María A., and Gutierrez María Pilar, $Li_3Ni_2TaO_6$, a novel rock salt superstructure phase with partial cation order, *J. Mater. Chem.*, 1994, 4, 1303-1305.

CISQM-DE-PO01

Caracterización de Recubrimientos Químicos Compuestos de Níquel mediante Microscopía Interferométrica

Arturo Barba Pingarrón¹, Pere Molera Solá², Nicolás Ortiz Godoy³, Gilberto Agredo Díaz³, Ana María Bolarín Miró⁴, Félix Sánchez de Jesús⁴, Rafael González Parra¹, Raúl Valdez Navarro¹

¹Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados (CENISA). Facultad de Ingeniería UNAM. Circuito Exterior, Ciudad Universitaria. 04510, CDMX.

²Departamento de Metalurgia. Facultad de Química. Universidad de Barcelona, España

³Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica. Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá. Colombia.

⁴Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. Pachuca, Hidalgo, México.

arturo.barba@ingenieria.unam.edu

RESUMEN

Se presentan, especialmente, resultados de la caracterización de recubrimientos químicos compuestos Ni-P-X(SiC, Al₂O₃) sobre un sustrato de aluminio, mediante microscopía interferométrica. Algunos de los recubrimientos generados, adicionalmente, se sometieron a tratamientos térmicos a 300 °C y 400 °C, durante una hora. Los depósitos obtenidos se evaluaron usando microscopía electrónica de barrido, microdureza y microscopía interferométrica. La adición de las partículas cerámicas produjo un ligero incremento de la microdureza y el tratamiento térmico duplicó su valor. Con la microscopía interferométrica se revelaron cambios en la morfología de los recubrimientos con las partículas añadidas y el tratamiento térmico aplicado e incrementos en la rugosidad que pueden incidir en su comportamiento.

INTRODUCCIÓN

El niquelado químico es la denominación de un grupo de procesos que tienen en común el que ocurre una reducción química autocatalítica de iones de níquel en una solución, a través de la acción de una sustancia reductora y sin el empleo de una corriente eléctrica. La sustancia reductora más comúnmente empleada es el hipofosfito de sodio (de donde proviene el P del recubrimiento) y el resultado es entonces, a diferencia de lo que sucede en el proceso electrolítico, (donde se deposita níquel puro), un recubrimiento de aleaciones Ni-P. En función de la composición del baño empleado y, por tanto, del pH de la solución, el contenido de fósforo puede variar lo que trae consigo una modificación de sus características.

Dos posibles vías para incrementar algunas de sus propiedades son: la aplicación de tratamientos térmicos (el más usual 400 °C/1 hora, lo que provoca cambios en su microestructura, especialmente si los recubrimientos presentan un contenido de fósforo mayor a 9.5 % y que las modificaciones que incluyen la formación de Ni cristalino y de Ni₃P lo que genera un incremento de su microdureza y resistencia al desgaste, aunque disminuyen sensiblemente la resistencia a la corrosión de los depósitos.

La otra vía es la de agregar un tercer elemento a las aleaciones o bien la adición de partículas de cerámicos, lo que incide en el aumento de su microdureza y resistencia al desgaste, según las características de las partículas añadidas y su cantidad pueden afectar su resistencia a la corrosión.

MATERIALES Y MÉTODOS

Se empleó como sustrato láminas de aluminio comercialmente puro, de sección cuadrada de 1 cm de lado. Las probetas fueron lavadas con agua y jabón a lo que siguió un enjuague en agua corriente y la inmersión en una disolución de NaOH al 5 % en peso, a 40 °C, durante 90 segundos. Luego, las piezas se colocaron en una disolución 1 a 1 de ácido nítrico y fluoruro de amonio, a temperatura ambiente, durante 2 minutos. Posteriormente las muestras pasaron a una inmersión en una solución conteniendo 15 gramos/litro de óxido de zinc, 300 gramos/litro de

hidróxido de sodio, 3 gramos/litro de cloruro férrico, 1.5 gramos/litro de ácido salicílico y 8 gramos/litro de gluconato de sodio, en la que estuvieron 45 segundos, a temperatura ambiente.

El niquelado químico con adición de 1 y 2 % en peso de partículas de óxido de aluminio, (tamaño promedio de un micrómetro con una pureza de 98 %) y de carburo de silicio (tamaño promedio de 1 a 2 micrómetros), se realizó siguiendo una formulación ya reportada en (González et al, 2019), a un pH de 4.6-4.7 y se utilizó una temperatura de 80-85 °C, durante 60, 90 y 120 minutos. Se empleó una velocidad de agitación de 60 revoluciones por minuto. Una parte de las piezas recubiertas se sometieron a tratamientos térmicos a 300 °C/1 hora y 400 °C/1 hora, con posterior enfriamiento al aire. El espesor se evaluó siguiendo la Norma ASTM B487-20 (ASTM, 2020) para lo cual, las muestras se prepararon metalográficamente. Para la evaluación se utilizó un microscopio electrónico de barrido, modelo EsteroScan 360 Leica.

Se llevaron a cabo observaciones en un microscopio interferométrico marca Zygo, modelo NewView100. Las observaciones en el microscopio interferométrico se realizaron sobre probetas de 3.5 cm de largo por 2.0 cm de ancho niqueladas químicamente con y sin adición de partículas de Al_2O_3 y SiC, con y sin aplicación de tratamientos térmicos, empleándose un objetivo de 40X.

Para valorar la dureza se empleó un microdurómetro marca Akashi modelo MVK-HO, siguiendo la norma ASTM B-578-21 (ASTM, 2021). Para las piezas de recubrimientos químicos Ni-P, Ni-P- Al_2O_3 y Ni-P-SiC con y sin tratamiento térmico aplicado, se utilizaron cargas de 25 gramos para las capas de menor espesor y de 100 gramos para el resto, aplicando la carga durante 15 segundos en 10 a 15 sitios diferentes para cada una de las capas.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El espesor de los recubrimientos osciló entre 10 y 20 micrómetros. La presencia de las partículas no modifica sustancialmente los valores de los espesores conseguidos, que resultaron de espesor uniforme, independientemente de la geometría del sustrato.

La composición química, obtenida mediante microsonda electrónica mostró que los recubrimientos químicos Ni-P, Ni-P-SiC y Ni-P- Al_2O_3 , oscilaron entre 86.7-88.13 % en peso de Ni y 11.87-13.24 % en peso de P, considerándose, por tanto, como un depósito de alto fósforo.

Los valores de microdureza de los depósitos se presentan en la Tabla 1. Se puede observar que la adición de 2 % de partículas de SiC o Al_2O_3 provoca un muy ligero aumento del valor de dureza. Los tratamientos térmicos a 300 °C/1 hora y 400 °C/1 hora generan incrementos mayores que alcanzan valores del orden del doble de la microdureza inicial. La mejora en el nivel de microdureza está asociado a que los tratamientos térmicos aplicados provocan, a partir de la condición inicial amorfa de los recubrimientos, procesos de cristalización parcial a 300 °C y completa a 400 °C, lo que se evidencia por la formación de níquel cristalino y la aparición del fosforo Ni_3P . En la Tabla 2, se muestran los valores de rugosidad obtenidos mediante microscopía interferométrica. Resulta claro que el valor de R_a se incrementa con la adición de las partículas. En el caso de las partículas de alúmina, su morfología es de tipo esférico en tanto las partículas de SiC presentan una morfología acicular e irregular, de modo que eso se ve reflejado asimismo en el mayor valor de rugosidad en el caso del SiC.

Tabla 1. Microdureza de recubrimientos químicos de níquel, con y sin partículas, bajo diferentes condiciones de tratamiento térmico. Valorada mediante microscopía interferométrica.

Tipo de Recubrimiento	Tratamiento Térmico	Microdureza (Vickers)
Ni-P sin partículas	-----	500
Ni-P sin partículas	300°C/1 hora	780
Ni-P sin partículas	400°C/1 hora	950
Ni-P 2% Al_2O_3	-----	510

Ni-P-2%Al ₂ O ₃	300°C/1 hora	850
Ni-P-Al ₂ O ₃	400°C/1 hora	1000
Ni-P-2%SiC	-----	530
Ni-P-2%SiC	300°C/1 hora	940
Ni-P-2%SiC	400°C/1 hora	1120

Tabla 2. Rugosidad de los recubrimientos obtenidos de níquel, con y sin partículas, con y sin tratamiento térmico.

Recubrimiento, Condición	Rugosidad, Ra (micras)
Ni-P sin partículas, sin tratamiento térmico	0.321
Ni-P-2%Al ₂ O ₃ , sin tratamiento térmico,	1.542
Ni-P-2% Al ₂ O ₃ , 300 °C/1 hora	2.042
Ni-P-2% Al ₂ O ₃ , 400 °C/1 hora	2.398
Ni-P-2%SiC, sin tratamiento térmico	2.038
Ni-P-2%SiC, 300°C/1 hora	2.903
Ni-P-2%SiC, 400 °C/1 hora	3.630

Por su parte, la Fig. 1 muestra la morfología de un recubrimiento químico compuesto de níquel, con adición de 2 % de partículas de óxido de aluminio, sin tratamiento térmico en la que se percibe con claridad la presencia de una matriz Ni-P "lisa" y sobresaliendo, las partículas en forma de "islas".

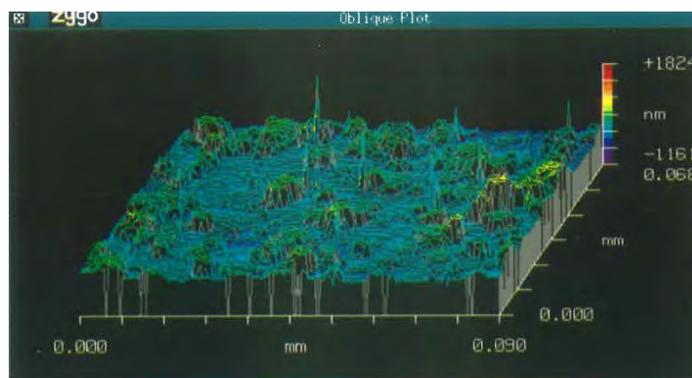


Fig. 1. Imagen de microscopia interferométrica en la que se observan una matriz de Ni-P-2% Al₂O₃, sin tratamiento térmico, de morfología "esférica" en forma de "islas". MI. 40X R_a promedio 1.542 µm.

En la Fig. 2, se presenta una imagen de microscopía interferométrica de un recubrimiento químico compuesto con adición de 2%SiC, sin tratamiento térmico en la que se observa la morfología irregular de las partículas de SiC y que origina una mayor rugosidad respecto a las de Al₂O₃.

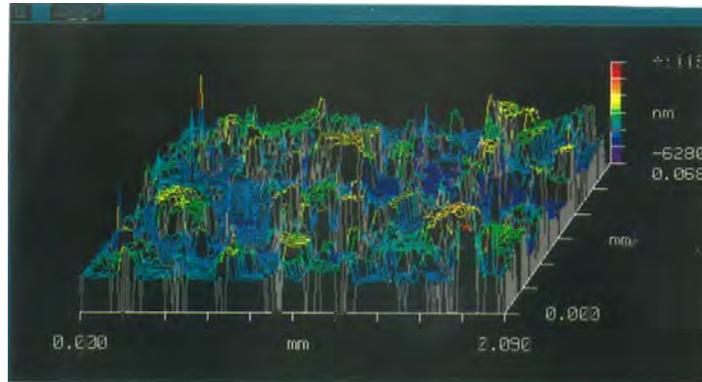


Fig. 2. Imagen de microscopía interferométrica de recubrimientos químicos Ni-P-2%SiC, sin tratamiento térmico. Morfología "irregular" provocada por las partículas. MI. 40X R_a promedio 2.038 μm.

En la Fig. 3 se percibe el efecto conjunto de la aplicación del tratamiento térmico a 400 °C/1 hora y la presencia de partículas de SiC. El tratamiento térmico provoca la cristalización del recubrimiento y ello conlleva la aparición de Ni cristalino y Ni₃P, lo que explica ese aumento de rugosidad y deberá tener una incidencia en comportamientos como resistencia a la corrosión y al desgaste.

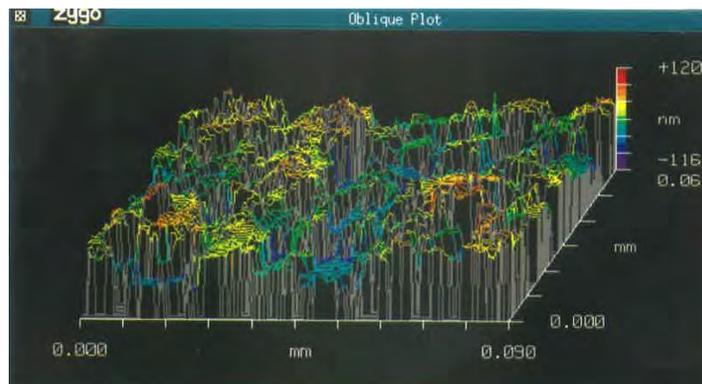


Fig. 3. Imagen de microscopía interferométrica de recubrimientos químicos Ni-P-2%SiC, tratados térmicamente 400 °C/1 hora, El tratamiento ha provocado aumento de rugosidad ligado a la aparición de níquel cristalino y fosforo de níquel Ni₃P . MI. 40X R_a promedio 3.630 μm

CONCLUSIONES

La microscopía interferométrica es una herramienta muy útil y complementaria para caracterizar materiales y recubrimientos.

En este caso, la microscopía interferométrica permitió comprobar el efecto de la adición de partículas de SiC ó Al₂O₃ y la aplicación de tratamientos térmicos (300 y 400 °C/1 hora) a los recubrimientos, a través de la modificación de la rugosidad de los depósitos y la morfología de los revestimientos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores del CENISA de la UNAM, agradecen a la DGAPA de la UNAM el apoyo prestado a través del Proyecto PAPIIT IT101221 "Desarrollo de Tecnologías Alternativas de Modificación de Superficies para la Mejora de Materiales de Potencial Industrial".

REFERENCIAS

1. Biswas A.; Das S.K.; Sahoo P. *IOP Conference Series: Mater. Sci. Eng.* 2016, 149, 012045. DOI: <https://10.1088/1757-899X/149/1/012045>.
2. Hu, R.; Su, Y.; Liu, Y.; *et al.* *Nanoscale Res. Lett.* 2018, 13, 19. DOI: <https://doi.org/10.1186/s11671-018-2608-0>.
3. Franco M.; Sha W.; Tan V.; Malinov S. *Mater. Design.* 2015, 85, 248–255. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.159>.

CISQM-DE-PO02

Sustrato SERS removible para el estudio del patrimonio cultural: síntesis y caracterización

Carlos, A. Ortiz-Garza¹, Javier Reyes-Trujeque¹, Edgar Casanova-González²

Laboratorio Nacional de Ciencias para la Investigación y de la Conservación del Patrimonio Cultural del Centro de Investigación de Corrosión de la Universidad Autónoma de Campeche. Avenida Agustín Melgar S/N entre Calle 20 y Juan de la Barrera, Colonia Buenavista, 24039, San Francisco de Campeche, Campeche.

al047021@uacam.mx

RESUMEN

La espectroscopia Raman es una técnica que mide el cambio de frecuencia de la luz dispersada inelásticamente por una muestra. Sus características de alta especificidad molecular, no destructividad, junto con la capacidad de realizar análisis in situ, la hacen ideal para el análisis de las obras de patrimonio cultural. A pesar de esto, ciertas muestras producen el fenómeno de fluorescencia, provocando que la señal Raman del analito quede solapada analíticamente por la señal de la fluorescencia. Por lo tanto, se desarrolló la técnica de espectroscopía Raman mejorada en superficie (SERS por sus siglas en inglés) para amplificar la señal Raman del analito. Para esto se utilizan coloides de nanopartículas metálicas, como sustratos SERS, que resultan inadecuados en el análisis de muestras de patrimonio cultural debido a que, contaminan la superficie de la muestra. Por ello, se propone el desarrollo de un sustrato SERS removible, usando metilcelulosa como medio para contener las nanopartículas metálicas, y así evitar la contaminación superficial en el análisis de obras de valor único e histórico.

INTRODUCCIÓN

La espectroscopía Raman se basa en medir el cambio en la longitud de onda de la luz dispersada como consecuencia de la composición química de la molécula [8]. Sus características de alta especificidad molecular, carácter no destructivo y capacidad de realizar análisis in situ le proporcionan gran versatilidad para el análisis de las obras de valor histórico. Se utiliza con éxito en el análisis de pinturas históricas para identificar pigmentos inorgánicos, colorantes orgánicos, y complejos organometálicos [2]. Sin embargo, los colorantes orgánicos producen el fenómeno de fluorescencia, provocando que la señal de la molécula quede solapada analíticamente, debido a la baja probabilidad de ocurrencia de la dispersión Raman (se produce 1 de cada 10⁴ fotones dispersos), y a su mayor tiempo de extinción [6]. Una técnica desarrollada para evitar la generación del fenómeno de fluorescencia y el riesgo de carbonización o alteración de la muestra durante el análisis, es la espectroscopía Raman mejorada en superficie (SERS).

En ella, los electrones de la banda de conducción de una nanoestructura de metal noble (también denominado sustrato SERS) oscilan en resonancia con la luz incidente de un láser al hacer contacto con la superficie del sustrato, lo que se conoce como resonancia de plasmón de superficie localizado (LSPR). Esta condición de resonancia se cumple en la región visible de las nanopartículas de plata (Ag) y oro (Au). Si una molécula activa en Raman se encuentra en las proximidades de la superficie nanoestructurada, la aparición de la resonancia del LSPR hace que la señal Raman del analito se intensifique más que en la técnica Raman. De esta forma, se pueden usar intensidades de láser bajas para poder evitar dañar la superficie de análisis y disminuir la generación de fluorescencia que producen gran parte de las muestras complejas [8, 9].

Los sustratos SERS de mayor uso, son los coloides de Ag y Au, que forman una mezcla aleatoria de nanopartículas en forma de esferas o de varillas, adecuadas para la aplicación directa en superficie de las muestras. Para controlar el tamaño de las nanopartículas metálicas sintetizadas y estrechar su rango de LSPR, se ha propuesto controlar el pH de síntesis, de esta forma, se puede mantener la interacción que resulta entre el agente reductor con el reactivo que contiene el metal a reducir a estado metálico, mejorando así la reproducibilidad de los espectros SERS [3].

El problema principal de la técnica SERS se relaciona con la forma de aplicación de los sustratos en la superficie de la muestra, siendo imposible utilizarlos en forma de coloides para el análisis de obras del patrimonio cultural, debido a que deja residuos difíciles de remover, sin comprometer la superficie de la muestra resultando en su contaminación por las nanopartículas metálicas.

La metilcelulosa es un polímero que se utiliza como agente reductor y estabilizador en la síntesis verde de nanopartículas metálicas, debido a que posee una superficie abundante en grupos hidroxilo, aparte de funcionar como un soporte sólido en la preparación de sustratos SERS. Las características de la metilcelulosa, incluyen su disponibilidad, flexibilidad con la que se puede refinar el tamaño de partículas a nanopartículas con diversos grados de cristalinidad, facilidad de funcionalización, biocompatibilidad y biodegradabilidad [4]. Cuando se funcionaliza, puede inducir la síntesis de nanopartículas metálicas con varias formas y dimensiones hacia señales SERS mejoradas. La metilcelulosa tiene una respuesta SERS muy débil, por lo tanto, presenta baja interferencia y señales de fondo durante la medición [5].

METODOLOGÍA

Los reactivos utilizados para la producción del sustrato SERS removible fueron AgNO_3 y HAuCl_4 (99 % de trazas de metal), $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ACS $\geq 99\%$), hidróxido de sodio anhidro (NaOH) ($\geq 98\%$) de Sigma Aldrich, y agua ultrapura (Tipo 2) de Milli-Q. Se produjo una reacción RedOx de la Ag del AgNO_3 y el Au del HAuCl_4 con metilcelulosa de 4000 cps al 1 %. Se prepararon soluciones de AgNO_3 2 mM, HAuCl_4 1 mM y metilcelulosa de 4000 cps al 1 %.

Se tomaron 20 mL de AgNO_3 o de HAuCl_4 y se agregaron en un matraz Erlenmeyer con agitación constante, calentado hasta 80 °C para luego añadir 100 mL de metilcelulosa de 4000 cps al 1 %. Se ajustó el pH a 11 u 8, para la plata y oro respectivamente. Se esperó 1 hora, después de agregar la metilcelulosa al 1 %, para finalizar la reacción y obtener un gel viscoso de coloración amarilla para la Ag y de color rosado para el Au.

Para la caracterización de nanopartículas metálicas se utiliza la técnica de espectroscopía UV-Vis empleando un espectrofluorímetro FS5 (Edinburgh Instruments), para identificar la longitud de onda de máxima absorción ($\lambda_{\text{máx}}$) del LSPR por medio de un barrido espectrofotométrico en un rango de 250 a 750 nm. Como control se utilizó un estándar de nanopartículas de plata, sintetizadas previamente por el LANCIC-IFUNAM [6].

La sensibilidad del sustrato SERS removible para generar señales Raman definidas se realizó sobre réplicas de pinturas artísticas con pigmentos y colorantes usados durante el período colonial, que fueron proporcionados por el Laboratorio Nacional de Ciencias para la Investigación y la Conservación del Patrimonio Cultural (LANCIC) del Instituto de Física de la Universidad Autónoma de México (IFUNAM). Para contrastar los espectros Raman obtenidos se utilizó la base de datos del proyecto RRUFF. Para el análisis SERS se adicionan 2.5 μL del gel hasta formar o película fina en la superficie de la pintura y luego realizar la medición por medio de un espectrofotómetro Raman i-Raman Plus (B&W Tek), con láser de longitud de onda de láser de 532 nm.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

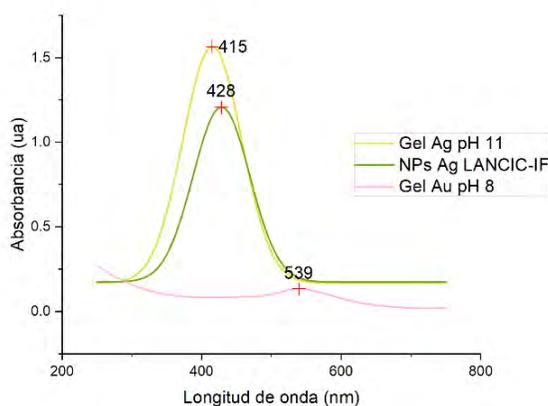


Fig. 1. Longitudes de onda de absorción máxima de los gels de plata y oro.

El barrido espectrofotométrico, nos permitió identificar la presencia del LSPR a partir de su $\lambda_{\text{máx}}$. Estudios previos señalan que la longitud de onda de absorción máxima ideal de los LSPR de plata y oro, ideales para producir el efecto SERS, se encuentra en los rangos entre 400-420 nm y 520-540 nm respectivamente, debido a que en estos rangos se obtienen nanopartículas de tamaños de entre 20-50 nm [7].

En la Fig. 1, se puede observar que los geles de plata y oro obtenidos en este trabajo presentan una $\lambda_{\text{máx}}$ de 415 (pH 11) y 539 nm (pH 8) respectivamente. En el caso de las nanopartículas de plata, la muestra de referencia presentó una $\lambda_{\text{máx}}$ de 428 nm, lo que coincide con el rango ideal en el cual se encontraron las nanopartículas sintetizadas en este trabajo [10].

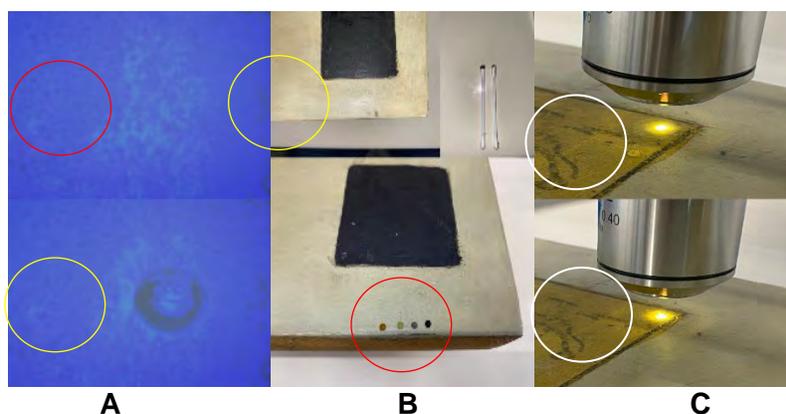


Fig. 2. (A) Daño en la superficie del minio causado por la acción del láser 532 nm en una superficie sin sustrato SERS. El círculo rojo señala el área de medición antes de análisis y el círculo amarillo indica el área de medición después del análisis en condiciones mínimas de medición. (B) Manchas originadas después de que las nanopartículas metálicas fueron retiradas del soporte de réplicas de pinturas coloniales (círculo amarillo). El círculo rojo muestra las zonas donde los coloides fueron aplicados. (C) En la parte superior se observa que el punto de aplicación del sustrato SERS removible, de nanopartículas de plata, y en la parte inferior, el mismo punto después de retirar el sustrato.

Para poder establecer las condiciones ideales de medición SERS, sin comprometer la superficie de la muestra, se hicieron pruebas Raman sobre las réplicas, sin aplicación del sustrato SERS. Como resultado, se observó daños en todos los puntos de medición (Fig. 2(A)), bajo las condiciones mínimas con que fue posible configurar el sistema Raman, siendo de 100 ms de tiempo de exposición al láser, 3 promedios y 10% de intensidad del láser. Por su parte, la Fig. 2(B) muestra cómo la aplicación de nanopartículas metálicas en forma de coloides daña la superficie de los materiales sobre los cuales se aplican. Haciendo énfasis en el desarrollo de un sustrato SERS removible para el análisis de muestras de patrimonio cultural. La eficacia SERS de los coloides concentrados se espera que sea mejor que los geles, pero su aplicación en patrimonio cultural resulta inapropiado debido a que son invasivos, siendo posible observar el remanente de coloide aplicado en la superficie. Por su parte la Fig. 2(C) muestra en la parte superior el punto de aplicación del sustrato SERS removible, formado de metilcelulosa y nanopartículas de plata, mientras en la parte inferior se muestra el mismo punto después de que el sustrato SERS fue removido, como se puede apreciar, aparentemente, no hay remanentes del gel sobre la superficie de la muestra, este comportamiento también fue observado para los geles de oro por lo que se puede pensar que ambos pueden ser utilizados como sustratos SERS para el análisis de obras del patrimonio cultural.

De las 25 réplicas de pinturas históricas, medidas con los geles de plata y oro, solamente dos muestras produjeron las señales máximas Raman características en 543 y 545 cm^{-1} , para el minio y el lapislázuli respectivamente (Fig. 3). En los espectros Raman generados con ambos sustratos SERS, se observó una mayor definición en las bandas de vibración máximas características de ambos minerales, con el sustrato de nanopartículas de oro. En este sentido la $\lambda_{\text{máx}}$ del LSPR de las nanopartículas de plata se encuentra muy cercana a la región ultravioleta lo que disminuye el efecto SERS generando señales de vibración más débiles que dificultan la interpretación de los espectros Raman generados durante el análisis.

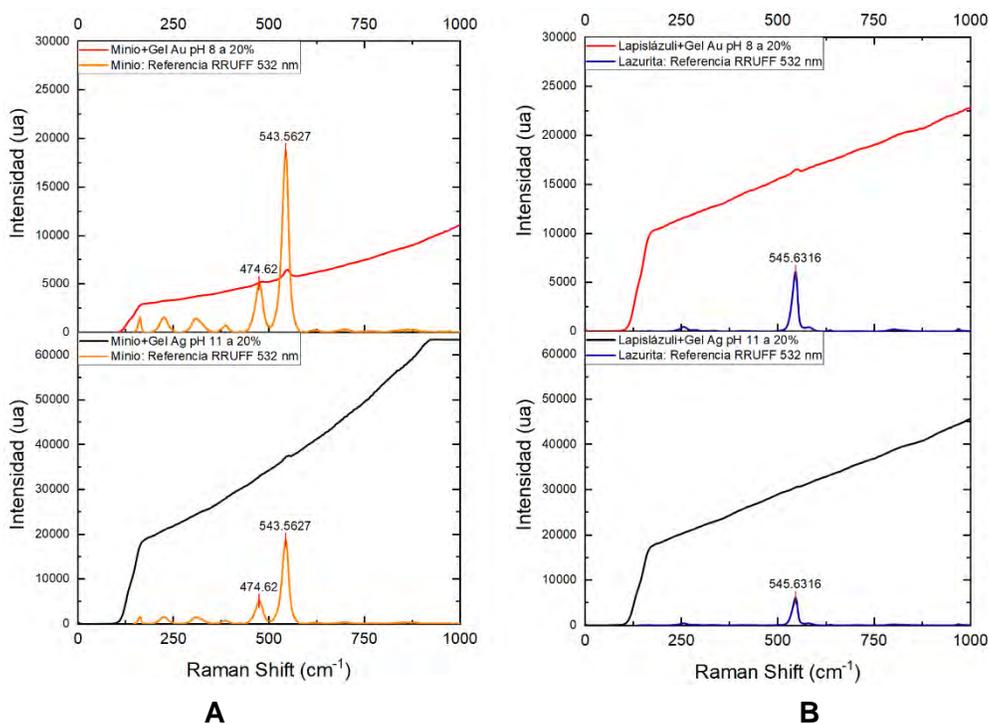


Fig. 3. Espectros Raman de minio (**A**) y lapislázuli (**B**), obtenidos con gel de oro y plata con pH de reacción de 8 y 11 respectivamente. En ambos casos, la parte superior corresponde a gel de oro y la parte inferior a gel de plata, contrastados con espectros Raman de referencia obtenidos de la base de datos de RRUFF.

CONCLUSIONES

El uso de los geles de plata y oro como sustratos SERS removibles permitieron la obtención de espectros Raman con señales de vibración características que corresponden a pigmentos que contienen minio y lapislázuli en réplicas de pinturas del periodo colonial.

Se sintetizaron geles que presentaron una $\lambda_{\text{máx}}$ de la resonancia del plasmón de superficie localizado característico de nanopartículas de plata y oro que son ideales para producir el efecto SERS. Estas nanopartículas se integraron en un medio de metilcelulosa para producir un sustrato SERS removible que no deja residuos perceptibles sobre la superficie de análisis. El análisis Raman empleando estos sustratos removibles permitieron identificar desplazamientos Raman característicos de los pigmentos minio y lapislázuli en réplicas de pinturas del periodo colonial, observándose una menor interferencia por el fenómeno de fluorescencia en ambos casos. Por otra parte, el uso de nanopartículas de oro en el sustrato removible genera una mejor eficiencia SERS con respecto a las nanopartículas de plata.

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación se desarrolló en el marco de los proyectos Fortalecimiento del Laboratorio Nacional de Ciencias para la Investigación y Conservación del Patrimonio Cultural-LANCIC (PROYECTO CONACYT N0. 315853) y APIIT-UNAM: Proyecto Nuevas Metodologías para el Análisis In Situ del Patrimonio Cultural III PAIIT-UNAM)

REFERENCIAS

1. Analytical Methods Committee Amctb No Background Paper. Surface-Enhanced Raman Spectroscopy (SERS) in Cultural Heritage. *Anal. Methods* **2017**, 9, 4338–4340. DOI: <https://doi.org/10.1039/c7ay90097j>.

2. Conservation of easel paintings; Stoner, J. H., Rushfield, R., Eds.; Routledge, 2020.
3. Demirel, G.; Usta, H.; Yilmaz, M.; Celik, M.; Alidagi, H. A.; Buyukserin, F. *J. Mater. Chem. C Mater. Opt. Electron. Devices*. **2018**, *6*, 5314–5335. DOI: <https://doi.org/10.1039/c8tc01168k>.
4. Doherty, B.; Brunetti, B. G.; Sgamellotti, A.; Miliani, C. *J. Raman Spectrosc.* **2011**, *42*, 1932–1938. DOI: <https://doi.org/10.1002/jrs.2942>.
5. Doherty, B.; Presciutti, F.; Sgamellotti, A.; Brunetti, B. G.; Miliani, C. *J. Raman Spectrosc.* **2014**, *45*, 1153–1159. DOI: <https://doi.org/10.1002/jrs.4542>.
6. García-Bucio, M. A.; Casanova-González, E.; Ruvalcaba-Sil, J. L.; Arroyo-Lemus, E.; Mitrani-Viggiano, A. *Philos. Trans. A Math. Phys. Eng. Sci.* **2016**, *374*. DOI: <https://doi.org/10.1098/rsta.2016.0051>.
7. Kumar, S.; Kanagawa, M.; Namura, K.; Fukuoka, T.; Suzuki, M. *Appl. Nanosci.* **2023**, *13*, 155–163. DOI: <https://doi.org/10.1007/s13204-020-01562-0>.
8. Le Ru, E. C.; Etchegoin, P. G. A quick overview of surface-enhanced Raman spectroscopy. En Principles of Surface-Enhanced Raman Spectroscopy; Elsevier, **2009**, 1–27.
9. Le Ru, E. C.; Etchegoin, P. G. Metallic colloids and other SERS substrates. En Principles of Surface-Enhanced Raman Spectroscopy; Elsevier, **2009**, 367–413.
10. Zhang, X.-F.; Liu, Z.-G.; Shen, W.; Gurunathan, S. *Int. J. Mol. Sci.* **2016**, *17*, 1534. DOI: <https://doi.org/10.3390/ijms17091534>.

CISQM-DE-PO03

Antioxidants into nopal (*Opuntia ficus-indica*), important inhibitors of free radicals' formation

Adriana Perez-Gonzalez¹, Romina Castañeda-Arriaga², Tiziana Marino³, Nino Russo³, Annia Galano²

¹Departamento de Química, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa. Avenida Ferrocarril San Rafael Atlixco, número 186, Colonia Leyes de Reforma 11^a Sección, Alcaldía Iztapalapa, Código Postal 09310, Ciudad de México, México.

²CONACYT-Universidad Autónoma Metropolitana, Iztapalapa, Avenida Ferrocarril San Rafael Atlixco, número 186, Colonia Leyes de Reforma 11^a Sección, Alcaldía Iztapalapa, Código Postal 09310, Ciudad de México, México.

³Dipartimento di Chimica e Technologie Chimiche, Università della Calabria, I-87036 Arcavacata di Rende, Italy. adriana_perez_3@hotmail.com

ABSTRACT

Nopal (*Opuntia ficus indica*) belonging to the Cactacea family has many nutritional benefits attributed to a wide variety of phenolic and flavonoid compounds. Coumaric acid (COA), ferulic acid (FLA), protocatechuic acid (PRA), and gallic acid (GAA) are the phenolic acids (PhAs) present in nopal. In this study, the role of these PhAs in copper-induced oxidative stress was investigated using the density functional theory (DFT). The PhAs form 5 thermodynamically favorable complexes with Cu(II), their conditional Gibbs free energies of reaction ($\Delta G'$, at pH = 7.4, in kcal/mol) are from -23 kcal/mol to -18 kcal/mol. All of them are bi-dentate complexes. The complexes of PRA and GAA are capable of inhibiting the Cu(II) reduction by both $O_2^{\bullet-}$ and Asc^- , their reactions with the chelated metal are endergonic having rate constants about $\sim 10^{-5}$ – 10^2 $M^{-1} s^{-1}$, PhAs can prevent the formation of hydroxyl free radicals by chelating the copper ions.

INTRODUCTION

Several diseases are caused by oxidative stress (OS) such as cancer, rheumatoid arthritis, pulmonary and renal failures, cardiovascular diseases and neurodegenerative disorders such as Alzheimer's and Parkinson's diseases, multiple sclerosis, and memory loss [1–3]. OS is caused by an excess in the production of reactive oxygen species (ROS) and the inability of the body to remove such excess. The imbalance between production and consumption of ROS can severely damage cells or molecules of biological interest such as proteins or DNA [4,5]. Therefore, to preserve human health, it is important to find efficient strategies to attenuate the OS-induced molecular damage. In addition to enzymatic defense systems, chemical antioxidants arising from plant extracts containing phenolic and flavonoid compounds are a viable tool to achieve that purpose.

Nopal (*Opuntia ficus indica*) is part of the Cactacea family. The tender young part of the cactus stem, or cladode, is frequently consumed as a vegetable in salads, while the nopal fruit is consumed as a fresh fruit. The fruit and cladodes of nopal have nutritional benefits attributed to their antioxidant properties and the pharmacological activity of their compounds. Consumption of nopal has been recommended for the treatment of some diseases like diabetes mellitus, blood glucose levels, hyperlipidemia, obesity and gastrointestinal disorders, and neuronal injury. Nopal is a valuable source of nutrients as well as antiulcerogenic, antioxidant anticancer, neuroprotective, hepatoprotective, and antiproliferative compounds.

All parts of the nopal are rich in polyphenolic compounds and phenolic acids (PhAs). These compounds are abundant within the plant's kingdom and human diet. Coumaric acid (COA), ferulic acid (FLA), protocatechuic acid (PRA), and gallic acid (GAA) are PhAs present in nopal (Fig. 1). These PhAs, in turn, have numerous beneficial effects on human health including antibacterial, anticoagulatory, anti-inflammatory, antihyperglycemic, antimutagenic, antiviral, cardioprotective and neuroprotective activities.

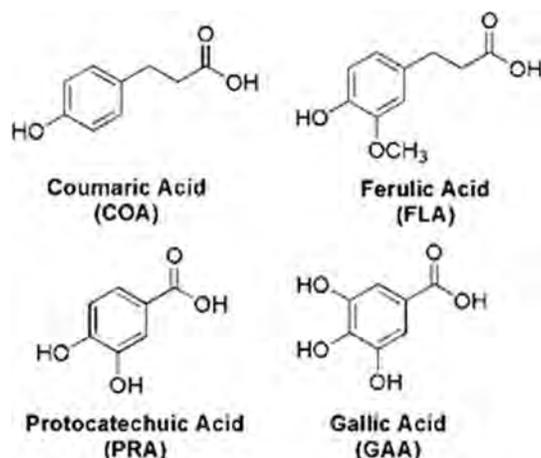


Fig. 1. Phenolic acids (PhAs) in Nopal.

The growing interest in phenolic compounds results from their antioxidant potential. For example, COA, FLA, PRA and GAA have shown to have antioxidant activity as peroxy radicals' scavengers. They react with the hydroperoxy radical ($^{\bullet}\text{OOH}$) at rate constants of 10^5 – $10^8 \text{ M}^{-1} \text{ s}^{-1}$ in aqueous solution and at physiological pH, which indicates that, as free radical scavengers, they are better than Trolox, which is a reference compound.

In addition to its free radical scavenging activity, some phenolic compounds can prevent the formation of OS in the presence of redox metals such as iron or copper. These metals participate in Fenton-type reactions generating hydroxyl radicals ($^{\bullet}\text{OH}$) that are a highly oxidizing species. However, for COA, FLA, PRA and GAA there are not enough data to determine if they could be implicated in preventing the production of $^{\bullet}\text{OH}$ radicals. So, the aim of the present investigation was to gain a deeper knowledge on this activity and to provide a qualitative and quantitative analysis of the working mechanisms of COA, FLA, PRA and GAA.

METHODOLOGY

In the present investigation, the Gaussian 09 package of programs [6] was used. The computational details to study the mechanisms for reactions between the complexes and the hydroxyl free radical are in line with the quantum mechanics-based test for the overall free radical scavenging activity (QM-ORSA) protocol [7]. In the present investigation, all the calculations were carried out inside the framework of the density functional theory (DFT) and, in particular, a Thrular functional M05 [8] was used in conjunction with the basis set of Pople 6-311+G(d,p). To simulate the aqueous environment, the continuum solvent method based on density SMD [9] was considered. SMD can be safely used for estimating solvation free energies for any charged or uncharged solutes, with relatively low errors. The local minima and transition states were identified by 0 and 1 imaginary frequencies, respectively. To verify that the imaginary frequency of each transition state corresponds to the expected motion along the reaction path, the intrinsic reaction coordinate (IRC) calculations were carried out. Unrestricted calculations were used for the open-shell systems. The energetic values include thermodynamic corrections at 298.15 K.

In the complexes, the Cu (II) ions were modeled coordinated to water molecules, because they are expected to be hydrated in the aqueous phase. This model results to be more adequate to represent "free" copper in biological systems than the corresponding naked ions. Four water molecules were chosen for this purpose, since it was previously reported that the most likely configuration of Cu (II) water complexes, in the aqueous phase, corresponds to almost square planar four-coordinate geometry [10].

RESULTS AND DISCUSSION

$^{\bullet}\text{OH}$ -Inactivating Ligand Behavior

The possibility that PhAs behave as •OH-inactivating ligand (OIL) in the presence of redox metal ions was explored. Such a behavior can be exhibited in two different ways:

OIL-1: by sequestering metal ions from reductants.

OIL-2: by deactivating •OH as they are formed through Fenton-like reactions.

In both cases, OIL molecules should act as metal chelating agents. When they behave as OIL-1 agents, the metal (Cu (II)) is protected by the antioxidant in the complex formed. Thus, initially the Fenton reactions that originate hydroxyl radicals are inhibited.

Furthermore, the antioxidant behaves like OIL-2, when once the hydroxyl radical is formed by Fenton reactions, the complex of PhAs with Cu(II) immediately reacts with the radical, thus behaving as an immediate target and thus protecting other molecules of great interest such as proteins or even DNA.

Chelation was the first aspect explored here since it represents a necessary and crucial step in both cases.

All the possible chelation sites involving O atoms of the examined PhAs were explored. In addition, their roles as mono-dentate and bi-dentate ligands have both been considered. Six different chemical routes leading to Cu(II) chelation were investigated.

For COA, PRA and GAA only one main complex is expected, with contributions larger than 98 %, i.e., H_{n-2}COA²⁻ (2)-C2, H_{n-2}PRA²⁻ (2)-C7 and H_{n-2}GAA²⁻ (2)-C7. For FLA, two complexes are the most abundant, H_{n-2}FLA²⁻ (2)-C5 and H_{n-2}FLA²⁻ (2)-C2, with 81.61 % and 18.21 %, respectively. Therefore, they were the ones that have been explored as antioxidants with the behavior of OIL-1. To this purpose, two different reductants were considered: the superoxide radical anion (O₂^{•-}) and the ascorbate anion (Asc⁻). Table 2 shows Gibbs free energies of reaction and rate coefficients for the reductant reactions of the PhAs-Cu(II) complexes with the O₂^{•-} and Asc⁻; these are compared with the reaction of Cu(II)(H₂O)₄ and the same reductants.

Table 2. Gibbs free energies of reaction (ΔG , kcal/mol), and rate coefficients (k , M⁻¹ s⁻¹), for the reactions of the PhAs-Cu(II) complexes with the reductants O₂^{•-} and Asc⁻, in aqueous solution at 298.15 K and pH = 7.4.

	O ₂ ^{•-}		Asc ⁻	
	ΔG	k	ΔG	k
Cu(II) (H ₂ O) ₄	-24.01	4.67 × 10 ⁹	-4.67	1.33 × 10 ⁸
H _{n-2} COA ²⁻ (2)-C2	-15.06	4.61 × 10 ⁷	4.28	3.19 × 10 ⁴
H _{n-2} FLA ²⁻ (2)-C5	-13.92	1.29 × 10 ⁸	5.41	6.62 × 10 ⁴
H _{n-2} FLA ²⁻ (2)-C2	-14.59	3.53 × 10 ⁷	4.74	2.09 × 10 ⁴
H _{n-2} PRA ²⁻ (2)-C7	4.13	1.39 × 10 ²	23.46	1.57 × 10 ⁻⁵
H _{n-2} GAA ²⁻ (2)-C7	1.35	4.75 × 10 ²	20.69	3.87 × 10 ⁻⁴

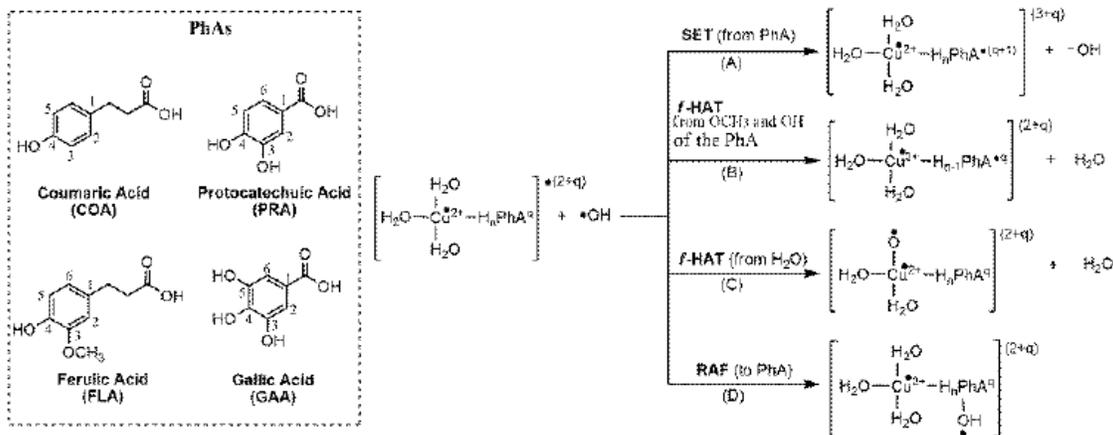
The complexes of protocatechuic acid and gallic acid are capable of inhibiting the Cu(II) reduction by both O₂^{•-} and Asc⁻, then they act as highly performing OIL-1. Their reactions with the chelated metal are endergonic, having rate constants about ~10⁻⁵–10² M⁻¹ s⁻¹ compared with the Cu(II)(H₂O)₄ + O₂^{•-} and Cu(II)(H₂O)₄ + Asc⁻, which are exergonic reactions with rate constants of 4.66 × 10⁹ and 1.33 × 10⁸ M⁻¹ s⁻¹, respectively. On the contrary, coumaric acid and ferulic acid are able to prevent the Cu(II) reduction from Asc⁻ but do not inhibit the reduction by O₂^{•-}, albeit the reactions with these complexes are slower than with Cu(II)(H₂O)₄.

These results suggest that, although COA and FLA are able to coordinate copper, it is possible that the chelated metal can be reduced by strong reductants, such as O₂^{•-}, producing •OH radicals, through Fenton-type reactions. This is not expected to happen if PRA and GAA coordinate copper.

The OIL-2 behavior was also analyzed, which involves the reactions between the PhAs ligands in the copper complex and the hydroxyl radical (•OH). Different reaction mechanisms may contribute to such reactions, namely, single-electron transfer (SET), formal hydrogen atom transfer (f-HAT) and radical adduct formation (RAF). The

complexes with PRA and GAA were included in this part to test if they can scavenge $\cdot\text{OH}$ radicals formed, even though they do not contribute to their production.

Thermodynamic and kinetic results for the SET mechanism (Path (A) of Scheme 1) are collected. The rate constants values for this mechanism are in the range of 10^{-7} – 10^{-9} $\text{M}^{-1} \text{s}^{-1}$. The complex that reacts faster with $\cdot\text{OH}$ is $\text{H}_{n-2}\text{FLA}^{-2-(2)-\text{C}5}$, while the slowest reactions correspond to that of $\text{H}_{n-2}\text{FLA}^{-2-(2)-\text{C}2}$. When copper is coordinated only with water molecules, $\text{Cu(II)}(4\text{H}_2\text{O})$, the value of the Gibbs free energy of reaction with $\cdot\text{OH}$ through the SET mechanism becomes 73.85 kcal/mol [11]. It implies that the high values in the rate constants are due to the presence of PhAs in the coordination sphere of Cu(II) .



Scheme 1. (OIL-2) of PhAs-Cu(II).

Thermodynamic results for *f*-HAT mechanisms (Paths (B) and (C) of Scheme 1) are reported in Table 2. All the reactions resulted to be exergonic. COA forms complexes with copper through its fully deprotonated specie. For this reason, the only hydrogens available to be transferred to $\cdot\text{OH}$ are those of the water molecules coordinated to copper (Path (C) of Scheme 1). However, the copper complexes with PRA, FLA and GAA as ligands have protonated functional groups that also participate in *f*-HAT reactions with the $\cdot\text{OH}$ radical (Path (B) of Scheme 1). These groups are OCH_3 in the FLA complexes and OH in the PRA and GAA complex.

The *f*-HAT reactions are highly exergonic, with values of Gibbs free energy of reaction ranging from -41.90 to -51.76 kcal/mol, except those originated from the OCH_3 group in the FLA complexes, the values of which are -23.63 and -21.83 kcal/mol.

The *f*-HAT reactions from water molecules binding to copper (Path (C) of Scheme 1) were identified as barrierless, with rate constants (*k*) controlled by diffusion (Table 3). The same *f*-HAT mechanism was tested for the reaction between the $\text{Cu(II)}(4\text{H}_2\text{O})$ complex and the $\cdot\text{OH}$ radical. It was found that this reaction is endergonic by 1.6 kcal/mol. Those results evidence that Cu(II) coordinated only with water molecules is not able to act as radical scavenger.

For the RAF mechanism (Path (D) of Scheme 1), all the possible sites on the aromatic ring of PhAs numbered in Scheme 1 were considered. The ΔG energy values indicate exergonic reactions. However, the ΔG^\ddagger values are negative, suggesting that, in the RAF mechanism, a more complex mechanism is involved, probably implicating the formation of a pre-reactive adduct as a crucial step before the addition reaction. Therefore, in this case, the RAF reactions were evaluated considering the pre-reactive adduct and not the separated species as the RAF reactants. From the results, it emerges that the RAF mechanism does not contribute to the OIL-2 behavior of PhAs, because all the RAF pathways are endergonic processes with high activation barriers.

Table 3. Gibbs free energy of reaction (ΔG , kcal/mol) and rate constants (k , $M^{-1} s^{-1}$) for the *f*-HAT reactions between PhAs-Cu(II) and $\cdot OH$.

PhAs-Cu(II)	ΔG	k
$H_{n-2}COA^{-2-(2)-C2}$ from H_2O	-42.21	2.81×10^9
$H_{n-2}FLA^{-2-(2)-C5}$ from H_2O	-41.90	8.07×10^9
$H_{n-2}FLA^{-2-(2)-C5}$ from FLA (site OCH_3)	-23.63	8.06×10^9
$H_{n-2}FLA^{-2-(2)-C2}$ from H_2O	-46.28	8.08×10^9
$H_{n-2}FLA^{-2-(2)-C2}$ from FLA (site OCH_3)	-21.83	8.08×10^9
$H_{n-2}PRA^{-2-(2)-C7}$ from H_2O	-46.80	7.96×10^9
$H_{n-2}GAA^{-2-(2)-C7}$ from GAA (site OH)	-51.76	8.03×10^9
$H_{n-2}GAA^{-2-(2)-C7}$ from H_2O	-47.55	8.03×10^9

CONCLUSIONS

Nopal is a plant containing four phenolic acids: coumaric acid (COA), ferulic acid (FLA), protocatechuic acid (PRA), and gallic acid (GAA). These compounds had been shown to be efficient Cu(II) chelators, yielding five complexes with high thermodynamic stability. This implies that they can be efficient in treatments to detoxify the body from copper.

Dianionic species of PhAs are capable of reducing Cu(II) to Cu(I) and therefore promote the formation of $\cdot OH$ radicals through Fenton-type reactions; for this reason, they can be proposed as species with a behavior of pro-oxidants. However, when the chelates are formed, they can inhibit the reduction of the metal by the reductants of the $O_2^{\cdot -}$ and Asc^- , i.e., they can be proposed to act as OIL-1, especially the chelates of PRA and GAA, whereas the chelates of COA and FLA inhibit the reduction of Cu(II) by ascorbate and only slightly the reduction by the radical anion superoxide ($O_2^{\cdot -}$).

All the complexes between Cu(II) and PhAs can deactivate the $\cdot OH$ radical through SET and *f*-HAT reactions that take place at diffusion-controlled rates. Therefore, they can act as OIL-2 agents, inhibiting the damage by hydroxyl free radical immediately as it is formed by Fenton reactions. The PhAs studied in this investigation are proposed as OIL-1 and OIL-2, and therefore they can be proposed as protectors of biomolecules since they inhibit the reduction of Cu(II) to Cu(I) and therefore the formation of the hydroperoxyl free radical, and additionally, they react with hydroxyl free radical once it is formed.

REFERENCES

1. Butterfield, D. A.; Hensley, K.; Harris, M.; Mattson, M.; Carney, J. *Biochem. Biophys. Res. Commun.* **1994**, *200*, 710–715. DOI:10.1006/bbrc.1994.1508.
2. Boyd, N. F.; McGuire, V. *Free Radic. Biol. Med.* **1991**, *10*, 185–190. DOI: 10.1016/0891-5849(91)90074-d.
3. Nelson, R. L. *Free Radic. Biol. Med.* **1992**, *12*, 161–168. DOI: 10.1016/0891-5849(92)90010-e.
4. Pizzino, G.; Irrera, N.; Cucinotta, M.; Pallio, G.; Mannino, F.; Arcoraci, V.; Squadrito, F.; Altavilla, D.; Bitto, A. *Oxid. Med. Cell Longev.* **2017**, *2017*, 8416763. DOI:10.1155/2017/8416763.
5. Wu, J. Q.; Kosten, T. R.; Zhang, X. Y. *Prog. Neuro-Psychopharmacol. Biol. Psychiatry* **2013**, *46*, 200–206. DOI: 10.1016/j.pnpbp.2013.02.015.

6. Frisch, M.J.; Trucks, G.W.; Schlegel, H.B.; Scuseria, G.E.; Robb, M.A.; Cheeseman, J.R.; Fox, D.J. *Gaussian 09*; Gaussian, Inc.: Wallingford, CT, USA, 2009.
7. Galano, A.; Alvarez-Idaboy, J. R. *J. Comput. Chem.* **2013**, *34*, 2430–2445. DOI: 10.1002/jcc.23409.
8. Zhao, Y.; Schultz, N. E.; Truhlar, D. G. *J. Chem. Theory Comput.* **2006**, *2*, 364–382. DOI:10.1021/ct0502763.
9. Marenich, A. V.; Cramer, C. J.; Truhlar, D. G. *J. Phys. Chem. B.* **2009**, *113*, 6378–6396. DOI: 10.1021/jp810292n.
10. Bryantsev, V. S.; Diallo, M. S.; Goddard, W. A. *J. Phys. Chem. A.* **2009**, *113*, 9559–9567. DOI:10.1021/jp904816d.
11. Castañeda-Arriaga, R.; Pérez-González, A.; Reina, M.; Alvarez-Idaboy, J. R.; Galano, A. *J. Phys. Chem. B.* **2018**, *122*, 6198–6214. DOI:10.1021/acs.jpcc.8b03500.

CISQM-DE-QF01

Estudio de la influencia del impedimento estérico en la barrera energética rotacional del 2,2,3,3-tetrametilbutano

Flor María Briceño Vargas, Gumersindo Mirón López, Ramiro Quijano Quiñones*

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán, C. 43 No. 613, Col. Inalámbrica, Mérida 97069
Yucatán, México

A15001548@alumnos.uady.mx; *ramiro.quijano@correo.uady.mx

RESUMEN

El papel del impedimento estérico como la causa principal de la existencia de la barrera energética rotacional en el 2,2,3,3-tetrametilbutano fue estudiado realizando un perfil energético y haciendo uso de las metodologías NCI y QTAIM. Los resultados obtenidos presentan la existencia de dos barreras energéticas sucesivas con alturas de 8.93 kcal/mol y 0.96 kcal/mol, e interacciones de naturaleza atractiva y repulsiva entre los sustituyentes, así como un incremento en la fuerza de dichas interacciones en función del ángulo de rotación. Nuestros resultados indican que el impedimento estérico no domina sobre la barrera energética de esta molécula.

INTRODUCCIÓN

Las barreras energéticas rotacionales son fenómenos de interés para diversas disciplinas de la química y afines, como son la orgánica, inorgánica, organometálica, bioquímica, nanomateriales y catálisis. Esto se debe a que fungen como herramienta fundamental para la predicción de los productos de una reacción química, el diseño de nuevos catalizadores, el acoplamiento conformacional de un ligando dentro de un receptor proteínico y para evaluar la estabilidad de macrociclos, radicales alquílicos e isómeros cis-trans. [1–3]

El impedimento estérico ha sido considerado tradicionalmente como el origen de estas barreras rotacionales, sin embargo, al no ser un observable cuántico, éste carece de una definición rigurosa basada en la mecánica cuántica. Esto ha motivado la realización de numerosos estudios que han catalogado al impedimento estérico como el producto de diferentes efectos cuánticos, tales como la repulsión de Pauli, la repulsión de Coulomb y la polarización cuadrupolar. [4–7] De la misma forma, se han llevado a cabo múltiples intentos por cuantificar la contribución energética que el impedimento estérico posee dentro de las barreras rotacionales de moléculas pequeñas. Para ello se han realizado diferentes particiones energéticas basadas en diferentes aproximaciones según el modelo teórico empleado, lo que produce que no exista consenso en la contribución relativa que el impedimento estérico aporta en la barrera rotacional respecto otros términos energéticos.

El caso más sencillo y también uno de los más estudiados es el etano, en el cual se ha propuesto al impedimento estérico como uno de los factores que gobiernan la barrera de rotación. Sin embargo, hasta ahora no existe un consenso respecto al origen de la barrera de energética que el etano presenta. En el otro extremo del espectro se encuentra el derivado hexa-sustituido, el 2,2,3,3-tetrametilbutano, el cual cuenta con seis grupos metilo unidos el eje de rotación. De este compuesto se cuenta con poca información acerca de su barrera rotacional. Debido a la diferencia en el tamaño de los sustituyentes, se espera que el efecto del impedimento estérico en la barrera de rotación sea más evidente en el 2,2,3,3-tetrametilbutano que en el etano. Por lo tanto, en este trabajo se propone estudiar la contribución del efecto estérico presente en la barrera rotacional del 2,2,3,3-tetrametilbutano. Para realizar este estudio proponemos un análisis de la topología de la densidad electrónica a través de diferentes metodologías tales como teoría cuántica de átomos en moléculas (QTAIM) y gradiente reducido con enfoque en las interacciones no covalentes (NCI), ya que la densidad electrónica es un concepto mucho más fundamental que la energía, y requiere el uso de una menor cantidad de aproximaciones para su estudio. Con propósito de cuantificar el impedimento estérico, realizaremos integrales de la densidad electrónica, asociadas a la fuerza de las interacciones no covalentes presentes entre los sustituyentes.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Se llevó a cabo el cálculo de la superficie de energía potencial del 2,2,3,3-tetrametilbutano utilizando el nivel de teoría M06-2X/6-31+G(d,p) implementados en el software Spartan'20,[9,10] considerando como eje de rotación el enlace C-C, partiendo desde 0° hasta 120°, en intervalos de 5°. En cada caso, se mantuvo fijo el valor del ángulo diedro y se optimizó el resto de la molécula. En cada geometría obtenida, se obtuvo la correspondiente función de onda, la cual fue posteriormente analizada mediante el cálculo del gradiente reducido (s). Una vez identificadas las NCI de interés se obtuvieron las integrales e isosuperficies para luego efectuar la búsqueda de posibles puntos críticos QTAIM haciendo uso de los códigos NCIPL0T4 [11] y Multiwfn [12], respectivamente.

El perfil energético calculado del 2,2,3,3-tetrametilbutano (Fig. 1) exhibe la presencia de dos máximos y un mínimo, donde los máximos corresponden a las conformaciones eclipsada (0°) y alternada (60°), mientras que la conformación de mínima energía posee un ángulo diedro de 45°. Es importante destacar que la existencia de dos puntos máximos da lugar a dos barreras energéticas sucesivas con alturas de 8.93 kcal/mol en el máximo a 0° y 0.96 kcal/mol para el máximo a 60°.

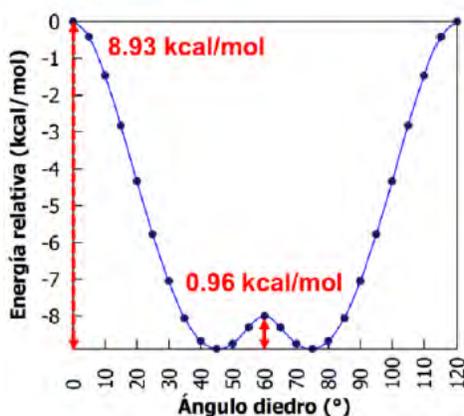


Fig. 1. Perfil energético del 2,2,3,3-tetrametilbutano obtenido con M06-2X/6-31+G(d,p).

El análisis de gradiente reducido (s) efectuado indica la existencia de interacciones no covalentes de naturaleza atractiva y repulsiva, las cuales aparecen entre los grupos metilo encontrados en los extremos de la molécula. Los diagramas 2D de s contra $\text{sign}(\lambda_2)$ ρ representados en la Fig. 2 muestran la formación de dos picos pronunciados que adquieren valores de s cercanos a 0 al aproximarse al mínimo energético (Fig. 2). Este hecho sugiere la presencia de puntos críticos QTAIM.

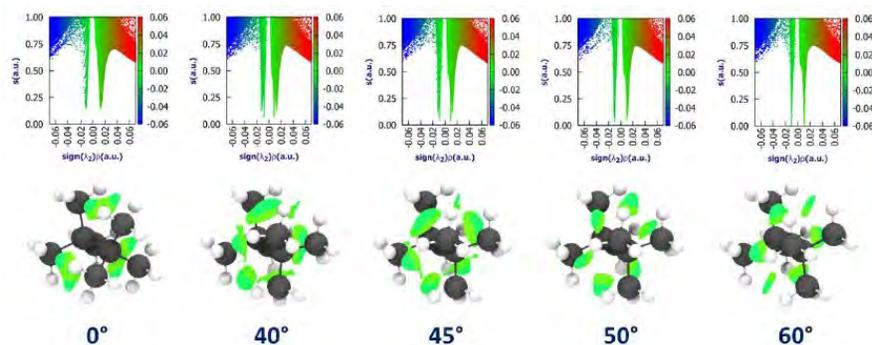


Fig. 2. Gráficas de gradiente reducido (s) contra $\text{sign}(\lambda_2)$ ρ acompañadas de representaciones de sus isosuperficies ($s=0.5$) que muestran las NCI existentes entre los grupos metilo, según el ángulo de rotación del eje C-C en el 2,2,3,3-tetrametilbutano.

Por tal motivo, se realizó un estudio de la topología de la densidad electrónica del 2,2,3,3-tetrametilbutano mediante el análisis QTAIM, revelando la aparición de puntos críticos de enlace (3, -1) que aparecen en el mismo sitio donde se observan las interacciones atractivas entre los grupos voluminosos, y puntos críticos de anillo (3, 1), debidos a la formación de un pseudo anillo conformado por los grupos metilo interactuantes y el eje de rotación, que corresponden a la parte repulsiva de las NCI observadas (Fig. 3). Se calcularon los valores de densidad electrónica $\rho(r)$ y el laplaciano $\nabla^2\rho(r)$ como función del ángulo diedro, con el propósito de caracterizar a los puntos críticos de enlace (3,-1) y los de anillo (3,1), estos valores se muestran en la tabla 1.

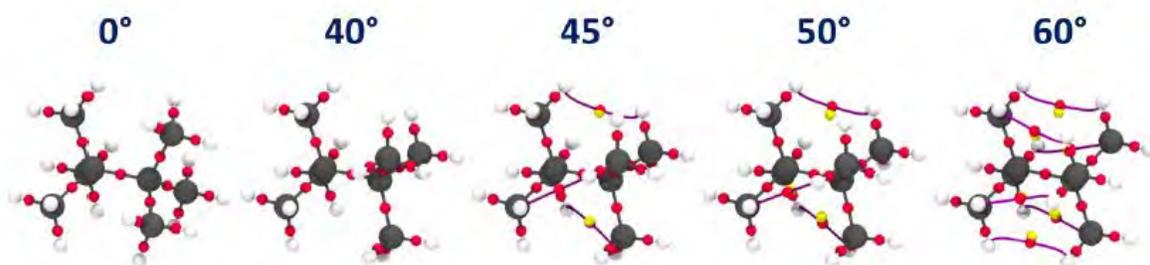


Fig. 3. Representaciones de la topología molecular QTAIM por ángulo de rotación obtenida para el 2,2,3,3-tetrametilbutano. En rojo se representan los puntos críticos de enlace (3,-1) y en amarillo los puntos críticos de anillo (3,1).

Tabla 1. Valores de densidad electrónica $\rho(r)$ y laplaciano $\nabla^2\rho(r)$ calculados para los puntos críticos de enlace (3,-1) y puntos críticos de anillo (3,1) según la variación del ángulo diedro del 2,2,3,3-tetrametilbutano.

Ángulo diedro (°)	(3,-1)		(3,1)	
	$\rho(r)$	$\nabla^2\rho(r)$	$\rho(r)$	$\nabla^2\rho(r)$
45	0.0092	0.0373	0.0092	0.0382
46	0.0094	0.0377	0.0094	0.0399
47	0.0096	0.0381	0.0095	0.0407
48	0.0097	0.0385	0.0097	0.0420
49	0.0100	0.0394	0.0098	0.0431
50	0.0100	0.0395	0.0100	0.0439
60	0.0108	0.0450	0.0107	0.0480

Los valores de la densidad electrónica $\rho(r)$ y del laplaciano $\nabla^2\rho(r)$ para los puntos críticos (3,-1) y (3,1) se localizan dentro del rango propuesto de caracterización para las interacciones no covalentes¹³. Conforme el ángulo diedro aumenta, los valores de $\rho(r)$ y del laplaciano $\nabla^2\rho(r)$ para ambos puntos críticos incrementan, evidenciando el crecimiento en la fuerza de las interacciones tanto atractivas como repulsivas.

Con fines de cuantificar de mejor manera la fuerza de las interacciones, se obtuvieron los valores de las integrales de densidad electrónica haciendo uso del esquema de gradiente reducido. Los valores resultantes muestran una tendencia a incrementar conforme los grupos metilo se alejen durante la rotación (tabla 2), desde 1.87507 a 1.94039 para la parte repulsiva y de 0.15340 a 0.16166 para la parte atractiva. Debido a que las interacciones repulsivas entre los grupos voluminosos aumentan en dirección del conformero alternado (60°) y adquieren su valor máximo en el mínimo energético, podemos concluir que el efecto estérico no es un factor que influya sobre la barrera rotacional del 2,2,3,3-tetrametilbutano.

Tabla 2. Valores obtenidos de integrales para las partes atractiva y repulsiva de las NCI identificadas.

Ángulo diedro	\int pdv atractiva	\int pdv repulsiva
0	0.15340	1.87507
10	0.15915	1.88957
20	0.16922	1.90624
30	0.16135	1.93521
40	0.16028	1.94407
45	0.15973	1.94462
50	0.15930	1.93906
60	0.16166	1.94039

CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos para el 2,2,3,3-tetrametilbutano develaron la existencia de dos máximos y un mínimo en dos barreras rotacionales sucesivas, desde 0° hasta 60°, donde uno de los máximos se encuentra en el confórmero alternado, mientras que el mínimo aparece en el ángulo de 45°.

El análisis de interacciones no covalentes (NCI) muestra la presencia de interacciones de carácter atractivo y repulsivo entre los grupos metilos transversales al eje principal del 2,2,3,3-tetrametilbutano, donde igualmente se observa la aparición de puntos críticos QTAIM.

El análisis QTAIM muestra la aparición de puntos críticos en el intervalo de ángulos desde 45° a 60°, correspondientes a las interacciones que ocurren entre los átomos de hidrógeno más cercanos entre sí. Además, los valores calculados de la densidad electrónica y su correspondiente laplaciano correlacionan con un incremento en la fuerza de las interacciones atractivas y repulsivas, tendencia que se encontró en el comportamiento de los valores de integrales calculadas con NCI, por lo que el efecto estérico no gobierna sobre la barrera rotacional del 2,2,3,3-tetrametilbutano.

REFERENCIAS

- Gallegos, M.; Costales, A.; Pendás, Á. M. Energetic Descriptors of Steric Hindrance in Real Space: An Improved IQA Picture. *ChemPhysChem* **2021**, *22* (8), 775–787. DOI: <https://doi.org/10.1002/cphc.202000975>.
- Wilson, E. B. Conformational studies on small molecules. *Chem. Soc. Rev.* **1972**, *1* (3), 293–318. DOI: <https://doi.org/10.1039/CS9720100293>.
- Quijano-Quiñones, R. F.; Quesadas-Rojas, M.; Cuevas, G.; Mena-Rejón, G. J. The rotational barrier in ethane: A molecular orbital study. *Molecules* **2012**, *17* (4), 4661–4671. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules17044661>.
- Baranac-Stojanović, M. Theoretical analysis of the rotational barrier in ethane: cause and consequences. *Struct. Chem.* **2015**, *26* (4), 989–996. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11224-014-0557-5>.
- Bader, R. F. W.; Cheeseman, J. R.; Laidig, K. E.; Wiberg, K. B.; Breneman, C. Origin of Rotation and Inversion Barriers. *J. Am. Chem. Soc.* **1990**, *112* (18), 6530–6536. DOI: <https://doi.org/10.1021/ja00174a012>.
- Badenhoop, J. K.; Weinhold, F. Natural steric analysis of internal rotation barriers. *Int. J. Quantum Chem.* **1999**, *72* (4), 269–280. DOI: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-461X\(1999\)72:4<269::AID-QUA9>3.0.CO;2-8](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-461X(1999)72:4<269::AID-QUA9>3.0.CO;2-8).
- Liu, S. Steric effect: A quantitative description from density functional theory. *J. Chem. Phys.* **2007**, *126* (24), 244103. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.2747247>.

8. Scott, D. W.; Douslin, D. R.; Gross, M. E.; Oliver, G. D.; Huffman, H. M. 2,2,3,3-Tetramethylbutane: Heat Capacity, Heats of Transition, Fusion and Sublimation, Vapor Pressure, Entropy and Thermodynamic Functions. *J. Am. Chem. Soc.* **1952**, *74* (4), 883–887. DOI: <https://doi.org/10.1021/ja01124a007>.
9. Wavefunction Inc. Spartan'20. Irvine, CA. 2020.
10. Zhao, Y.; Truhlar, D. G. A Density Functional That Accounts for Medium-Range Correlation Energies in Organic Chemistry. *Org. Lett.* **2006**, *8* (25), 5753–5755. DOI: <https://doi.org/10.1021/ol062318n>.
11. Boto, R. A.; Peccati, F.; Laplaza, R.; Quan, C.; Carbone, A.; Piquemal, J.-P.; Maday, Y.; Contreras-García, J. NCIPLOT4: Fast, Robust, and Quantitative Analysis of Noncovalent Interactions. *J. Chem. Theory Comput.* **2020**, *16* (7), 4150–4158. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.jctc.0c00063>.
12. Lu, T.; Chen, F. Multiwfn: A multifunctional wavefunction analyzer. *J. Comput. Chem.* **2012**, *33* (5), 580–592. DOI: <https://doi.org/10.1002/jcc.22885>.
13. Koch, U.; Popelier, P. L. A. Characterization of C-H-O hydrogen bonds on the basis of the charge density. *J. Phys. Chem.* **1995**, *99* (24), 9747–9754. DOI: <https://doi.org/10.1021/j100024a016>.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



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

ENERGÍA.
TRANSFORMANDO AL
MUNDO UN KJ A LA VEZ - JJ

CISQM-JJ-CP02

Aumento de la producción de hidrógeno en fermentación oscura por medio de la extracción de ácidos carboxílicos

Enoé Rodríguez Jonguitud, René Rangel Méndez, Aura Ontiveros Valencia, Lourdes B. Celis, César Nieto Delgado, Elías Razo Flores

División de Ciencias Ambientales, Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica A. C., Camino a la Presa San José 2055, Lomas 4a sección, C.P. 78216 San Luis Potosí, S.L. P., México.

eno.e.rodriguez@ipicyt.edu.mx

RESUMEN

La fermentación oscura es una opción para la producción de hidrógeno (H₂) y de ácidos carboxílicos. En este trabajo se exploró el uso de resinas poliméricas como estrategia de extracción de ácidos carboxílicos durante el proceso de fermentación oscura para disminuir la inhibición por producto y aumentar la producción de hidrógeno y de ácidos carboxílicos. Se evaluaron dos resinas poliméricas comerciales (iónica y no-iónica) que tenían selectividad diferente hacia los ácidos carboxílicos formados en la fermentación oscura. La configuración del sistema de extracción se diseñó para mitigar los cambios de pH y disminuir los problemas mecánicos que suelen presentarse durante la operación con resinas poliméricas. La resina no-iónica presentó los mejores resultados en la configuración seleccionada aumentando 39.3 % el volumen de H₂ producido con respecto al control, mientras que el rendimiento molar de lactato y butirato aumentó 125 % y 20.4 %, respectivamente.

CISQM-JJ-CP04

Efecto de la concentración de Mn como dopante en Cuprato de litio como cátodo para baterías de ion litio

Miguel Ángel Martínez Cruz, Ignacio González, Guadalupe Ramos Sánchez
Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa. Av. San Rafael Atlixco #186, Col. Vicentina, 09340, CDMX,
México
miguee.cm@gmail.com

RESUMEN

En este trabajo se evaluó la solubilidad máxima de manganeso en la estructura cristalina de Li_2CuO_2 . Por medio de difracción de rayos-X se evaluó la incorporación de manganeso en Li_2CuO_2 . Los resultados mostraron modificaciones en los parámetros de red, debido a la sustitución de manganeso en las posiciones de cobre. Se evaluó el desempeño electroquímico de los materiales por ciclado galvanostático. En todos los materiales se observó una menor propensión de la evolución de O_2 durante varios ciclos. Entre todas las muestras, la sustitución del 3.5% y 7.5% en mol de Mn revelaron una mejora en la retención de la carga y mayores capacidades después de 30 ciclos. La mejora en estas propiedades electroquímicas se le atribuye a la estabilidad estructural que ofrece el manganeso al ser sustituido en las posiciones de Cu.

INTRODUCCIÓN

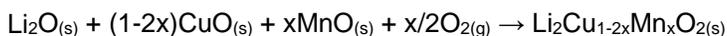
La búsqueda de materiales catódicos para las baterías de ion litio (LIB) ha sido de gran interés a nivel mundial debido a la posibilidad de incrementar el almacenamiento de energía para los dispositivos electrónicos portátiles y las numerosas ventajas medioambientales de los coches eléctricos. Uno de los materiales catódicos que han sido estudiados es el Li_2CuO_2 por su alta capacidad teórica, el bajo costo del cobre y abundante. Debido a su composición química, es posible la deinserción de 1 ó 2 iones de litio con capacidades teóricas de 490 y 245 mAhg^{-1} , respectivamente. Al extraer un litio en una ventana de potencial de 2.0 a 3.8 V vs Li^0/Li^+ , la estructura pasa de una estructura ortorrómbica a monoclínica, esta última se vuelve irreversible durante la inserción del ion litio permitiendo una reincorporación de 0.5 de litio, logrando un producto final con estequiometría $\text{Li}_{1.5}\text{CuO}_2$ con una capacidad mucho menor a la inicial [1,2]. Extraer dos litios es posible a potenciales superiores de 3.9 V, sin embargo, el segundo proceso redox se le asocia a la oxidación de O^{2-} debido que la densidad de estados aumenta sobre oxígeno y disminuye en cobre después del primer proceso redox, generando productos irreversibles como CuO y oxígeno molecular [2,3]. Debido a la problemática de trabajar con óxidos laminares a altos potenciales, diferentes reportes teóricos han confirmado que la sustitución de otros iones metálicos de transición al catión metálico huésped disminuye la densidad de estados sobre oxígeno y mejora la estabilidad del material a largo plazo [4,5].

Con este enfoque, se ha reportado el efecto de la sustitución parcial de cobre por manganeso, hierro y níquel en Li_2CuO_2 [6]. De los tres materiales, el material modificado con Mn reveló una mejora en la retención de la capacidad durante los procesos de carga/descarga, incluso a potenciales superiores a 3.9 V vs Li^0/Li^+ . La presencia de manganeso desplaza el proceso redox de O^{2-}/O_2 a potenciales más altos, corroborando la reversibilidad estructural y la menor propensión a realizar la evolución de O_2 durante varios ciclos de carga. La concentración de Mn reportado inicialmente fue del 5 % en mol debido a que la máxima solubilidad de Fe en la estructura es del 5 % mol [7]. Sin embargo, se desconoce la máxima solubilidad de Mn en la estructura de Li_2CuO_2 , en este sentido, en este trabajo se propuso incorporar diferentes concentraciones de manganeso formando soluciones solidas sustitucionales, caracterizarlos mediante difracción de rayos-X y posteriormente evaluar el efecto sobre las propiedades electroquímicas.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Síntesis

Las muestras de Li_2CuO_2 modificadas con diferentes concentraciones nominales de manganeso, se obtuvieron por el método de reacción química de estado sólido. Para la síntesis de Li_2CuO_2 se utilizaron como precursores óxido de litio (Li_2O 97 %, Aldrich) y óxido de cobre (CuO 99 %, Meyer) con una estequiometría de 1.2:1. Para las síntesis de las fases modificadas se utilizó como precursor óxido de manganeso (MnO 97 %, Meyer). En todos los casos, los precursores se molieron en un mortero de ágata, utilizando un exceso de óxido de litio del 20 % en peso para compensar el efecto de sublimación del litio [6,7]. Posteriormente las mezclas de polvos se prensaron a 4 Ton durante 30 segundos y se trataron térmicamente a 800 °C durante 6 h en aire. La reacción general se describe a continuación, con una estequiometría de CuO diferente debido al número de oxidación de manganeso en producto final que es +4:



Caracterización estructural

Se obtuvieron los difractogramas de rayos-X (XRD) en un difractómetro Bruker D8 Advance con radiación $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) en aire a temperatura ambiente. La intensidad de difracción en función del ángulo 2θ se midió entre 15° y 70°, con un paso de 2θ de 0.020415°, por 38.4 s. Los patrones de DRX fueron refinados por el método de Rietveld tal como se implementa en el Código Académico TOPAS (versión 6), utilizando el enfoque de parámetros fundamentales [8]. SRM-NIST 660b (LaB_6) fue utilizado para determinar la contribución instrumental a los patrones de difracción de Rayos-X [9].

Caracterización electroquímica

El cátodo para batería de ion litio (LIB) se preparó con 75 % de material sintetizado, 15 % de carbono Super-P (TIMCAL) y 10 % de PVDF (Sigma-Aldrich), la mezcla se colocó en agitación aproximadamente 12 horas. Una vez mezclado, se utilizó para formar electrodos de 25 mg con un diámetro de 1.3 cm en una prensa hidráulica tipo H a 4 ton durante 5 minutos. Posteriormente, los electrodos preparados se ensamblaron en una celda de tipo combi usando una lámina de Li como ánodo y 150 μL de hexafluorofosfato de litio, 1M LiPF_6 , en carbonato de etileno (EC), carbonato dimetilo (DMC) y carbonato de dietilo (DEC) como electrolito, impregnado en un separador de fibra de vidrio (Whatman 0.6 mm thick-ness). Los procesos de mezcla y ensamblaje se realizaron bajo atmósfera de argón, dentro de una caja de guantes, para evitar reacciones no favorables. Una vez preparadas las celdas, se llevaron a cabo las pruebas electroquímicas en un potencióstato multicanal VMP-3 (Biologic).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Las muestras obtenidas por la síntesis en estado sólido se analizaron por difracción de rayos-X, el cual permitió confirmar la formación de $\text{Li}_2\text{Cu}_{1-2x}\text{Mn}_x\text{O}_2$ donde $x = 0.0, 0.025, 0.035, 0.05, 0.075, 0.10$. Debido a la diferencia de los radios iónicos y la carga de Cu^{2+} y Mn^{4+} se espera cambios en los parámetros de celda. Cabe mencionar que la presencia de Mn^{4+} en Li_2CuO_2 se confirmó mediante resonancia paramagnética electrónica en un trabajo previo [6]. La muestra con $x=0$ se utilizó como referencia para determinar los posibles cambios estructurales y propiedades por la sustitución de manganeso por cobre. Por XRD se confirmó la fase de Li_2CuO_2 , todos los picos de difracción coinciden con los correspondientes a la fase cristalina ortorrómbica con grupo espacial *Immm* (00-079-1939), Fig. 1. Los difractogramas de las muestras modificadas con diferentes concentraciones nominales de Mn indican que todos son isoestructurales al Li_2CuO_2 sin modificar. Cabe mencionar que cuando $x > 10$ se observan reflexiones que pertenecen a la fase Li_2MnO_3 (figura no mostrada), indicando que concentraciones de Mn^{4+} mayores a 10 % en mol ya no es soluble en la estructura de Li_2CuO_2 .

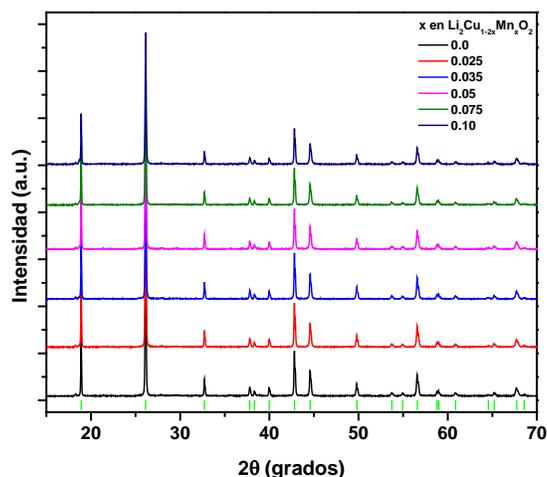


Fig. 1. Difractogramas de las muestras de Li_2CuO_2 y de las diferentes composiciones de manganeso (indicadas en la figura). Las líneas verticales corresponden al patrón de referencia identificada mediante la ficha 00-079-1939 ICSD.

Para establecer, de forma cuantitativa, el efecto estructural de la incorporación de Mn en Li_2CuO_2 , los patrones de XRD se analizaron mediante el método de refinamiento Rietveld. Los parámetros obtenidos mediante el método de Rietveld permiten analizar los cambios en los parámetros de la celda ortorrómbica por la presencia de diferentes concentraciones de manganeso. Asumiendo que Cu^{2+} forma una coordinación cuadrada plana con los O^{2-} situadas en el plano bc , se espera una contracción de la celda al aumentar la concentración de Mn debido a la diferencia de los radios iónicos de Cu^{2+} y Mn^{4+} . De acuerdo con Shannon [10], los radios iónicos del Cu^{2+} y del Mn^{4+} son 0.71Å y 0.53Å , respectivamente. Además, Mn^{4+} no ha sido reportado con simetría cuadrada plana, por lo que muy probablemente genere una distorsión en la celda unitaria. Tomando de referencia los parámetros de celda la muestra Li_2CuO_2 , se observa una disminución en los parámetros de celda cuando se aumenta la concentración de Mn, solo alguna discrepancia que presenta en muestra $\text{Li}_2\text{Cu}_{0.93}\text{Mn}_{0.035}\text{O}_2$, con un aumento en los parámetros a y b que se repercute en el volumen de la celda unitaria (Tabla 1).

Tabla 1. Parámetros de red para todas las composiciones de $\text{Li}_2\text{Cu}_{1-2x}\text{Mn}_x\text{O}_2$.

x en $\text{Li}_2\text{Cu}_{1-2x}\text{Mn}_x\text{O}_2$	a (Å)	b (Å)	c (Å)	V (Å ³)	R_{wp} (%)
0	3.6613(2)	2.8595(1)	9.3905(7)	98.313(9)	4.3
0.025	3.6611(3)	2.8588(2)	9.3903(9)	98.283(12)	5.0
0.035	3.6614(3)	2.8588(2)	9.3909(10)	98.296(15)	5.2
0.05	3.6610(3)	2.8590(2)	9.3902(9)	98.287(12)	4.8
0.075	3.6607(3)	2.8587(2)	9.3897(10)	98.261(15)	5.5
0.1	3.6604(3)	2.8592(2)	9.3894(10)	98.268(15)	5.8

Corroborando la formación de soluciones solidas por XRD y otras técnicas espectroscópicas (por ahora no mencionadas) se procedió a evaluar el comportamiento electroquímico de los compuestos obtenidos. El desempeño electroquímico de los materiales se analizó mediante el ciclado galvanostático a corriente constante. Los experimentos se analizaron en una ventana de potencial de 1.5 a 4.2 V vs Li^0/Li^+ a C/10, considerando la capacidad teórica al extraer un ion de litio, 245mAhg^{-1} (Fig. 2(a)). En el primer ciclo durante la carga, para todas las composiciones se observan dos mesetas bien definidas aproximadamente en 3.3 y 4.1 V vs Li^0/Li^+ , el primer

proceso faradaico se asocia a la oxidación de Cu^{2+} a Cu^{3+} y el segundo proceso a la oxidación de O^{2-} a O_2 . Durante la descarga, la disminución en las capacidades es congruente porque la incorporación de Mn en la estructura de cuprato de litio disminuye las cantidades de cobre que son activos al proceso redox. Los cambios más significativos se pueden observar en las mesetas y las capacidades; en Li_2CuO_2 son más prolongadas y van disminuyendo al aumentar la concentración de Mn^{4+} , lo mismo ocurre con las capacidades de cada composición, excepto para $x = 0.05$.

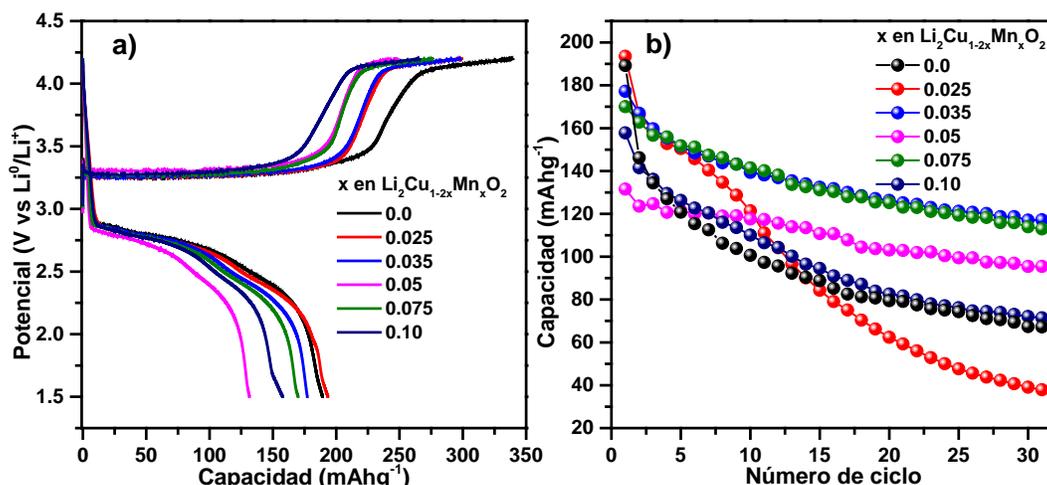


Fig. 2. (a) Perfiles de carga/descarga y (b) variación de la capacidad de descarga en función de número de ciclo del sistema $\text{LiO}/1 \text{ M LiPF}_6 \text{ EC:DMC:EMC } 1:1:1/$ (material activo-CSP-PVDF: 75-15-10 % en peso) ciclado en una ventana de potencial 1.5 – 4.2 V a C/10 a temperatura ambiente.

El primer ciclo da un panorama general de los procesos redox y la máxima capacidad que puede llegar a tener un compuesto. Sin embargo, es necesario ciclar los materiales para conocer la retención de la carga de cada material. Para todos los compuestos se ciclaron por 30 ciclos (Fig. 2(b)). Se observa que después de treinta ciclos los compuestos que tienen una mayor capacidad son de las composiciones $x = 0.035$ y 0.075 , 117 y 113 mAhg^{-1} , respectivamente. Posteriormente las de $x = 0.05$, 0.10 , 0.0 , 0.025 , 95, tienen capacidades de 95, 71, 67, 38 mAhg^{-1} , respectivamente. Se observa que los materiales modificados tienen una capacidad mayor comparado con el material de referencia a excepción de la composición $x = 0.025$ que es mucho menor. Los porcentajes de retención de cada compuesto fueron calculados y se observa que el material que retiene mejor la carga después de treinta y uno es el compuesto $\text{Li}_2\text{Cu}_{0.9}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_2$, 72.5 %, seguido de los compuestos $\text{Li}_2\text{Cu}_{0.85}\text{Mn}_{0.075}\text{O}_2$, $\text{Li}_2\text{Cu}_{0.93}\text{Mn}_{0.035}\text{O}_2$, $\text{Li}_2\text{Cu}_{0.8}\text{Mn}_{0.1}\text{O}_2$, Li_2CuO_2 y $\text{Li}_2\text{Cu}_{0.95}\text{Mn}_{0.025}\text{O}_2$, 66.4 %, 66.1 %, 45.3 %, 35.6 % y 19.6 %, respectivamente. Como ya se reportó por Martínez-Cruz et al. ⁶, concuerda que la presencia de Mn mejora la retención de la carga debido a la estabilidad estructural durante la inserción/deinserción de los iones litio.

CONCLUSIONES

En este trabajo se determinó que la máxima solubilidad de Mn^{4+} en Li_2CuO_2 es el 10 % en mol formando soluciones sólidas sin la presencia de fases secundarias. La presencia de Mn en los sitios de Cu afecta en los parámetros de red de la estructura cristalina. Se demostró que los materiales con el 3.5 % y 7.5 % de Mn^{4+} ofrecen capacidades mucho mayores que las demás composiciones y una mejora en la retención de la carga debido que el Mn mejora la estabilidad estructural del material. La mejora en las propiedades electroquímicas de los materiales los hace muy prometedores como cátodos para LIB aunado que el Mn es de bajo costo y amigable con el medio ambiente.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo del CONACyT, a través de ciencia básica A1-S-15770 y al Fordecyt-Pronances 1717328, y a la UAM división de CBI 2022.

REFERENCIAS

1. Prakash, A. S.; Larcher, D.; Morcrette, M.; Hegde, M. S.; Leriche, J. Synthesis, Phase Stability, and Electrochemically Driven Transformations in the LiCuO_2 - Li_2CuO_2 System. **2005**, *74* (14), 4406–4415. DOI: <https://doi.org/10.1021/cm0508266>.
2. Ramos-Sanchez, G.; Romero-Ibarra, I. C.; Vazquez-Arenas, J.; Tapia, C.; Aguilar-Eseiza, N.; Gonzalez, I. Controlling Li_2CuO_2 Single Phase Transition to Preserve Cathode Capacity and Cyclability in Li-Ion Batteries. *Solid State Ionics* **2017**, *303*, 89–96. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2017.02.018>.
3. Ruther, R. E.; Zhou, H.; Dhital, C.; Saravanan, K.; Kercher, A. K.; Chen, G.; Huq, A.; Delnick, F. M.; Nanda, J. Synthesis, Structure, and Electrochemical Performance of High Capacity $\text{Li}_2\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{O}_2$ Cathodes. *Chem. Mater.* **2015**, *27* (19), 6746–6754. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.5b02843>.
4. Johannes, M. D.; Swider-Lyons, K.; Love, C. T. Oxygen Character in the Density of States as an Indicator of the Stability of Li-Ion Battery Cathode Materials. *Solid State Ionics* **2016**, *286* (March), 83–89. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2015.12.025>.
5. Perea-Ramírez, L. I.; Guevara-García, A.; Galván, M. Using Local Softness to Reveal Oxygen Participation in Redox Processes in Cathode Materials. *J. Mol. Model.* **2018**, *24* (9). DOI: <https://doi.org/10.1007/s00894-018-3754-0>.
6. Martínez-Cruz, M. A.; Yañez-Aulestia, A.; Ramos-Sánchez, G.; Oliver-Tolentino, M.; Vera, M.; Pfeiffer, H.; Ramírez-Rosales, D.; González, I. Unraveling the Effects on Lithium-Ion Cathode Performance by Cation Doping M- Li_2CuO_2 Solid Solution Samples (M = Mn, Fe and Ni). *Dalt. Trans.* **2020**, *49* (14), 4549–4558. DOI: <https://doi.org/10.1039/d0dt00273a>.
7. Yañez-Aulestia, A.; Ovalle-Encinia, O.; Pfeiffer, H. Evaluation of Fe-Containing Li_2CuO_2 on CO_2 Capture Performed at Different Physicochemical Conditions. *Environ. Sci. Pollut. Res.* **2018**, 1–12. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11356-018-2444-x>.
8. Cheary, R. W.; Coelho, A. Fundamental Parameters Approach to X-Ray Line-Profile Fitting. *J. Appl. Crystallogr.* **1992**, *25* (pt 2), 109–121. DOI: <https://doi.org/10.1107/S0021889891010804>.
9. Black, D. R.; Windover, D.; Henins, A.; Filliben, J.; Cline, J. P. Certification of Standard Reference Material 660B. *Powder Diffr.* **2011**, *26* (2), 155–158. DOI: <https://doi.org/10.1154/1.3591064>.
10. Shannon, R. D. Revised Effective Ionic Radii and Systematic Studies of Interatomic Distances in Halides and Chalcogenides. *Acta Crystallogr. Sect. A* **1976**, *32* (5), 768–771. DOI: <https://doi.org/10.1107/S0567739476001563>.

CISQM-JJ-PO01

Synthesis of NiMn layered double hydroxides/N-doped carbon composites as bifunctional electrocatalysts

Oscar Ambriz-Peláez¹, José Béjar², Carlos Manuel Ramos-Castillo³, Beatriz Liliana España-Sánchez¹, Minerva Guerra-Balcázar³, Lorena Álvarez-Contreras², **Noé Arjona**^{1*}

¹Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Pedro Escobedo, Querétaro, C.P. 76703, México.

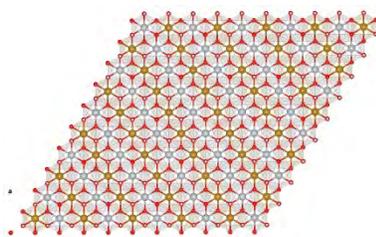
²Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Chihuahua, C.P. 31136, México.

³Facultad de Ingeniería, División de Investigación y Posgrado, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro, C.P. 76010, México.

wvelazquez@cideteq.mx

ABSTRACT

In this work, NiMn LDHs were synthesized changing the Ni/Mn molar ratio to obtain bifunctional electrocatalysts. Physicochemical results indicated that BET surface areas between 80 to 200 m² g⁻¹ were obtained for NiMn with different compositions. The NiMn 3:1 composite presented the best activity for OER, while activity for ORR was improved with the use of the N-doped carbon support. During the ORR, the NiMn 3:1 displayed the most favorable onset potential (0.76 V), while for the OER, this value was of 1.46 V, achieving a ΔE of only 700 mV, indicating great bifunctionality.



CISQM-JJ-PO02

Fabricación y caracterización de películas absorbedoras de Cu(In,Ga)Se₂ elaboradas mediante electrodeposición, utilizando diversas sales metálicas, para la construcción de celdas solares

Arelis Ledesma-Juárez¹, A.M. Fernández¹

¹Instituto de Energías Renovables, Universidad Nacional Autónoma de México, Av. Xochicalco S/n, Temixco, Morelos, 62580, México.
arelis@ier.unam.mx

RESUMEN

En este trabajo se presenta el uso de tres diferentes tipos de sales metálicas y voltajes, para elaborar películas delgadas absorbedoras de Cu(In,Ga)Se₂ (CIGSe) mediante la técnica de co-electrodeposición, y estudiar el efecto del tipo de nucleación, sobre dos sustratos diferentes. Así mismo, se muestran los diversos estudios de la caracterización estructural, morfológica, de composición atómica y electroquímica, con el propósito de entender la formación, crecimiento y morfología de las películas CIGSe. Así mismo, obtener una adecuada estequiometría para la fabricación de celdas solares de película delgada utilizando este absorbedor.

INTRODUCCIÓN

Las celdas solares de película delgada se clasifican como de segunda generación, este tipo de celdas poseen diversas ventajas con relación a las de primera y tercera generación, entre las cuales se encuentran: requiere bajos espesores de los materiales semiconductores que las forman, así como también, pueden ser preparadas con técnicas de bajo costo. Ejemplos de ellas son las que utilizan absorbedores elaborados a base de metales calcogenuros, como el diselenuro de Cobre, Indio (CISE₂), diselenuro de Cobre, Indio y Galio, Cu(In,Ga)Se₂ (CIGSe), telurio de cadmio (CdTe) y Silicio amorfo o cristalino (a-Si). Las que destacan son las de CIGS debido a que posee, como principales características un alto coeficiente de absorción de más de 10⁵/cm, una brecha de banda de energía estrecha de 1.0–1.7 eV [1], estabilidad a largo plazo y un buen rendimiento en condiciones de poca luz, lo cual permite ser utilizado en diversas aplicaciones de foto conversión de energía, así mismo se considera una opción relativamente responsable con el medio ambiente por ser productos químicos no tóxicos (aleación CIGSe) [2]. Además de que es posible obtener celdas solares más eficientes y al poder utilizar sustratos flexibles permite fabricar dispositivos de menor precio. Hay una gran variedad de técnicas para la preparación del CIGSe [3], dentro de las que destaca es la evaporación reactiva, sputtering, o combinación de diversas técnicas similares. Con el uso de CIGSe se ha logrado construir celdas solares con eficiencias de hasta 23.35 % [4], las cuales utilizan técnicas de alto vacío para preparar el absorbedor CIGSe. El uso de estas técnicas de vacío representa altos costos de fabricación, además de un alto porcentaje de desperdicio de materiales. Por tal motivo la técnica del electrodeposición ofrece diversas ventajas sobre las técnicas de vacío, entre las más importantes se encuentra el poder realizar depósito en áreas grandes, un mayor aprovechamiento de los materiales y un menor consumo de energía durante el crecimiento del absorbedor. La técnica de electrodeposición para preparar el absorbedor CIGSe ha sido utilizada desde hace casi cuarenta años [5]. Hasta la fecha, la mayor eficiencia de los dispositivos CIGSe electrodepositados es del 17.30 % a escala de laboratorio (0.5 cm²) y del 14 % en módulos industriales (60 × 120 cm²). Sin embargo, la más atractiva es la que se refiere al co-electrodeposición con un electrolito, ya que permite optimizar adecuadamente los elementos a depositar. Mediante el uso de esta técnica se han utilizados sustratos flexibles, también se ha utilizado diversos tipos de dopajes, así como diversos tipos de capas ventanas [6]. Sin embargo, poco se ha explorado sobre el uso de diversos tipos de sales metálicas, generalmente se emplea a las del tipo cloruro. Es por ello que este trabajo se propuso el uso de tres diferentes tipos de sales metálicas para elaborar películas delgadas de CIGSe mediante la técnica de co-electrodeposición.

SECCIÓN EXPERIMENTAL

Depósito de la película CIGS

Para la preparación de las películas delgadas de CIGSe, por la técnica del co-electrodeposición, se emplearon tres diversos tipos de sales (cloruros, nitratos y sulfatos). La tabla 1 muestra la concentración molar de cada sal metálica utilizada en la preparación de cada baño.

Tabla 1. Concentración molar de cada sal metálica utilizada para cada baño.

Baño No.	2.6 (mM)	4.5 (mM)	10 (mM)	8 (mM)	1 (mM)
1	CuCl ₂	InCl ₃	GaCl ₃	H ₂ SeO ₃	InCl ₃
2	Cu(NO ₃) ₂	In(NO ₃) ₃	Ga(NO ₃) ₃	H ₂ SeO ₃	LiNO ₃
3	CuSO ₄	In ₂ (SO ₄) ₃	Ga ₂ (SO ₄) ₃	H ₂ SeO ₃	In ₂ (SO ₄) ₃

Se emplearon dos tipos de sustratos, el primero basado en FTO elaborado por Delta Technologies y un sustrato de Mo sobre vidrio, el cual se obtuvo en casa, utilizando un equipo de pulverización catódica de corriente continua, modelo Balzer BAE 250, empleando un blanco de Mo cuyo diámetro fue de 5,08 cm. Las películas delgadas se obtuvieron de forma potenciostática, utilizando para ello un potenciostato Bio-Logic SAS modelo VSP s/n:0332 controlado con el software Ec-lab, utilizando una celda típica de tres electrodos. Las películas fabricadas se caracterizaron mediante las técnicas de EDS, SEM, XRD, Reflectancia.

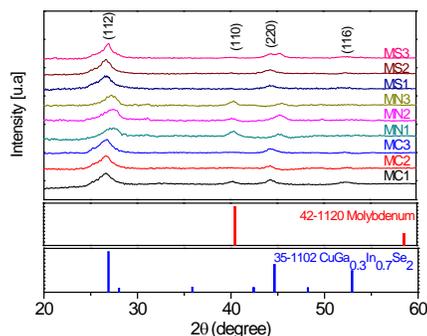
DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En las tablas 2(a) y (b) se muestran los resultados obtenidos por EDS, para las muestras obtenidas sobre sustratos de Mo/vidrio (Tabla 2(a)) y sobre película de FTO (Tabla 2(b)), empleando tres diferentes voltajes. También, se encuentra el espesor alcanzado por cada muestra. Considerando una estequiometría teórica para las películas de CIGSe, corresponde a los siguientes porcentajes atómicos: Cu, 25 %; In, 12.5 %; Ga, 12.5 %; y Se, 50 %. Sin embargo, se han establecido que las siguientes relaciones atómicas óptimas [7] para la construcción de celdas solares eficientes es de [Cu]/[In+Ga] es aproximadamente 0.93 y para la relación [Ga]/[In+Ga] es aproximadamente 0.3. En la tabla 2a y 2b, se observa que a medida que disminuye el voltaje, el porcentaje atómico de Cu (0.34 V vs NHE) aumenta, mientras que el de In y Ga disminuye, para los baños de cloruros y sulfatos, lo cual es acorde con los potenciales de reducción que tanto del In (-0.34 V vs NHE) como del Ga (-0.54 V vs NHE) son superiores al del Cu. Durante el co-electrodeposición se obtiene muy probablemente primero la formación del selenuro de cobre, debido a que el Cu es más electropositivo que el In y Ga. Así mismo, se observa, en la Tabla 2(a) que los porcentajes atómicos de Cobre en las muestras son menores para el baño que contiene cloruros, comparado con los baños que utilizan sulfatos y nitratos. En cambio, dichos porcentajes son menores para las muestras de la Tabla 2(b) para el baño de nitratos, observándose la misma tendencia. Las muestras MC1, MC2, MC3, MN1, presentan un valor menor con respecto a la relación ideal Ga/(In+Ga) de 0.3, mientras de las películas MN2, FC1, FC3 presentan un valor de 0.3, la película FC2 presenta un valor mayor a dicha relación. Con respecto a la relación ideal Cu/(In+Ga), las películas MC1, MS1, FC1 presentan un valor mayor al antes mencionado, mientras que las películas FN1 y FS3 se encuentran por debajo de la relación ideal.

La Fig. 1(a) y (b) muestra los difractogramas elaboradas por electrodeposiciones, utilizando soluciones electrolíticas de cloruros, nitratos o sulfatos, a potenciales de -1.0, -0.9 o -0.8V, sobre dos diferentes sustratos, Mo y FTO. En la Fig. 1(a) se observa un pico de difracción en $2\theta = 40$, con plano asignado (110), el cual corresponde al Mo el cual posee una estructura cúbica con parámetros de red, y cuyos parámetros de red son $a = b = c = 3,1472 \text{ \AA}$, de acuerdo con PDF#42-1120. En las figuras 1(a) y 1(b) se observa que para la mayoría de las muestras se identifican tres principales planos; el plano (112), (220) y (116), los cuales coinciden con la estructura PDF 35-1102, y que

corresponde a $\text{CuGa}_{0.3}\text{In}_{0.7}\text{Se}_2$. de acuerdo con PDF#35-1102. Es importante mencionar que estos planos, así como la estequiometría identificada es común para todas las muestras obtenidas. Es decir, empleando dos sustratos diferentes, así como tres diferentes sales metálicas, cloruros, nitratos o sulfatos, se obtiene ambas fases estructurales.

a)



b)

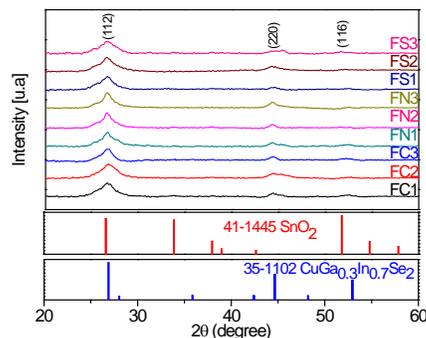


Figura 1. (a) muestra los Espectros de difracción de rayos X de las películas de CIGS depositadas sobre Mo y (b) muestra los espectros de difracción de rayos X de las películas de CIGS depositadas sobre FTO

Las Tablas 2(a) y 2(b) contienen la siguiente nomenclatura; MC, MN y MS para denominar a las muestras elaboradas sobre sustrato de Mo/vidrio, utilizando el baño electrolítico basado en cloruros, nitratos y sulfatos respectivamente. De igual forma, con la nomenclatura FC, FN, y FS cuando se utiliza el sustrato FTO. El número al final de cada nomenclatura indica el potencial aplicado para cada muestra, por lo que el número 1, 2, y 3 indica los potenciales de (-1.0V), (-0.9 V), y (-0.8 V), respectivamente.

Tabla 2(a). Porcentajes de composición atómica y de las relaciones de composición de $\text{Ga}/(\text{In}+\text{Ga})$ y $\text{Cu}/(\text{In}+\text{Ga})$, obtenidas mediante EDS de las películas CIGS, utilizando Mo como sustrato.

Muestra	% Atómico						Espesor (μc)
	Cu (%)	In (%)	Ga (%)	Se (%)	Cu/(in + Ga)	Ga/(In + Ga)	
Mo, Cloruros							
MC1	26.90	15.55	6.10	51.44	1.24	0.28	1
MC2	28.11	15.83	5.48	50.60	1.31	0.25	1
MC3	29.13	12.78	5.39	52.70	1.60	0.29	0.9
Mo, Nitratos							
MN1	40.82	7.71	3.11	48.36	3.77	0.29	0.7
MN2	38.82	9.81	3.96	47.40	2.81	0.30	1
MN3	20.77	30.2	1.43	47.60	0.65	0.04	1
Mo, Sulfatos							
MS1	27.18	22.86	1.26	48.7	1.03	0.04	1.1
MS2	42.20	12.67	0.74	44.13	3.14	0.05	2.4
MS3	41.56	14.03	1.38	43.03	2.76	0.07	1.7

Tabla 2(b). Porcentajes de composición atómica y de las relaciones de composición de Ga/(In+Ga) y Cu/(In+Ga), obtenidas mediante EDS de las películas CIGS, utilizando FTO como sustrato.

Muestra	% Atómico						Espesor (μc)
	Cu (%)	In (%)	Ga (%)	Se (%)	Cu/(In + Ga)	Ga/(In + Ga)	
FTO-Cloruros							
FC1	26.16	14.46	6.14	53.22	1.27	0.30	0.7
FC2	38.40	7.23	4.78	49.59	3.24	0.39	1
FC3	31.07	11.97	5.01	51.86	1.82	0.30	0.9
FTO-Nitratos							
FN1	17.53	17.34	2.60	62.29	0.88	0.13	0.8
FN2	13.40	23.12	2.20	61.30	0.53	0.09	0.9
FN3	14.64	17.07	3.56	64.73	0.71	0.17	0.8
FTO-Sulfatos							
FS1	17.11	32.36	0.49	50.78	0.53	0.01	0.8
FS2	24.69	29.93	3.29	42.10	0.74	0.09	0.7
FS3	23.69	25.81	1.12	49.39	0.88	0.04	0.7

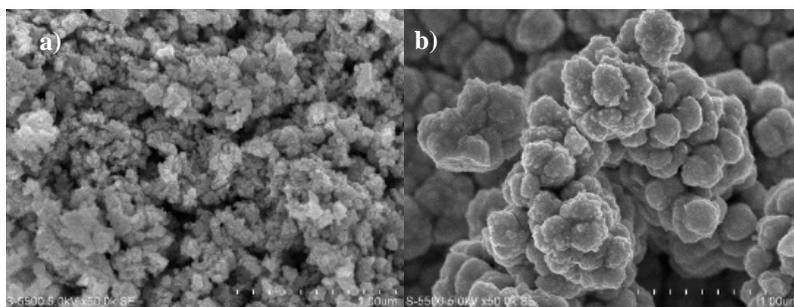


Fig. 2. (a) Muestra MC1, (b) muestra MS1.

La morfología de las películas de CIGS elaboradas sobre sustratos de Mo, utilizando tres tipos de sales metálicas, cloruros, nitratos y sulfatos respectivamente. En general se observa el crecimiento de una estructura del tipo coliflor, la cual tiende a incrementar su tamaño, para un voltaje aplicado de depósito, de menor usando cloruros a mayor al usar sulfatos, utilizando la misma amplificación (50KX). Por ejemplo, la muestra MC1 (Fig. 2(a)), elaborada a un voltaje de 1 V (vs. SCE) y empleando sales de cloruros, muestra una morfología muy segregada con granos pequeños, mientras que la muestra MS1 (Fig. 2(b)), la cual fue elaborada por sales de sulfatos, y el mismo voltaje, muestra una morfología mejor definida en cuanto al tamaño de los aglomerados. Esta misma tendencia se observa para las demás muestras, preparadas a menores voltajes.

Las curvas de los transitorios de tiempo-corriente potenciostáticos obtenidos durante el electrodeposición de CIGS mediante la técnica de cronoamperometría, siguen un perfil de figura similar en el que se incluye un pico inicial en la densidad de corriente hasta llegar al máximo de corriente, este comportamiento se puede asociar a un incremento en el área electroactiva y a la estabilización y crecimiento de nuevos núcleos, posteriormente se observa un lento decaimiento de la corriente lo cual indica un proceso controlado por la transferencia de masa.

Los transitorios muestran el comportamiento característico de procesos de nucleación en tres dimensiones (3D) controlados por difusión. En las gráficas de la Fig. 3 se puede apreciar mejor el proceso de nucleación instantánea y crecimiento 3D, el cual se favorece al utilizar como sustrato FTO en comparación de cuando se utiliza Molibdeno/vidrio.

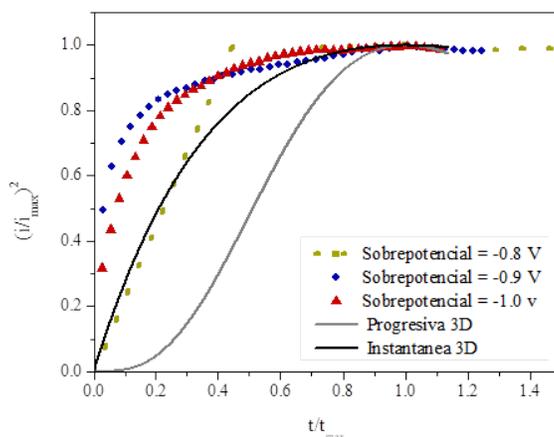


Fig. 3. Ejemplo de curva del transitorio J-t de la película de CIGS depositada sobre FTO utilizando sales de cloruros.

Los resultados del cálculo de band gap de las películas de CIGS fabricadas sobre Molibdeno (Mo) y FTO mostraron que las películas depositadas sobre FTO presentan un band gap mayor con respecto a las películas depositadas sobre Mo, esto probablemente se deba a que se esté presentando un mejor contacto del CIGS con el Mo con respecto al FTO, mejorando sus propiedades de conducción. Para el caso de las películas CIGS depositadas sobre Mo el band gap incrementa con el aumento del sobrepotencial aplicado, para el caso de las sales de cloruros y sulfatos, fenómeno que no ocurre en las sales de nitratos, en la cual a mayor sobrepotencial (-1.0V) se obtiene un menor band gap.

CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos se puede concluir lo siguiente: las películas CIGS que fueron fabricadas usando baño de cloruros utilizando Mo y/o FTO como sustrato presentan un valor similar a la relación ideal de Ga/(In+Ga) de 0.3. Empleando dos sustratos diferentes, así como tres diferentes sales metálicas, se obtienen la misma estequiometría de las fases estructurales. De acuerdo con los difractogramas obtenidos la principal fase identificada corresponde a $\text{CuGa}_{0.3}\text{In}_{0.7}\text{Se}_2$ con los principales planos de difracción (112), (220) y (116). El crecimiento de las películas CIGS es del tipo coliflor para todas las muestras, la cual tiende a incrementar su tamaño, para un voltaje aplicado de depósito, de menor usando cloruros a mayor al usar sulfatos. El proceso de nucleación de las películas fabricadas es instantáneo con crecimiento 3D, el cual es más notorio cuando se utiliza como sustrato FTO. Utilizando Mo como sustrato se logra obtener un menor band gap de las películas CIGS, este aumenta con el aumento del sobrepotencial aplicado, para el caso de las sales de cloruros y sulfatos.

REFERENCIAS

1. Sudipto, S.; Michael, J.; Fadhillah, A.; Youli, W.; Danling, W.; Qifeng, Z. *Electrochem.* **2020**, *1*, 286–321. DOI: <https://doi.org/10.3390/electrochem1030019>.
2. Sachin, V. D.; Priyanka, U. L.; Shweta, C.; Nandu, B. C. *J. Mater. Sci: Mater. Electron.* **2022**, *33*, 203–216. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10854-021-07286-3>.
3. Qijie, G.; Grayson, M. F.; Rakesh, A.; Hugh, W. H. *Prog. Photovoltaics.* **2013**, *21*, 64–71 DOI: <https://doi.org/10.1002/pip.2200>.
4. Motoshi, N.; Koji, Y.; Yoshinori, K.; Yusuke, Y.; Takuya, K.; Hiroki, S. *Photovoltaics.* **2019**, *9*, 1863–1867. DOI: 10.1109/JPHOTOV.2019.2937218.
5. Bhattacharya, R. N. J. *Electrochem. Soc.* **1983**, *130*, 2040–2042. DOI: 10.1149/1.2119516.

6. Philip, J.; Roland, W.; Dimitrios, H.; Erwin, L.; Wolfram, W.; Michael, P. *Phys. Status Solid RRL*. **2016**, *10*, 583–586. DOI: <https://doi.org/10.1002/pssr.201600199>.
7. Leher, F.; Abdulrahman, A.; Salem, A. Z. *IEOM Soc. Int.* **2019**, *26*, 158-185.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México 2022

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



SOCIETAS QUIMICAE
MEXICANAE
"La química nos une"

**INDUSTRIA Y PROCESOS.
DEL LABORATORIO A TUS
MANOS - LM**

CISQM-LM-CP01

Desarrollo de un co-procesado de un fármaco antimicótico de velocidad de disolución mejorada mediante la técnica de granulación por fusión en un mezclador de alto corte

Abigail Garcia-Radilla¹, Mariana Ortiz-Reynoso¹, Edna T. Alcantara-Fierro¹, Jonnathan G. Santillán-Benítez²

¹Laboratorio de Farmacia, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México.

²Laboratorio de Biología Molecular, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México.

agarciar072@alumno.uaemex.mx; mortizr@uaemex.mx

RESUMEN

La mayoría de los nuevos fármacos sólidos son poco solubles. Mejorar este parámetro fisicoquímico en las nuevas entidades químicas es un desafío para la industria farmacéutica. El co-procesamiento es un método asequible y rentable para obtener ingredientes activos de alta funcionalidad. Estudios previos muestran que las dispersiones sólidas (DS) son una forma eficaz para favorecer a la disolución y biodisponibilidad de los fármacos poco solubles. La preparación de una DS mediante el método de granulación por fusión tiene un papel destacado en la tecnología farmacéutica, y tiene la ventaja de que requiere un equipamiento relativamente disponible en los laboratorios farmacéuticos. El objetivo de este proyecto de investigación es desarrollar un co-procesado de velocidad de disolución mejorada mediante la tecnología de dispersiones sólidas fabricadas por el método de granulación por fusión en un mezclador de alto corte y evaluar el comportamiento de cinco polímeros bajo las mismas condiciones de proceso.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



MATERIALES Y CATÁLISIS.
POR UN PLANETA MÁS
EFICIENTE - PE

CISQM-PE-CE02

Polímeros: Innovación como nanoacarreadores de fármacos hidrofóbicos

Diana García Martínez¹, Karina Solórzano Acevedo¹, Yolanda M. Gómez Gómez¹, Itzia I. Padilla Martínez¹

¹Laboratorio de Química Supramolecular y Nanociencias, Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología, Instituto Politécnico Nacional, Avenida Acueducto s/n, Barrio la Laguna Ticomán, Ciudad de México 07340, México.

²Laboratorio de Biotecnología Molecular, Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología, Instituto Politécnico Nacional, Avenida Acueducto s/n, Barrio la Laguna Ticomán, Ciudad de México 07340, México.
dgarciam1409@alumno.ipn.mx

RESUMEN

La investigación enfocada en el desarrollo y manipulación de nuevos materiales con el propósito de generar sistemas más avanzados y eficientes de liberación de fármacos busca desplazar a los sistemas convencionales que existen actualmente. En este estudio se sintetizaron y caracterizaron mediante técnicas FTIR y ¹HRMN tres copolímeros anfifílicos en dibloque de distintos pesos moleculares. Estos se autoensamblaron en sistemas micelares adicionando la fase orgánica gota a gota a una fase acuosa de manera que el núcleo hidrofóbico encapsulo el compuesto **2a**. Los resultados de porcentaje de eficiencia de encapsulación y el porcentaje de carga de fármaco mostraron que el copolímero mPEG₂₀₀₀-PCL₅₀₀₀ tuvo una eficiencia de encapsulación del 46 % y un porcentaje de carga del fármaco de 1.2, superando en dichos porcentajes a los otros dos copolímeros propuestos.

CISQM-PE-CE05

Desarrollo de sensores amperométricos de glucosa basados en nanocompositos de GO-NiO

Paulina Guadalupe García Gaytán, Elsa Nadia Aguilera González, Jesús Rodolfo González Calvillo, Antonia Martínez Luévanos, Sofía Estrada Flores

Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Coahuila, Blvd. Venustiano Carranza s.n., Colonia República, C.P. 25280 Saltillo, Coahuila, México.

elsaaguilera@uadec.edu.mx; garciapaulina@uadec.edu.mx

RESUMEN

Se prepararon 2 electrodos sensores de glucosa basados en nanocompositos de GO-NiO. Los electrodos fueron preparados por vía electroquímica mediante la electrodeposición de un nanocomposito de GO-NiO sobre sustratos de dióxido de estaño dopado con flúor (FTO) y acero inoxidable AISI 304. Los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 fueron caracterizados por microscopia electrónica de barrido (MEB) y espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS). Se realizaron pruebas de sensado electroquímico de glucosa en solución alcalina con los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 por cronoamperometría. Los resultados de la caracterización por MEB y EDS comprobaron la presencia del nanocomposito de GO-NiO en los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304. Los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 pueden electrooxidar glucosa en solución alcalina. El electrodo GO-NiO/FTO puede sensar glucosa a un potencial de 0.6V en un rango de concentraciones de 0.02-0.9 mM, mientras que el electrodo GO-NiO/AISI 304 cuantifica glucosa en el rango de 0.02-0.7 mM. El electrodo GO-NiO/AISI 304 mostró mayor sensibilidad para el sensado electroquímico de glucosa que el electrodo GO-NiO/FTO. Los resultados infieren que existe una interacción entre el sustrato y el nanocomposito GO-NiO que afecta la sensibilidad y el rango de detección de los electrodos preparados en el sensado electroquímico de glucosa.

INTRODUCCIÓN

Durante las últimas dos décadas, los científicos han trabajado constantemente en la síntesis de materiales nanoestructurados avanzados, principalmente nanopartículas, nanohojas, nanotubos y nanoalambres, para desarrollar sensores de glucosa con alta sensibilidad y selectividad. [1]

Los sensores de glucosa se clasifican en dos categorías: sensores enzimáticos y sensores no-enzimáticos. Los sensores enzimáticos utilizan enzimas como sistemas de reconocimiento, poseen una acción catalítica altamente específica y eficiente, además de una alta selectividad y condiciones suaves de medición.¹ No obstante, estos sensores son influenciados de manera significativa por diferentes condiciones ambientales como pH, temperatura, agentes tóxicos y la humedad, lo cual limita su uso. Por consecuencia, los sensores no-enzimáticos han acaparado la atención de los investigadores, por su velocidad de respuesta, bajo costo y excelente sensibilidad. [1, 2]

Diferentes materiales han sido empleados en el desarrollo de sensores no-enzimáticos por su excelente actividad catalítica, selectividad y sensibilidad para la detección electroquímica de glucosa. Entre estos se encuentran las nanopartículas de metales nobles como, Ag, Au, Pd, y Pt, nanopartículas de metales de transición y sus óxidos como Ni, Cu, Co y Zn, así como el empleo de nanoestructuras basadas en carbono, como por ejemplo, nanotubos de carbono (CNT), grafeno u óxido de grafeno (GO) los cuales son utilizados como materiales soporte para modificar electrodos de trabajo, y mejorar la sensibilidad, el área superficial y la transferencia de carga de los electrodos no-enzimáticos. [1, 2] Un ejemplo de estos últimos materiales, son los nanocompositos de GO-NiO, los cuales han sido crecidos o inmovilizados sobre sustratos conductores para fabricar sensores amperométricos de glucosa. [3, 4]

En este trabajo, se reporta la preparación de 2 electrodos basados en un nanocomposito de GO-NiO para el sensado electroquímico de glucosa. Los electrodos fueron preparados mediante la electrodeposición de un nanocomposito de GO-NiO sobre sustratos conductores de FTO y acero inoxidable AISI 304. Los electrodos GO-

NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 fueron caracterizados por MEB y EDS. Asimismo, se estudió la capacidad de los electrodos preparados para el sensado electroquímico de glucosa en solución alcalina mediante la técnica de cronoamperometría.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Síntesis de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304

La síntesis de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 se realizó por vía electroquímica, mediante la electrodeposición de nanocomposito de GO-NiO, generado *in situ* en el medio de reacción mediante voltamperometría cíclica, sobre placas de FTO y acero inoxidable AISI 304 de 1.5 cm x 4.0 cm. La síntesis se llevó a cabo en un potencióstato/galvanostato de la marca Autolab modelo PGSTAT204. Se utilizó un sistema electroquímico de 3 electrodos, que consistió en una barra de platino como electrodo auxiliar, un electrodo de Ag/AgCl como electrodo de referencia y las placas de FTO y las placas de FTO y acero inoxidable AISI 304 como electrodos de trabajo.

Antes de la electrosíntesis, la placa de FTO fue lavada con una solución de jabón líquido, enjuagadas agua de grifo, agua desionizada y etanol mediante sonicación durante 5 min en cada una de las sustancias y secadas con aire comprimido. La placa de acero inoxidable (AISI 304) fue pulida con papel lija No. 2000 en uno de sus lados hasta acabado espejo y posteriormente fue lavada con agua destilada y desionizada para eliminar los residuos del pulido y posteriormente secada al aire.

En un vaso de precipitados se colocaron 6 mg de GO (Aldrich, hojas 4-10 % borde oxidado) y 6 mL de agua destilada y se llevaron a sonicación por un lapso de 1h. Posteriormente se colocó una de las dispersiones en una celda de 3 electrodos y se añadieron 36 mL de una solución de acetato de níquel tetrahidratado 0.01 M (Aldrich, 98 %) preparada en Na₂SO₄ anhidro 0.1 M (Aldrich). Se colocaron y conectaron los electrodos (barra de platino, electrodo de Ag/AgCl y la placa de FTO o AISI 304 según sea el caso) y se aplicaron 5 ciclos de barrido de potencial en sentido catódico, a una velocidad de 50 mVs⁻¹ en el rango de -1.3 V a 1.6 V. Por último, las placas con el depósito se lavaron con agua desionizada caliente (40 °C) y se sometieron a un tratamiento térmico por 2 horas a 400 °C en la mufla.

Caracterización de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304

La caracterización de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 se realizó por microscopia electrónica de barrido (MEB) y espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS). Las microscopias fueron obtenidas en un microscopio electrónico de barrido Bruker Nano (Berlin, Germany), con detector XFlash 6/60.

Determinación del área de superficie activa de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304

El área superficial real de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 fue estimada a partir de mediciones electroquímicas (voltamperometría cíclica) y el uso de la ecuación de Randles-Sevcik. Las mediciones electroquímicas fueron realizadas en una solución que contenía 0.01 mM Fe(CN)₆³⁻/Fe(CN)₆⁴⁻ y 0.1 M KOH. El área superficial real del electrodo GO-NiO/FTO fue de 2.2828 cm² y la del electrodo GO-NiO/AISI 304 fue de 3.4432 cm².

Sensado electroquímico de glucosa

Primero, se estudió el comportamiento electroquímico de los electrodos en una solución de glucosa 0.3 mM en 0.1 M KOH por voltamperometría cíclica, para determinar el potencial de trabajo para las pruebas de sensado electroquímico de glucosa. Para esto, se realizó un ciclo de barrido de potencial en sentido anódico a cada electrodo en el rango de -0.1 a 0.8 V. Posteriormente, se estudió la capacidad de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 para el sensado electroquímico de glucosa mediante la técnica de cronoamperometría. Para realizar este

estudio, se hicieron adiciones sucesivas de glucosa a una solución 0.1 M KOH mantenida bajo agitación, y se aplicó un potencial de 0.6 V el cual se mantuvo constante por un periodo de 60 min.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Las micrografías de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 se muestran en la Fig. 1. Se pueden ver en ambos electrodos manchas de color gris oscuro de tamaño micrométrico, así como puntos blancos de tamaño nanométrico dispersados en la superficie del electrodo. La composición química de los electrodos determinada por EDS muestra señales de picos de C, O y Ni elementos presentes en los nanocompuestos de GO-NiO. El mapa químico muestra que la composición química de las manchas gris oscuras es principalmente C, mientras que los puntos blancos son Ni. Asimismo, se puede ver en el mapa químico de los electrodos O ampliamente distribuido en su superficie. Estos resultados infieren el crecimiento del nanocomposito de GO-NiO sobre la superficie del FTO y del acero inoxidable AISI 304

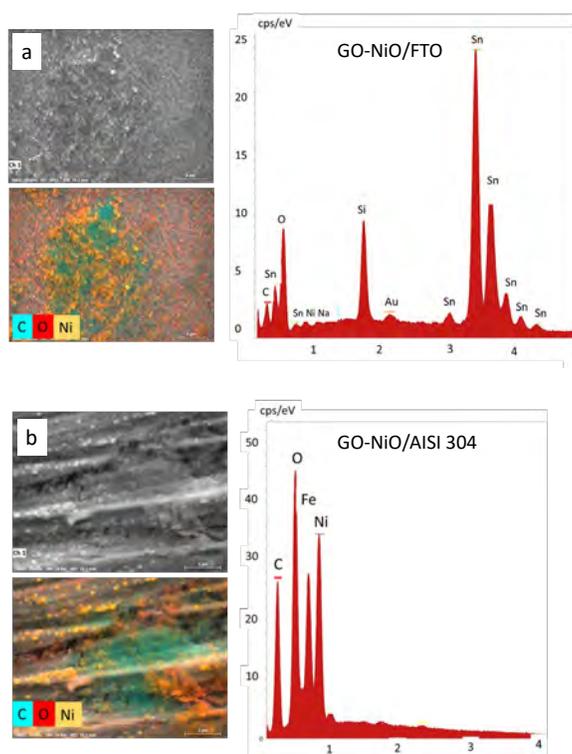


Fig. 1. Micrografías, mapa químico y gráficos EDS **(a)** Electrodo GO-NiO/FTO; **(b)** Electrodo GO-NiO/AISI 304.

La respuesta electroquímica de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 en 0.1 M KOH en ausencia y presencia de 0.3 mM de glucosa se puede ver en la Fig. 2. La respuesta electroquímica es reportada en función de densidad de corriente.

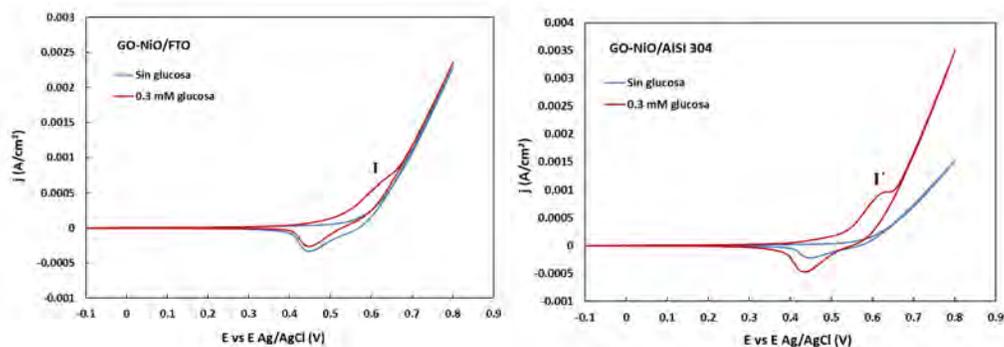


Fig. 2. Respuesta electroquímica de los electrodos en 0.1 M KOH en ausencia y presencia de 0.3 mM de glucosa **(a)** Electrodo GO-NiO/FTO **(b)** Electrodo GO-NiO/AISI 304.

En presencia de 0.3 mM de glucosa, ambos electrodos presentan picos anódicos a valores de potencial alrededor de 0.6 V (I y I''), que corresponden al proceso de oxidación de glucosa catalizado por níquel en medio alcalino, el cual se realiza a través de la formación de un oxihidróxido de níquel, de acuerdo con la siguiente reacción [4]:



En el proceso de oxidación de glucosa, primero, los iones Ni(II) son transformados a iones Ni(III) según la siguiente reacción [1]:



Posteriormente, los iones Ni(III) del oxihidróxido de níquel oxidan la glucosa para producir gluconolactona. [1, 4] Este comportamiento no se observa en ausencia de glucosa.

La Fig. 3 muestra los resultados de las pruebas de sensado electroquímico de glucosa de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 obtenidos por cronoamperometría. Las pruebas se realizaron a un valor de potencial de 0.6V.

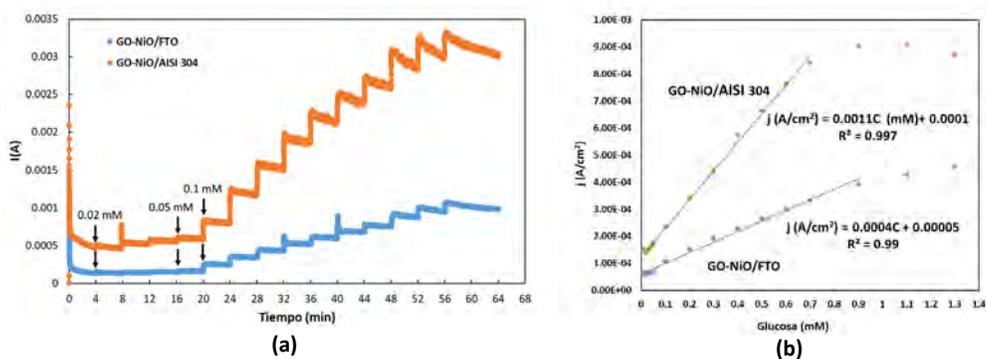


Fig. 3. Resultados de las pruebas de sensado electroquímico de glucosa de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 **(a)** Cronoamperometrías **(b)** Cuantificación de glucosa.

Se puede apreciar que ambos electrodos son capaces de detectar concentraciones de 0.02 mM de glucosa, como se muestra en la Fig. 3(a). También se puede ver que la sensibilidad para la detección de glucosa y los rangos de cuantificación de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 son diferentes (Fig. 3(b)).

El rango de cuantificación de glucosa del electrodo GO-NiO/FTO es de 0.02 mM a 0.9 mM, mientras que para el electrodo GO-NiO/AISI 304 es de 0.02 mM a 0.7 mM. La sensibilidad analítica (representada por pendiente en la ecuación de la recta) es mayor para el electrodo GO-NiO/AISI 304 que para el electrodo GO-NiO/FTO. Este comportamiento infiere que existe una interacción entre el sustrato y el nanocomposito GO-NiO que afecta la sensibilidad y el rango de cuantificación de los electrodos preparados en el sensado electroquímico de glucosa.

CONCLUSIONES

Se comprobó la presencia de un nanocomposito de GO-NiO en los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304. Los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 pueden electrooxidar glucosa en solución alcalina. El electrodo GO-NiO/FTO puede sensar glucosa en un rango de concentraciones de 0.02 mM-0.9 mM, mientras que el electrodo GO-NiO/AISI 304 cuantifica glucosa en el rango de 0.02-0.7 mM. El electrodo GO-NiO/AISI 304 mostró mayor sensibilidad para el sensado electroquímico de glucosa que el electrodo GO-NiO/FTO. Los resultados infieren que existe una interacción entre el sustrato y el nanocomposito GO-NiO que afecta la sensibilidad y el rango de cuantificación de los electrodos GO-NiO/FTO y GO-NiO/AISI 304 en el sensado electroquímico de glucosa.

REFERENCIAS

1. Naikoo, G.A.; Salim, H.; Hassan, I. U.; Awan, T.; Arshad, F.; Pedram, M.Z.; Ahmed, W.; Qurashi, A. *Front. Chem.* **2021**, *9*:748957. DOI: 10.3389/fchem.2021.748957.
2. Sridara, T.; Upan, J.; Saianand, G.; Tuantranont, A.; Karuwan, C.; Jakmune, J. *Sensors*. **2020**, *20*, 808. DOI:10.3390/s20030808.
3. Aguilera González, E. N.; Leija Puente, D. S.; Cuevas Muñoz, F. M.; Estrada Flores, S.; Martínez Luévanos, A. *Int. J. Electrochem. Sci.* **2021**, *16*:21066. DOI: 10.20964/2021.06.03.
4. Zhang, X.; Zhang, Z.; Liao, Q.; Liu, S.; Kang, Z.; Zhang, Y. *Sensors* **2016**, *16*, 1791; DOI:10.3390/s16111791.

CISQM-PE-CP01

Estudio de propiedades de titanato de calcio (CaTiO₃) vía experimental y por DFT

Juan José Hinostroza Mojarro¹, Balter Trujillo Navarrete^{1*}, Rosa María Félix Navarro¹, Francisco Paraguay-Delgado², Jassiel O. Rodríguez Barrera³

¹Posgrado en Ciencias de la Ingeniería, I.T. Tijuana /Tecnológico Nacional de México, Blvd. Alberto Limón Padilla s/n, Mesa de Otay, 22430 Tijuana, B. C.

²Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, 31136 Chihuahua, Chih.

³Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CISECE), Carr. Tijuana-Ensenada 3918, Zona Playitas, 22860 Ensenada, B. C.

juan.hinostroza17@tectijuana.edu.mx; *balter.trujillo@tectijuana.edu.mx

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación, se sintetizaron partículas de titanato de calcio (CaTiO₃) utilizando el método de estado sólido. Las partículas se caracterizaron por varias técnicas fisicoquímicas: microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopia de energía dispersiva (EED), difracción de rayos-X (DRX), espectroscopia Raman, espectroscopia de reflectancia difusa (ERD). Además, por la teoría del funcional de la densidad (en inglés Density Functional Theory, DFT) se estudiaron las propiedades ópticas, electrónicas y mecánicas. Las partículas sintetizadas de CaTiO₃ cuentan con un diámetro promedio de $\approx 2 \mu\text{m}$, se encontró vía DRX y Raman que la estructura cristalina es ortorrómbica con grupo espacial Pbnm (#62) Los valores de E_g obtenidos fueron de 3.42 eV (experimental) y por DFT de 2.37 ± 0.2 eV. Se puede concluir que el desarrollo de partículas de CaTiO₃ es una alternativa viable para el uso como catalizador en aplicaciones ambientales.

INTRODUCCIÓN

Entre los materiales con más desarrollo en la actualidad, se encuentran los cerámicos que están basados en óxidos mixtos, y específicamente, las perovskitas.[1] Son familias de compuestos con una estructura cristalina de fórmula general ABO₃. [2] Es el anfitrión cerámico más versátil, tienen la capacidad de acomodar la mayoría de los elementos del sistema periódico y exhiben una gran variedad de propiedades, por lo que han ganado una enorme atención en los últimos años de la comunidad científica por su potencial aplicación en el área ambiental.

En la literatura las perovskitas presentan aplicaciones variadas como las reportadas por Patil *et al.* (2021) los cuales estudiaron el comportamiento fotocatalítico de la perovskita Ba(Sb/Ta)₂O₆ para la reducción de contaminantes orgánicos en agua. [4] Por otra parte, Liu *et al.* (2021) reportaron el uso de perovskita dopada con vanadio (Ba_{0.5}Sr_{0.5}Co_{0.8}Fe_{0.2}O_{3- δ}) para la electrólisis de CO₂ en celdas de óxido sólido. [5] De igual manera, Park *et al.* (2018) estudiaron familias de perovskitas de haluro debido a sus propiedades optoelectrónicas superiores como un material fotocatalizador prometedor en la fotosíntesis artificial eficiente. [3]

No obstante, aún faltan estudios de las propiedades físicas, químicas, ópticas, mecánicas de los perovskitas, por lo que el uso de una herramienta como DFT nos permitiría profundizar en ellas. DFT es una herramienta que ha contribuido a modelar y simular materiales y sus propiedades con una gran precisión. [6] Idrissi *et al.* (2021) estudiaron las propiedades estructurales, electrónicas y ópticas de la perovskita inorgánica CsPbI₃. [7] El descubrimiento de materiales puede acelerarse utilizando técnicas computacionales. [8]

En el presente trabajo de investigación, se ubica en el área de la ingeniería de materiales, donde se diseñaron y sintetizaron catalizadores de CaTiO₃, las propiedades optoelectrónicas y mecánicas se estudiaron a partir de la teoría de los funcionales.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Todos los reactivos se usaron tal cual como se recibieron sin purificación adicional y se compraron a Sigma-Aldrich®: óxido de titanio (IV) fase rutilo (TiO_2 , 99.9 %), Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 98 %). El carbonato de calcio (CaCO_3 , 99 %) se obtuvo por Productos químicos Monterrey. Las disoluciones se prepararon usando agua de calidad MilliQ® (18 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$, Millipore®).

La síntesis de las micropartículas de CaTiO_3 se realizó por el método de estado sólido. Se inició mezclando en la misma proporción CaCO_3 y el TiO_2 en 25 mL de etanol a temperatura ambiente, manteniéndose en agitación magnética constante por $\frac{1}{4}$ h. La solución resultante se secó a 80 °C durante 24 h en un horno de convección y se calcinaron en una mufla a 1300 °C durante 4 h. La muestra resultante se molió y almacenó a temperatura ambiente para su uso posterior.

La morfología de los materiales fue estudiada usando un microscopio electrónico de barrido (Tescan®, Vega), en MEB modo alta resolución, operado a 15 kV. La composición química elemental fue determinada por espectroscopia de energía dispersiva empleando un detector estado sólido de silicio Quantax (Bruker®, Nano GmbH) añadido al MEB (Tescan®, Vega). Las fases cristalinas de los polvos sintetizados se analizaron utilizando un difractómetro (Bruker®, D8 Advance) en configuración Bragg-Brentano. El intervalo medido de espectro de DRX fue recopilado con 2θ (°) de 20° a 90°, con un paso de exploración de 0.01. La estructura e identificación de la fase cristalina de los materiales sintetizados fueron analizados por espectroscopia Raman (Thermo Scientific®, SMART DXR) con una longitud de onda (λ) de excitación de láser de diodo ($\lambda = 780$ nm). Los espectros fueron colectados desde 50 a 1000 cm^{-1} y normalizados utilizando el pico mayor. Las propiedades ópticas del material fueron determinadas por ERD usando un Espectrofotómetro de UV-VIS (Cary®, Varian 100), el cual cuenta con una esfera de integración. Los espectros de reflectancia fueron adquiridos de un rango de 800 nm a 200 nm. El equipo fue calibrado usando un Spectralon® (SR-60). La banda prohibida fue determinada usando la teoría de Kubelka Munk. Se empleó el software Materials Studio de la compañía BIOVIA® para los cálculos computacionales del CaTiO_3 . El análisis se realizó para un sistema ortorrómbico con grupo espacial Pbnm con parámetros de red $a = 5.3814$, $b = 5.4418$ Å y $c = 7.6409$ Å y $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Los funcionales de aproximación GGA y rPBE, con una energía de corte de 571.4 eV.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la Fig. 1, se muestran las micrografías de las partículas de CaTiO_3 , a diferentes magnificaciones. Se puede observar partículas de superficie lisa de forma irregular con un diámetro promedio de ≈ 2 μm , aglomerándose para formar partículas más grandes (Fig. 1(B)). Además, la composición química elemental indicó solamente la presencia de Ti, O y Ca, descartando cualquier impureza.

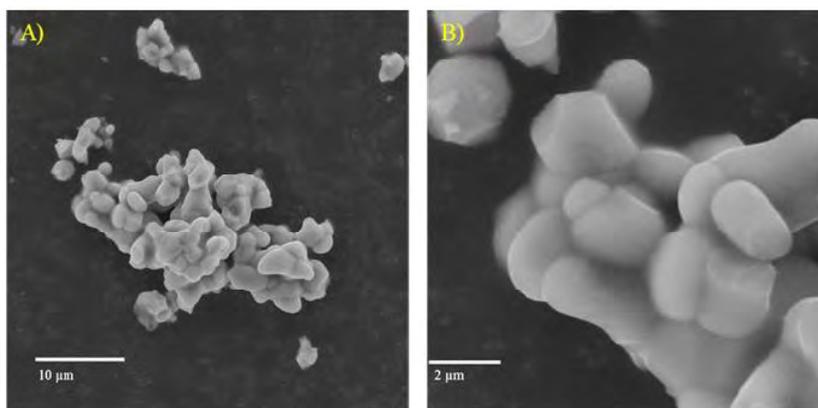


Fig. 1. Micrografías MEB de micropartículas de CaTiO_3 a diferentes magnificaciones: (A) 5.19 kx, (B) 20.5 kx.

En la Fig. 2(A), se muestra el patrón de difracción de las partículas de CaTiO₃ sintetizadas (azul). Las posiciones de los picos y las intensidades coincidieron la tarjeta JCPDS 00-022-0153 de CaTiO₃ ortorrómbico. La fase cristalina se identificó en los valores 2θ (°) de: 23.27, 26.0, 32.9, 33.1, 37.0, 37.2, 39.0, 40.6, 40.9, 42.6, 44.3, 47.5, 49.0, 53.8, 54.7, 59.0, 59.3, 69.1, 69.6 y 79.3 correspondientes a los planos cristalinos (1 0 1), (1 1 1), (2 0 2), (1 2 1), (2 0 1), (1 0 2), (0 3 1), (2 2 0), (2 0 2), (1 3 1), (1 2 2), (0 4 0), (3 2 1), (1 0 3), (3 1 1), (2 4 0), (0 4 2), (2 4 2), (0 0 4) y (1 6 1) planos de CaTiO₃ ortorrómbico respectivamente. Los picos en 2θ (°) de: 27.6 y 36.3 corresponden a TiO₂ fase rutilo (No. de tarjeta JCPDS 00-21-1276) residual asociado a una reacción incompleta. En la Fig. 2(B), se muestra el espectro Raman de las partículas de CaTiO₃ sintetizadas (azul). Solo se observan nueve modos Raman activos en la estructura cristalina ortorrómbica (representados como P1, P2, P3, P4, P5, P6, P7, P8 y P9, con valores cm⁻¹ de: 152, 174, 221, 241, 281, 332, 463, 487, 639, respectivamente).^{9,10} Estos modos están relacionados con las vibraciones de estiramiento, torsión y flexión de los enlaces metal-oxígeno en el cristal. Además, se puede observar la presencia de dos picos pertenecientes a los modos activos de TiO₂ fase rutilo A1g (612.5 cm⁻¹) y Eg (447.7 cm⁻¹) atribuido al residuo observado en DRX.

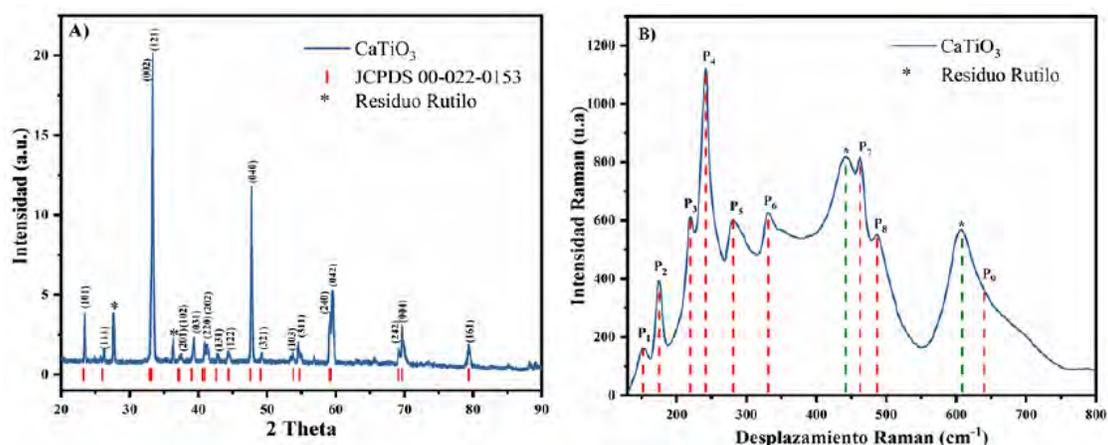


Fig. 2. Espectros de las partículas de CaTiO₃ sintetizadas con sistema ortorrómbico: **(A)** Difractograma y **(B)** espectro Raman.

En la Fig. 3(A), de forma experimental la Eg se determinó extrapolando la intersección con el eje de energía, obteniendo 3.42 eV para las partículas de CaTiO₃, también presenta un paso de baja energía en un valor de 2.88 eV el cual puede corresponder a los estados electrónicos mingap reportados por Alzahrani *et al.* (2016). [11] Además, en el cálculo de primeros principios a través de la estructura de bandas la Eg fue de 2.37 ± 0.2 eV (Fig. 3(B)), ambos son valores menores a lo reportado en la literatura (CaTiO₃ ≈ 3.51 eV). La subestimación de la Eg teórica en nuestro caso es una de las principales limitaciones de la teoría DFT.[12]

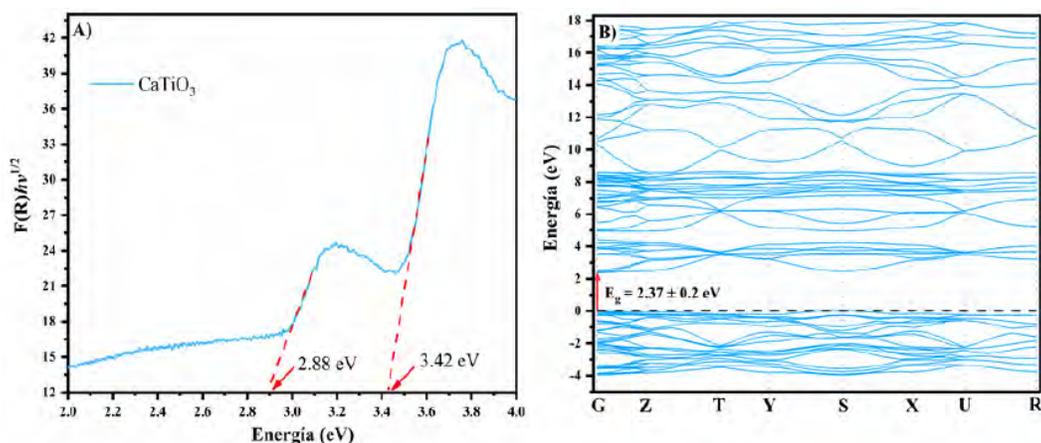


Fig. 3. (A) Espectro $[F(R)]h\nu^{1/2}$ y **(B)** estructura de bandas de las micropartículas de CaTiO_3 sintetizadas con sistema ortorrómbico.

En la matriz 6x6, se muestra el tensor de constantes elásticas de segundo orden (C_{ij}) de monocristales para CaTiO_3 a 0.05 GPa (calidad fina) (Tabla 1). Se indican los nueve componentes independientes, lo cual es consistente con la simetría ortorrómbica del cristal. El índice anisotrópico universal (AU) indica la anisotropía elástica de un sistema cristalino, la desviación de cero es una medida de la anisotropía. El CaTiO_3 ortorrómbico tiene un AU de 0.017, lo que sugiere un material con anisotropía.

Tabla 1. Matriz de constantes de rigidez elástica C_{ij} .

$$\begin{pmatrix} 282.89 & 96.34 & 84.17 & 0 & 0 & 0 \\ 96.34 & 272.91 & 86.83 & 0 & 0 & 0 \\ 84.1699 & 86.83 & 286.41 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 107.23 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 96.30 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 95.64 \end{pmatrix}$$

CONCLUSIONES

El titanato de calcio se preparó con éxito mediante el método de síntesis de estado sólido. Se estudiaron sus propiedades ópticas, electrónicas y mecánicas. Los polvos se caracterizaron por varias técnicas fisicoquímicas. Las observaciones MEB mostraron que las partículas no tenían una microestructura específica y los análisis XRD y Raman revelaron que muestra tiene una estructura ortorrómbica con grupo espacial $Pbnm$. Se encontró que el valor de la brecha de energía obtenida es cercano a las reportadas en la literatura. El análisis por DFT reveló que el material tiene un valor muy cercano a lo isotropía, confiriéndole una gran estabilidad. Los resultados reportados son de gran interés ya que proporcionan información para ser usada en la aplicación del titanato de calcio como un soporte o catalizador en el área ambiental.

REFERENCIAS

1. Martínez, X. Efectos Del Orden Estructural En Las Propiedades Eléctricas y Magnéticas de Óxidos Multi-Catiónicos Con Estructura Derivada de La Perovskita, UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID: Madrid, 2019.
2. Patwardhan, S.; Cao, D. H.; Hatch, S.; Farha, O. K.; Hupp, J. T.; Kanatzidis, M. G.; Schatz, G. C.. *Phys. Chem. Lett.* **2015**, 6, 251–255. DOI: <https://doi.org/10.1021/jz502648y>.

3. Park, G. Do; Lee, C. W.; Nam, K. T. *Curr. Opin. Electrochem.* **2018**, *11*, 98–104. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.coelec.2018.09.009>.
4. Patil, M. S.; Kitchamsetti, N.; Mulani, S. R.; Rondiya, S. R.; Deshpande, N. G.; Patil, R. A.; Cross, R. W.; Dzade, N. Y.; Sharma, K. K.; Patil, P. S.; et al. *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.* **2021**, *122*, 201–209. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2021.04.032>.
5. Liu, Q.; Song, Y.; Li, R.; Lv, H.; Feng, W.; Shen, Y.; Zhang, X.; Wang, G.; Bao, X. *Int. J. Hydrogen Energy.* **2021**, *46*, 19814–19821. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2021.03.134>.
6. Argaman, N.; Makov, G. *Am. J. Phys.* **2000**, *68*, 69–79. DOI: <https://doi.org/10.1119/1.19375>.
7. Idrissi, S.; Labrim, H.; Bahmad, L.; Benyoussef, A. *Chem. Phys. Lett.* **2021**, *766*, 138347. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2021.138347>.
8. Torres, A.; Luque, F. J.; Tortajada, J.; Arroyo-de Dompablo, M. E. *Energy Storage Mater.* **2019**, *21*, 354–360. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ensm.2019.06.002>.
9. Hirata, T.; Ishioka, K.; Kitajima, M. *J. Solid State Chem.* **1996**, *124* (2), 353–359. DOI: <https://doi.org/10.1006/jssc.1996.0249>.
10. Zheng, H.; Reaney, I. M.; de Györgyfalva, G. D. C. C.; Ubc, R.; Yarwood, J.; Seabra, M. P.; Ferreira, V. M. *J. Mater. Res.* **2004**, *19*, 488–495. DOI: <https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.2.488>.
11. Alzahrani, A.; Samokhvalov, A. *J. Lumin.* **2016**, *178*, 430–436. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.JLUMIN.2016.06.014>.
12. Khan, A. A.; Tahir, M. *J. CO2 Util.* **2019**, *29*, 205–239. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2018.12.008>.
13. Özer, T. *Chinese J. Phys.* **2019**, *61*, 180–189. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.CJPH.2019.08.011>.

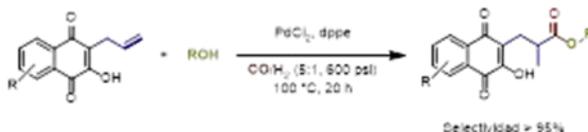
CISQM-PE-CP02

Alcoxicarbonilación de 3-Alil-2-hidroxi-naftoquinona: Síntesis regioselectiva de ésteres ramificados

Gloria Alejandra Suárez-Ortiz, Julián Andrés Enciso Vargas, Manuel Amézquita-Valencia
Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, 04510, México.
gasosp15@gmail.com; manuel.amezquita@iquimica.unam.mx

RESUMEN

Las reacciones mediadas por catalizadores metálicos son herramientas indispensables para la química de hoy, en este sentido la reacción de alcoxicarbonilación es una opción viable para la síntesis de ésteres a partir de olefinas por medio del uso de monóxido de carbono como bloque de construcción. Por lo tanto, se exploró la reacción de alcoxicarbonilación de 3-Alil-2-hidroxi-naftoquinonas en presencia de catalizadores de paladio. Bajo condiciones optimizadas se logró controlar la regioselectividad del sistema hacia el éster ramificado con excelentes resultados a partir de la elección del ligante fosfínico correcto, además se observó que la naturaleza del nucleófilo es fundamental para la actividad catalítica.



INTRODUCCIÓN

Las reacciones mediadas por metales de transición en el transcurso del tiempo se han convertido en una herramienta indispensable para los químicos sintéticos debido a las diferentes metodologías desarrolladas a partir de su uso como catalizadores. Esto ha provocado que muchos procesos sean llevados a cabo por catalizadores metálicos, encontrando así alta eficiencia en los procesos. Lo que ha permitido la disminución de: pasos de reacción, síntesis de intermediarios, y una menor generación de subproductos. Estos beneficios impactan de forma directa el proceso. En este sentido la reacción de carbonilación es una herramienta que se abre paso en la síntesis de una gran variedad de moléculas asociadas a su uso como bloque constructor de sistemas más complejos. De manera particular la alcoxicarbonilación de olefinas es una alternativa sintética ideal para la obtención de ésteres a partir de monóxido de carbono (CO) el cual es un bloque de construcción versátil, y un alcohol que actúa como nucleófilo. [1]

Una de las complicaciones más frecuentes en este tipo de metodologías es la baja regioselectividad del producto de reacción. Usualmente la isomerización de las dobles ligaduras o el modo de inserción de la insaturación al centro metálico predice la regioselectividad en el proceso. Este factor puede ser controlado por medio del uso de ligantes fosfínicos mono o bidentados coordinados al centro metálico bajo condiciones optimizadas. [2,3] En general, ligantes bidentados dirigen la selectividad hacia el producto lineal; en el caso del producto ramificado los ligantes monodentados han presentado un mejor comportamiento. Es sabido que el factor electrónico en el sustrato insaturado juega un papel importante, la alcoxicarbonilación de estireno favorece la generación del éster ramificado debido principalmente a la estabilización del intermediario acil-paladio generado. A pesar de los grandes avances generados en la alcoxicarbonilación de este tipo de compuestos, los sustratos que presentan un grupo alilo son menos explorados, esto se debe a la posibilidad de isomerizar la doble ligadura y genera al menos tres productos de reacción, donde controlar la regioselectividad del sistema se convierte en un reto sintético mayor.

Por lo tanto, en este proyecto de investigación se plantea el uso 3-Alil-2-hidroxi-naftoquinonas para la síntesis regioselectiva del correspondiente éster ramificado con una alta regioselectividad. El control de la selectividad de la reacción se llevó a cabo evaluando: la fuente de paladio, el ligante fosfínico, la presión total y relación de los gases de trabajo, la temperatura y el disolvente de la reacción.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Precusores de paladio utilizados: $(\text{Pd}(\text{OAc})_2)$, PdCl_2 , PdBr_2 , PdI_2 , $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$, $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$, ligantes fosfínicos utilizados: trifenilfosfina ($\text{P}(\text{Ph})_3$), 1,4-bis(difenilfosfina)butano (dppb), 1,3-bis(difenilfosfina)propano (dppp), 1,2-bis(difenilfosfina)etano (dppe), 4,5-Bis(difenilfosfino)-9,9-dimetilxanteno (Xantphos), 2,4-Bis(difenilfosfino)ferroceno (dppf), 2,2'-bis (difenilfosfino)-1,1'-binaftil (*rac*-BINAP), 2-hidroxi-1,4-naftoquinona, K_2CO_3 , Bromuro de alilo y disolventes empleados (diclorometano (DCM), dimetilformamida (DMF) y tolueno (Tol), acetonitrilo (ACN) están disponibles comercialmente y fueron empleados sin purificación adicional.

El sustrato de partida (**1a**) y productos obtenidos fueron caracterizados mediante Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ^1H y ^{13}C en un espectrómetro Bruker Avance III 400 MHz y espectrometría de masas en un espectrómetro Jeol The AccuTOF JMST100LC con la técnica DART.

Para las purificaciones realizadas por cromatografía en columna se utilizó como fase estacionaria sílice gel con malla 230-400 y tamaño de poro promedio de 60 Å y como fase móvil mezclas de acetato de etilo y hexano.

Síntesis de 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**) [4]

Para la síntesis de **1a**, se emplearon dos etapas (Fig. 1)

(i) O-alilación de la 2-hidroxi-1,4-naftoquinona: Se disolvió 5,75 mmol de Lawsona y 5,75 mmol K_2CO_3 en 40 mL de DMF, después de 15 minutos de agitación, se añadieron gota a gota 5 mL de una disolución de Bromuro de alilo (14,4 mmol) en DMF, posteriormente se calentó a 80 °C por 20 h. Una vez terminado el tiempo de reacción, la mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente, se realizaron extracciones con DMC (3 x 15 mL) y lavados con agua (3 x 25 mL) y salmuera (3 x 25 mL). La fase orgánica fue secada con sulfato de sodio anhidro, posteriormente se filtró y se concentró a vacío. Finalmente, el crudo de reacción se disolvió y filtró por sílice gel, empleando como fase móvil una mezcla de hexano y acetato de etilo, en relación 8:2. Posteriormente se evaporó el exceso de disolvente y se obtuvo un sólido amarillo.

(ii) Transposición de Claisen: El sólido obtenido se disolvió en PhMe y se sometió a irradiación de microondas por 3 horas a 120 °C. Al término de la reacción, se enfrió hasta temperatura ambiente y se evaporó el disolvente. Posteriormente se precipitó el compuesto **1a** empleando DCM y hexano. Finalmente se filtró, se realizaron lavados con hexano y se secó el sólido empleando vacío.

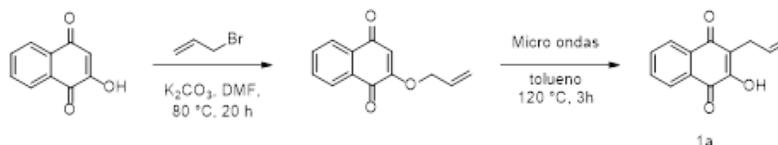


Fig. 1. Síntesis del sustrato **1a**.

Optimización de la reacción de alcoxycarbonilación

Para lograr un proceso catalítico altamente selectivo se evaluaron las siguientes variables: precursor de paladio, ligante fosfínico, presión y relación de los gases de trabajo, temperatura, disolvente y tiempo de reacción. Se trabajó con **1a** como sustrato modelo y metanol como nucleófilo para la obtención del éster correspondiente.

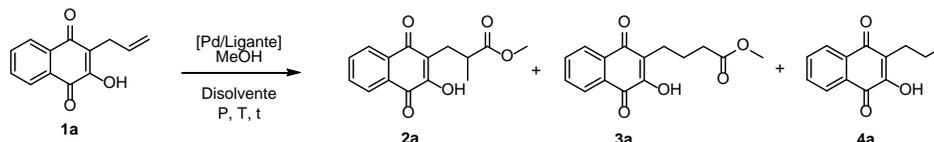
Las reacciones se llevaron a cabo en un reactor tipo Parr de 45 mL provisto con un manómetro, en una celda de vidrio se pesó el sustrato (0.14 mmol), el precursor de paladio (6 % mol), ligante (6 % mol), y se disolvieron en 5

mL del alcohol correspondiente. El reactor fue cerrado y purgado 3 veces con CO, finalmente fue cargado con los gases de trabajo a una presión de 600 psi. El reactor se introdujo en un cubo de aluminio previamente precalentado a 100°C por 20 horas de reacción. Al finalizar el tiempo de reacción, la solución resultante se filtró por celita y se evaporó el disolvente. Posteriormente se adquirió un espectro de RMN ¹H del crudo de reacción para evaluar la regioselectividad y conversión del sistema. El producto deseado se purificó por medio de cromatografía en columna utilizando hexano y acetato de etilo como eluyente.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La optimización de la reacción de alcoxicarbonilación de 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**) para la obtención del éster ramificado (**2a**) se realizó en presencia de metanol. Inicialmente, se utilizó PdI₂ y dppb como ligante fosfínico bidentado y una mezcla de DCM/MeOH (4:1) (Tabla 1, entrada 1), la elección se basó en experimentos previos realizados en nuestro laboratorio. Se puede observar una conversión total del sustrato con una selectividad dirigida hacia el éster lineal (**3a**). Al cambiar el disolvente de la reacción no se logró mejorar la selectividad (Entradas 2-3). Para nuestra sorpresa, al trabajar el MeOH como disolvente se observó una regioselectividad del 78 % hacia el éster ramificado (**2a**) (Entrada 4). En este punto se estudió la influencia del precursor del paladio, con el fin de mejorar la regioselectividad de la reacción se trabajó con diferentes fuentes de paladio en estado de oxidación (II) y (0), de los resultados se pudo destacar el incremento en la regioselectividad (88 %) hacia el producto ramificado (**2a**) empleando PdCl₂ (Entradas 5-9). A continuación, se optimizó el ligante fosfínico, se puede observar que al trabajar con ángulos de mordida mayores a 100°, la selectividad decae notoriamente (Entradas 10-11), caso contrario con ángulos de mordida menores a 95°, la selectividad se ve favorecida hasta un 92 % (Entradas 12-13), por lo tanto, se decidió seguir nuestra investigación empleando dppe como ligante.

Tabla 1. Optimización de las condiciones de reacción.



Entrada	[Pd]	Ligante	H ₂ :CO	Conversión ^a	Distribución ^a 2a:3a:4a
1 ^b	PdI ₂	dppb	1:3	100	25:65:10
2 ^c	PdI ₂	dppb	1:3	15	5:10:20
3 ^d	PdI ₂	dppb	1:3	0	-
4	PdI ₂	dppb	1:3	100	78:18:4
5	PdBr ₂	dppb	1:3	100	85:14:1
6	PdCl ₂	dppb	1:3	100	88:9:3
7	Pd(OAc) ₂	dppb	1:3	87	8:64:28
8	Pd ₂ (dba) ₃	dppb	1:3	100	10:66:24
9	Pd(PPh ₃) ₄	dppb	1:3	100	6:86:8
10	PdCl ₂	Xantphos	1:3	100	26:70:4
11	PdCl ₂	Dppf	1:3	100	58:40:2
12	PdCl ₂	rac-BINAP	1:3	100	71:24:5
13	PdCl ₂	dppe	1:3	100	92:0:8

^aCondiciones de reacción: Sustrato **1a** (0.14 mmol), [Pd] 6 %mol, Ligante 6% mol, MeOH volumen total 5 mL, 100 °C, 20 horas, 600 psi. ^bDCM/MeOH (4:1). ^cTol/MeOH (4:1). ^dACN/MeOH (4:1).

Respecto a la presión del sistema se cambió la relación de los gases de trabajo, a 1:2, 1:1 y 1:5, en este caso se logró mejorar la regioselectividad hasta 94 % hacia el producto deseado al trabajar con una baja concentración de hidrógeno molecular (Tabla 2, entradas 1-3). Al disminuir la carga catalítica del 6 % mol hasta un 2 % mol se observó un decremento en la actividad (Entradas 4-5), un comportamiento similar fue obtenido al cambiar el volumen del disolvente (Entradas 6-7).

Tabla 2. Optimización de la presión, carga de catalizador y concentración en el sistema catalítico.

Entrada ^a	H ₂ :CO	Conversión ^b	Distribución ^b 2a:3a:4a
1	1:2	100	90:0:10
2	1:1	100	68:5:27
3	1:5	100	94:0:6
4 ^c	1:5	100	90:0:10
5 ^d	1:5	100	85:0:15
6 ^e	1:5	27	65:0:35
7 ^f	1:5	24	76:0:26

^aCondiciones de reacción: Sustrato **1a** (0.14 mmol), [Pd] 6 %mol, Ligante 6 % mol, MeOH volumen total 5 mL, 100 °C, 20 horas, 600 psi. ^cPdCl₂ 3 %mol, ligante 3 % mol. ^dPdCl₂ 2 %mol, ligante 2% mol. ^eVolumen MeOH 2mL. ^fMezcla de disolvente DCM/MeOH (4:1).
^bMezcla de disolvente DCM/MeOH (3:2).

Con la optimización se decidió generalizar la reacción desarrollada empleando las siguientes condiciones: [PdCl₂]/dppe (6 % mol), 5 mL alcohol, 20h, 100°C, H₂/CO (1:5). Con el uso de metanol, etanol y propanol como nucleófilos la conversión fue del 100 %, además se presentó una regioselectividad excelente hacia el éster ramificado en todos los casos (**2a-2c**) (Fig. 1). Utilizando isopropanol o trifluoroetanol la conversión fue del 38 % y 58 % respectivamente, a pesar del resultado moderado, la regioselectividad fue excelente hacia el éster ramificado (**2d, 2e**). La presencia de sustituyentes en el anillo aromático del fragmento naftoquinónico no afectó la conversión ni la selectividad de la reacción (**2f, 2g**). El cambio del núcleo a cumarina demostró el alcance de la reacción logrando una selectividad del 97 % hacia el producto deseado (**2h**).

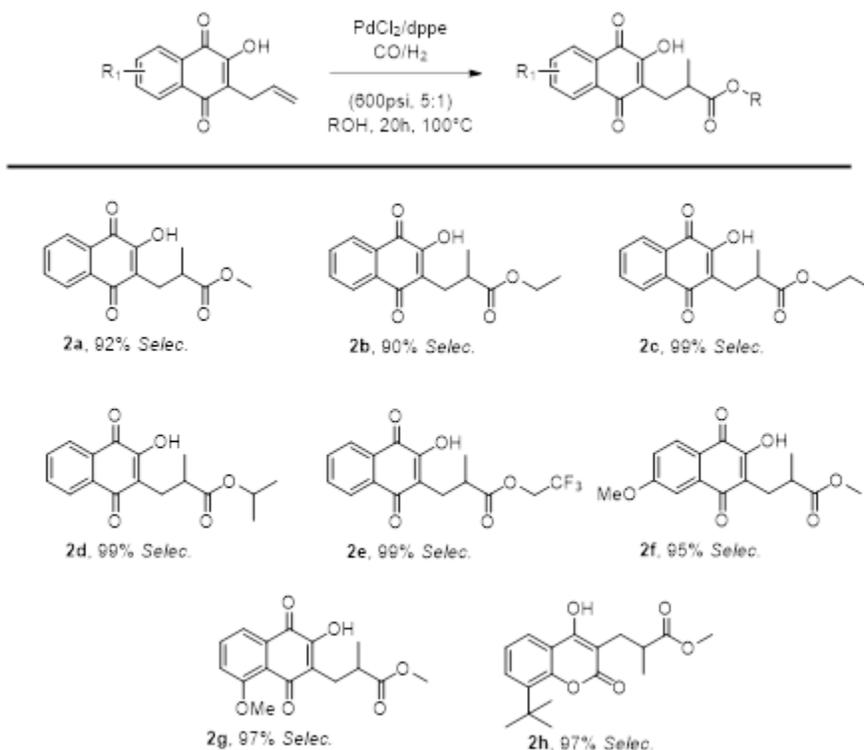


Fig. 2. Alcance de la reacción de alcoxycarbonilación.

El uso de alcoholes de cadena mas larga como *n*-butanol, *n*-octanol, alcohol bencílico o terbutanol no generaron el producto de reacción. Lo anterior podría estar asociado a lo elevados puntos de ebullición de los alcoholes y a su alta densidad, lo que podría provocar la desactivación del sistema catalítico y la formación de negro de paladio.

CONCLUSIONES

Se desarrollo un método catalítico altamente regioselectivo hacia la obtención del éster ramificado derivado de la 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**). Donde se observó que el ligante seleccionado presenta una fuerte influencia en la selectividad del proceso.

Las propiedades fisicoquímicas del nucleófilo seleccionado afectaron drásticamente el comportamiento catalítico, donde elevados puntos de ebullición desactivaron el sistema catalítico. Se observó que alcoholes terciarios no fueron afines al proceso debido al impedimento estérico presente.

REFERENCIAS

1. Hartwig J.F. *Organotransition metal chemistry: From bonding to catalysis*. 1st Edition. Sausalito, California: University Science Books; **2010**.
2. J. Liu, C. Kubis, R. Franke, R. Jackstell, M. Beller. *ACS Catal.* **2016**, *6*, 907–912.
3. van der Veen, L. A.; Kamer, P. C. J.; van Leeuwen, P. W. N. M. *Angew. Chem. Int. Ed.* **1999**, *38*, 336–338.
4. Kongkathip, N.; Kongkathip, B.; Siripong, P.; Sangma, C.; Luangkamin, S.; Niyomdech, M.; Pattanapa, S.; Piyaviriyagul, S.; Kongsaree, P. *Bioorganic Med. Chem.* **2003**, *11*, 3179–3191.
5. Ren, X.; Wang, Z.; Shen, C.; Tian, X.; Tang, L.; Ji, X.; Dong, K. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2021**, *60*, 17693–17700.

CISQM-PE-CP03

Síntesis de nanocristales de perovskita de haluro (CsPbX_3) estabilizados por ligantes zwitteriónicos de tipo sulfobetaina

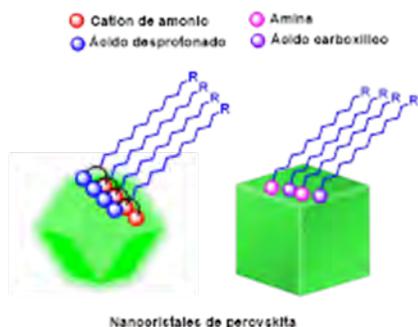
Yoarhy A. Amador-Sánchez, Brenda Vargas, Diego Solís-Ibarra*

Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Autónoma de México, (UNAM), Coyoacán, Ciudad de México, México

yoarhy@gmail.com; diego.solis@unam.mx

RESUMEN

En tiempos recientes, la búsqueda de materiales versátiles con buenas propiedades fotónicas ha sido uno de los objetivos primordiales de la comunidad científica. [1] En esta dirección, materiales semiconductores provenientes de haluros de plomo con estructura cristalina tipo perovskita CsPbX_3 (Cl, Br, I) han mostrado grandes eficiencias de conversión energética [2] y propiedades ópticas modulables con emisiones que van desde los 400 a 700 nm con rendimientos cuánticos cercanos a la unidad [3] Es por ello, que en este proyecto se plantea la síntesis de materiales basados en nanocristales de tipo perovskita, los cuales fueron obtenidos a partir de los correspondientes oleatos de plomo y cesio. Dichos nanocristales fueron estabilizados por ligantes zwitteriónicos de tipo sulfobetaina con la finalidad de modular tanto la morfología del nanocristal como la fotoluminiscencia de este.



REFERENCIAS

1. X. Wang, Z. Bao, Y. Chang, R. Liu. *ACS Energy Lett.* **2020**, 5, 3374–3396.
2. M. Saliba, T. Matsui, J. Seo, K. Domanski, J. Correa-Baena, M. K. Nazeeruddin, S. M. Zakeeruddin, W. Tress, A. Abate, A. Hagfeldt, M. Gratzel. *Energy Environ. Sci.* **2016**, 9, 1989–1997.
3. M. V. Kovalenko, L. Protesescu, M. I. Bodnarchuk. *Science* **2017**, 358, 745–750.

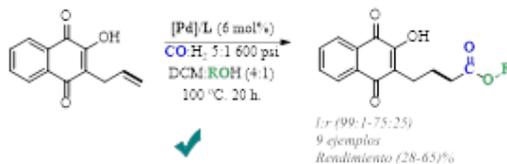
CISQM-PE-CP04

Alcoxicarbonilación regioselectiva de 2-Alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona catalizada por paladio

Julian Enciso-Vargas, Gloria Alejandra Suárez-Ortiz, Manuel Amézquita-Valencia
Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, 04510, México.
julianenciso@comunidad.unam.mx; manuel.amezquita@iquimica.unam.mx

RESUMEN

La alcoxicarbonilación de alquenos terminales mediada por catalizadores metálicos es un proceso de gran interés para la industria química, debido a la importancia de los ésteres obtenidos a partir de este tipo de procesos catalíticos. Por lo tanto, se exploró y se establecieron las condiciones de reacción para la alcoxicarbonilación regioselectiva de la 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**) empleando distintos alcoholes como nucleófilos, lográndose obtener una serie de ésteres derivados de **1a** con una buena regioselectividad y un rendimiento aislado moderado (28-65 %).



INTRODUCCIÓN

Las reacciones de carbonilación de alquenos que utilizan monóxido de carbono constituyen una base fundamental en la industria química actual y son procesos que en su mayoría, se llevan a cabo empleando catálisis homogénea, debido a que se genera una alta especificidad en la obtención de productos químicos finos y a granel de alto valor agregado [1]. A pesar del tremendo progreso en este tipo de transformaciones, el desarrollo de sistemas catalíticos para mejorar su actividad y ampliar la gama de materias primas sigue siendo esencial para nuevas aplicaciones prácticas [2, 3].

La alcoxicarbonilación es un método importante para la conversión de compuestos insaturados, CO y alcoholes ampliamente disponibles a sus ésteres correspondientes [4]. Este proceso es atractivo debido a que el monóxido de carbono representa un bloque de construcción C1 económico y la adición de un nucleófilo (Nu = halógeno, CN, OH, NR₂, etc.) en los enlaces múltiples carbono-carbono es una de las transformaciones más deseadas en la síntesis orgánica [5].

Uno de los retos en este tipo de transformaciones catalíticas es encontrar sistemas de reacción promovidas por catalizadores eficientes en función de la conversión y selectividad, debido a que las múltiples variables a controlar (disolvente, temperatura, presión del sistema, ligante, precursor de paladio, etc.) pueden afectar la eficiencia del sistema.

Es nuestro interés, explorar la alcoxicarbonilación regioselectiva de la 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**), debido a: (i) consideramos que es un sistema interesante, ya que en la estructura del sustrato está presente una zona nucleofílica, la cual podría competir con el alcoholes utilizados (nucleófilo externo) y dirigir la selectividad de la reacción hacia un éster cíclico, (ii) además, bajo condiciones de gas de síntesis (CO:H₂) se puede presentar competencia con procesos de hidroformilación, hidrogenación y alcoxicarbonilación intramolecular, donde la selección de las condiciones de reacción adecuadas nos permitirán controlar la regioselectividad del sistema propuesto, (iii) el producto de reacción propuesto podría poseer propiedades biológicas interesantes, debido a la presencia de un grupo farmacóforo como lo es la 1,4-naftoquinona [6].

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Precusores de paladio utilizados: (Pd(OAc)₂, PdBr₂, Pdl₂, Pd₂(dba)₃), ligantes fosfínicos utilizados: trifenilfosfina (P(Ph)₃), triciclohexilfosfina (P(Cy)₃), 1,4-bis(difenilfosfina)butano (dppb), 1,3-bis(difenilfosfina)propano (dppp), 1,2-bis(difenilfosfina)etano (dppe), 1,2-bis(difenilfosfina)benceno (dppBz), 4,5-Bis(difenilfosfino)-9,9-dimetilxanteno (Xantphos), 2,4-Bis(difenilfosfino)ferroceno (dppf), Lawsona, K₂CO₃, Bromuro de alilo y disolventes empleados (diclorometano (DCM), dimetilformamida (DMF) y tolueno (PhMe)) están disponibles comercialmente y fueron empleados sin purificación adicional.

El sustrato de partida (**1a**) y productos obtenidos fueron caracterizados mediante Resonancia Magnética Nuclear (RMN) de ¹H y ¹³C en un espectrómetro Bruker Avance III 400 MHz y espectrometría de masas en un espectrómetro Jeol The AccuTOF JMST100LC con la técnica DART.

Para las purificaciones realizadas por cromatografía en columna se utilizó como fase estacionaria sílice gel con malla 230-400 y tamaño de poro promedio de 60 Å y como fase móvil mezclas de acetato de etilo y hexano.

Síntesis de 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**) [7]

Para la síntesis de **1a**, se emplearon dos etapas (Fig. 1):

- O-alilación de la Lawsona: Se disolvió 5,75 mmol de Lawsona y 5,75 mmol K₂CO₃ en 40 mL de DMF, después de 15 minutos de agitación, se añadieron gota a gota 5 mL de una disolución de Bromuro de alilo (14,4 mmol) en DMF, posteriormente se calentó a 80 °C por 20 h. Una vez terminado el tiempo de reacción, la mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente, se realizaron extracciones con DMC (3 x 15 mL) y lavados con agua (3 x 25 mL) y salmuera (3 x 25 mL). La fase orgánica fue secada con sulfato de sodio anhidro, posteriormente se filtró y se concentró a vacío. Finalmente, el crudo de reacción se disolvió y filtró por sílice gel, empleando como fase móvil una mezcla de hexano y acetato de etilo, en relación 1:1. Posteriormente se evaporó el exceso de disolvente y se obtuvo un sólido amarillo.
- Transposición de Claisen: El sólido obtenido se disolvió en PhMe y se sometió a irradiación de microondas por 3 horas a 120 °C. Al término de la reacción, se enfrió hasta temperatura ambiente y se evaporó el disolvente. Posteriormente se precipitó el compuesto **1a** empleando DCM y hexano. Finalmente se filtró, se efectuaron lavados con hexano y se secó el sólido empleando vacío.

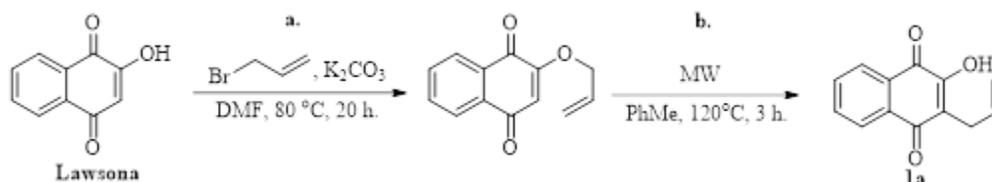


Fig. 1. Síntesis del sustrato **1a**.

Optimización de las condiciones de reacción.

Se estudio el efecto del precursor de paladio, ligante, carga de los precursores, presión del sistema (200-600 psi), relación de gases CO:H₂ (1:1-5:1) y temperatura (90-110 °C). Para el acondicionamiento de la reacción se empleó MeOH como nucleófilo de referencia. El procedimiento general obtenido a partir del estudio de las diferentes variables se describe a continuación:

En un autoclave de 45 mL equipado con una celda de vidrio y una barra de agitación magnética, se agregaron 0.14 mmol de 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona, 6.0 mol% de Pd(AcO)₂, 6.0 mol% de dppf, 4 mL de diclorometano y 1 mL de MeOH. El reactor fue purgado tres veces con H₂ y se presurizó a 600 psi con una mezcla de CO:H₂ en relación 5:1 y se calentó a 100 °C por 20 h. Una vez finalizado el tiempo de reacción, el reactor se enfrió hasta temperatura

ambiente para liberar el exceso de gases. La mezcla de reacción se filtró por celita y se evaporó el disolvente. Posteriormente se adquirió un espectro de RMN ¹H del crudo de reacción.

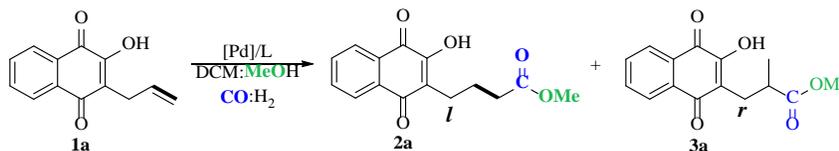
Procedimiento general para el estudio del efecto del alcohol en la alcoxicarbonilación de 1a

Las reacciones se llevaron a cabo con 0.14 mmol **1a**, 6.0 mol % de Pd(OAc)₂, 6.0 mol % de dppf, 4 mL de diclorometano y 1 mL de alcohol, 600 psi CO:H₂ en relación 5:1, 100 °C por 20 h. Una vez finalizado el tiempo de reacción, el reactor se enfrió hasta temperatura ambiente para liberar el exceso de gases. La mezcla de reacción se purificó por cromatografía en columna usando hexano y acetato de etilo como eluyente.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Empleando 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**) como sustrato modelo, se llevaron a cabo una serie de experimentos para definir las condiciones óptimas de reacción (Tabla 1). Inicialmente se empleó como disolvente MeOH (Entrada 1) y se observó una buena conversión y selectividad. Posteriormente se exploró la posibilidad de emplear una mezcla de disolventes DCM:MeOH en relación 4:1 (Entrada 2), encontrándose que la reactividad del sistema se mantenía, aunque la regioselectividad disminuía.

Tabla 1. Optimización de las condiciones de reacción^a.



Entrada	[Pd]	L	CO:H ₂	Conversión (%) ^b	Conversión esteres (%) ^b	<i>l</i> : <i>r</i> ^b
1 ^d	Pd(OAc) ₂	dppb	3:1	100	97	92:8
2	Pd(OAc) ₂	dppb	3:1	100	97	82:18
3	Pd(OAc) ₂	dppb	1:0	28	28	78:22
4 ^e	Pd(OAc) ₂	dppb	3:1	100	89	55:45
5 ^f	Pd(OAc) ₂	dppb	3:1	100	74	89:11
6 ^g	Pd(OAc) ₂	dppb	3:1	100	90	67:33
7 ^h	Pd(OAc) ₂	dppb	3:1	80	80	81:19
8	Pd(OAc) ₂	dppf	3:1	100	97	92:8
9	Pd(OAc) ₂	dppp	3:1	100	94	42:58
10	PdBr ₂	dppb	3:1	100	100	49:51
11	PdI ₂	dppb	3:1	100	92	64:36
12	Pd ₂ (dba) ₃	dppb	3:1	100	98	92:8
13	Pd(OAc) ₂	dppf	3:1	100	98	96:4 (55) ^c
14	Pd ₂ (dba) ₃	dppf	3:1	100	100	72:28 (62) ^c
15 ⁱ	Pd(OAc) ₂	dppf	3:1	95	95	89:11
16	Pd(OAc) ₂	dppf	2:1	100	95	80:20
17	Pd(OAc)₂	dppf	5:1	100	97	93:7 (61)^c
18 ^j	Pd(OAc) ₂	dppf	1:0	100	86	28:72

^aLas reacciones se realizaron con **1a** (0.14 mmol), 6 mol % [Pd], 6 mol % Ligante, CO (500 psi), H₂ (100 psi) a 100 °C en 4 mL de DCM y 1 mL de MeOH. ^bLa conversión y la relación entre los compuestos lineal (*l*) y ramificado (*r*), fueron determinados mediante RMN ¹H del crudo de

reacción. ^aEl rendimiento aislado después de columna se muestra entre paréntesis. ^dDCM:MeOH (0:1). ^e110 °C. ^f90 °C. ^g400 psi. ^h200 psi. ⁱ4 mol% de precursor de Pd y Ligante. ^jCO (600 psi) y 10 mol % *p*-TSOH.

La presencia de H₂ en el sistema de reacción es necesaria debido a que en ausencia de este la conversión disminuye considerablemente, lo cual puede dar un indicio sobre la formación de un complejo de hidruro de paladio activo (Entrada 3). A 110 °C la selectividad se pierde y a 90 °C la conversión del sistema disminuye (Entradas 4 y 5), por lo que se continuó trabajando a 100 °C. Manteniendo la relación de los gases CO:H₂, se disminuyó la presión total del sistema de reacción, encontrándose que la selectividad y la conversión se ven afectadas (Entradas 6 y 7). Se estudió el efecto del ligante, debido a que estos pueden tener un fuerte impacto en la conversión y la regioselectividad, encontrándose que P(Ph)₃, P(Cy)₃ (monodentados), dppe (83°)^g, dppBz (82°), Xantphos (105°) (bidentados) los sistemas de reacción resultantes son inactivos. Para dppb (97°), dppp (92°) y dppf (99°) la conversión es alta, sin embargo, la regioselectividad para la obtención de producto lineal (**2a**) es más eficaz para dppb y dppf, en comparación con dppp (Entrada 2, 8 y 9).

Aunque la reacción de alcoxycarbonilación de **1a** es eficaz con diferentes fuentes de Paladio como PdBr₂, PdI₂, Pd(OAc)₂ y Pd₂(dba)₃, dando una conversión del 100 %, nuestros estudios mostraron que los precursores de Pd(OAc)₂ y Pd₂(dba)₃ son los más selectivos para la obtención del producto lineal (**2a**) (Entradas 2, 10-12). Posteriormente se evaluó la actividad y selectividad resultante de los precursores de paladio (Pd(OAc)₂ y Pd₂(dba)₃) en combinación con el ligante dppf. Se estableció que el Pd(OAc)₂ ofrece una mayor regioselectividad (Entradas 13 y 14). Se disminuyó la carga del precursor de Pd y ligante a 4 mol %, encontrándose que la actividad y selectividad se ven afectadas, por lo que se decidió trabajar con una carga de 6 mol % (Entrada 15). Posteriormente se estudió el efecto de la proporción de los gases CO:H₂ en el sistema de reacción y se determinó que la relación 5:1, ofrece una mejor conversión, selectividad y rendimiento aislado (Entradas 13, 16 y 17).

Se reemplazó la fuente de hidrogeno en el sistema de reacción, realizando un experimento en ausencia de H₂, el cual es sustituido por ácido *p*-toluenosulfónico (*p*-TSOH), ya que este tipo de reacciones, por lo general se realizan en presencia de un ácido, el cual funciona como una fuente de hidrógeno [4]. Se obtuvo una buena actividad, aunque la regioselectividad del sistema cambio drásticamente, de tal forma que se favoreció la obtención del producto ramificado (**3a**).

Finalmente, los mejores resultados se obtuvieron utilizando Pd(OAc)₂, dppf, CO:H₂ (5:1, 600 psi) en DCM:MeOH (4:1) a 100 °C por 20 h, obteniendo el éster lineal en una buena proporción (Entrada 17).

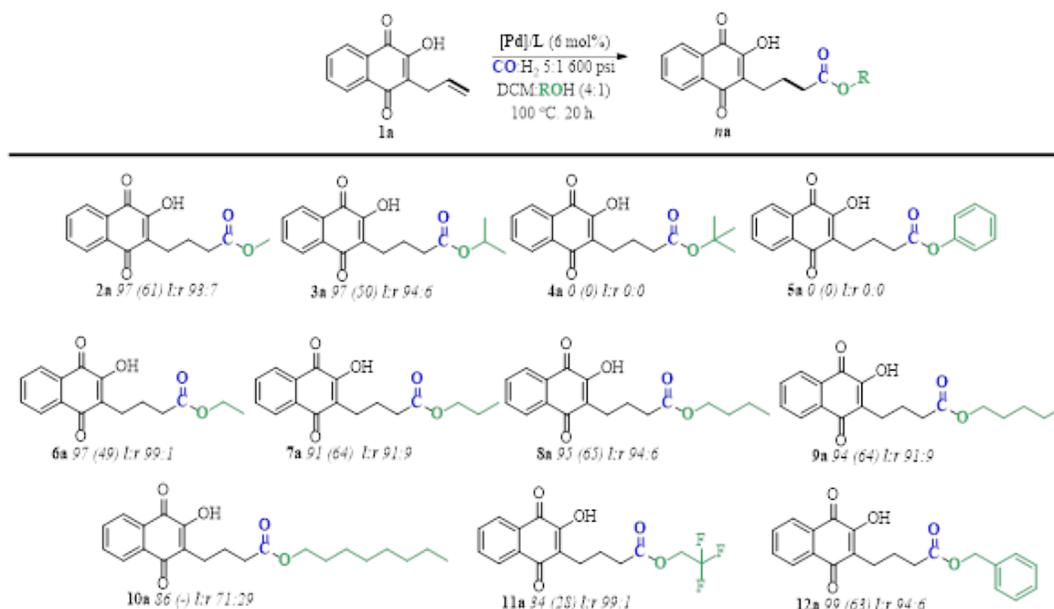


Fig. 2. Alcance del alcohol en la alcoxycarbonilación de **1a**.

Habiendo establecido las condiciones óptimas de reacción, se exploró el alcance del alcohol en la reacción de alcoxycarbonilación de **1a** (Fig. 2). Se encontró que para alcoholes primarios (**2a**, **6a**, **7a**, **8a**, **9a**, **10a**, **11a** y **12a**) y secundario (**3a**), se obtienen los respectivos productos con una buena regioselectividad (71:29 – 99:1) y un rendimiento aislado moderado (28-65 %). Para alcoholes terciarios de naturaleza alquílica (**4a**) y aromática (**5a**) la reacción no se efectuó, lo que probablemente este asociado con el impedimento estérico del nucleófilo y del catalizador.

CONCLUSIONES

Se desarrollo un sistema de reacción regioselectivo para la alcoxycarbonilación de 2-alil-3-hidroxi-1,4-naftoquinona (**1a**) empleando Pd(OAc)₂ y dppf como precursores, CO:H₂ en proporción 5:1 (600 psi) en DCM:ROH (4:1 v/v) a 100 °C por 20 h.

Se determino que las condiciones de reacción encontradas funcionan para alcoholes primarios y secundarios, obteniendo los esteres derivados de **1a** con una buena regioselectividad (71:29-99:1) y un rendimiento aislado moderado (28-65 %).

REFERENCIAS

- Beller, M.; Cornils, B.; Frohning, C. D.; Kohlpaintner, C. W. *J. Mol. Catal. A. Chem.* **1995**, *104*, 17–85. [https://doi.org/10.1016/1381-1169\(95\)00130-1](https://doi.org/10.1016/1381-1169(95)00130-1).
- Dong, K.; Fang, X.; Güllak, S.; Franke, R.; Spannenberg, A.; Neumann, H.; Jackstell, R.; Beller, M. *Nat. Commun.* **2017**, *8*, 1–7. <https://doi.org/10.1038/ncomms14117>.
- Kiss, G. *Chem. Rev.* **2001**, *101*, 3435–3456. <https://doi.org/10.1021/cr010328q>.
- Sang, R.; Hu, Y.; Razzaq, R.; Jackstell, R.; Franke, R.; Beller, M. *Org. Chem. Front.* **2021**, *8*, 799–811. <https://doi.org/10.1039/d0qo01203c>.
- Li, H.; Dong, K.; Jiao, H.; Neumann, H.; Jackstell, R.; Beller, M. *Nat. Chem.* **2016**, *8*, 1159–1166. <https://doi.org/10.1038/nchem.2586>.

6. Jali, B. R.; Behura, R.; Barik, S. R.; Parveen, S.; Mohanty, S. P.; Das, R. A. *Res. J. Pharm. Technol.* **2018**, *11*, 3698–3702. <https://doi.org/10.5958/0974-360X.2018.00679.0>.
7. Kongkathip, N.; Kongkathip, B.; Siripong, P.; Sangma, C.; Luangkamin, S.; Niyomdech, M.; Pattanapa, S.; Piyaviriyagul, S.; Kongsaree, P. *Bioorganic Med. Chem.* **2003**, *11*, 3179–3191. [https://doi.org/10.1016/S0968-0896\(03\)00226-8](https://doi.org/10.1016/S0968-0896(03)00226-8).
8. Dierkes, P.; W. N. M. van Leeuwen, P. *J. Chem. Soc. Dalt. Trans.* **1999**, *10*, 1519–1530. <https://doi.org/10.1039/A807799A>.

CISQM-PE-CP05

Preparación de un catalizador heterogéneo cobre (I)-quitosano y evaluación de su actividad catalítica

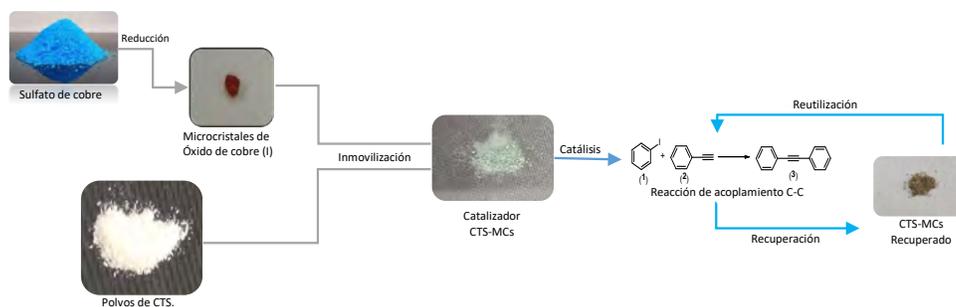
Estefania Reyes Mercado, Janett Betzabe González Campos*, Yliana López Castro.

Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Mich., 58030, México.

*betzabe.gonzalez@umich.mx

RESUMEN

Los catalizadores heterogéneos se han convertido en una pieza elemental en el diseño e implementación de metodologías eficaces y más amigables con el medio ambiente siguiendo los principios de la química verde, entre ellos minimizar la producción de desechos orgánicos y evitar el uso de productos peligrosos. En este trabajo se presenta la obtención de un catalizador heterogéneo empleando polvos de quitosano como soporte catalítico de microcristales de óxido de cobre (I). El catalizador resultante ofrece ventajas tales como ser de fácil manejo y además puede ser recuperado de los medios de reacción mediante métodos sencillos, lo que conlleva su potencial reutilización en varios ciclos catalíticos en reacciones de acoplamiento C-C, proporcionando de esta manera una metodología sencilla, eficaz y amigable con el medio ambiente.



INTRODUCCIÓN

Debido a las problemáticas actuales relacionadas con del deterioro ambiental, surge la constante necesidad de desarrollar procedimientos que sean más amigables con el medio ambiente. En este contexto, la química verde proporciona una serie de conceptos entre los que se destacan el desarrollo de procedimientos más eficientes y la eliminación o reducción de la producción de residuos peligrosos o sustancias contaminantes, por lo que propone el uso de sistemas catalíticos. [1]

Dentro de la catálisis existen un gran número de sustancias que pueden ser empleados como catalizadores, entre ellos los metales, de los cuales se tiene un amplio conocimiento acerca de sus aplicaciones como catalizadores conduciendo a sistemas más efectivos para la producción de compuestos de interés. [2] En particular, el empleo de catalizadores de cobre ha sido de gran interés ya que éste es un metal de bajo costo en comparación con otros catalizadores de esta naturaleza, y además posee una actividad catalítica ampliamente conocida. [3] Este metal es muy versátil, al poderse emplear como catalizador con sus diferentes estados de oxidación y con ello favorecer la catálisis de diferentes reacciones; por ejemplo, el cobre (I) cataliza eficientemente la hidrobtoración de cetonas y aldehídos, fotocicloadiciones y reacciones de Sonogashira. [4]

No obstante, el empleo de este tipo de catalizadores es poco deseable en la síntesis química debido a la generación de desechos contaminantes atribuidos principalmente a la dificultad en la recuperación. Para dar solución a esta

problemática se ha propuesto como alternativa el anclaje o inmovilización de estos catalizadores en soportes sólidos, denominados soportes catalíticos, los cuales poseen gran superficie específica y poco activa en los medios de reacción. Con esta finalidad, el empleo de materias primas renovables como lo son los biopolímeros han llamado la atención, dentro de estos materiales destaca el quitosano (CTS) al ser un biopolímero no tóxico, biocompatible y biodegradable, además de tener la capacidad de interactuar con iones metálicos mediante un mecanismo de quelación.⁵ Estas características hacen del CTS un material altamente atractivo para ser empleado como soporte de especies metálicas con actividad catalítica.

En el presente trabajo se propone el desarrollo de un catalizador heterogéneo obtenido mediante la reducción química de sulfato de cobre a microcristales de óxido de cobre (I) para su posterior inmovilización en polvos de CTS. El análisis de la actividad catalítica presentada por los materiales obtenidos se realiza en reacciones de acoplamiento C-C, específicamente en reacciones Sonogashira, poniendo en manifiesto su eficacia como catalizador heterogéneo, y proporcionando además una alternativa más económica y amigable con el medio ambiente en este tipo de reacciones.

MATERIALES Y MÉTODOS

Obtención de los microcristales de óxido de cobre (I) (MCs): Se tomaron 4 mL de una solución de CuSO₄ al 0.05 M y se sometieron a ultrasonido durante 5 min a 50 °C. Posteriormente, se adicionaron diferentes cantidades de una solución de ácido ascórbico 10 % p/v (AA) empleado como agente reductor y se mantuvo durante 30 min bajo las mismas condiciones. Concluido este tiempo, se retiró el sobrenadante y se realizaron lavados consecutivos con agua destilada para retirar los residuos del agente reductor, a continuación, los MCs resultantes se secaron en estufa en lapsos de 10-15 min a 60 °C hasta sequedad completa.

Inmovilización de MCs en polvos de CTS: Se obtuvo una suspensión de polvos de CTS en agua destilada y se adicionaron los MCs obtenidos anteriormente, manteniéndose ésta suspensión en agitación por 24 h. Transcurrido el tiempo de reacción se retiró la agitación y se dejó en reposo para la sedimentación del material híbrido resultante (CTS-MCs). Se eliminó el exceso de líquido y posteriormente se llevó a sequedad completa en estufa a 60 °C.

Reacciones de acoplamiento C-C; Sonogashira: Se hizo reaccionar fenilaceteno con yodobenceno empleando diferentes cantidades del catalizador. En la búsqueda de un procedimiento simple, rápido y de alto rendimiento, estas reacciones se exploraron bajo diferente temperatura, bases y disolventes.

DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

Dado que se han encontrado reportes del uso de radiación ultrasónica para la obtención de microcristales de cobre. [6] se decidió experimentar implementando este parámetro empleando una concentración de 0.05M de la sal precursora CuSO₄, realizándose 3 ensayos diferentes. El monitoreo de la reacción se realizó mediante UV-Vis, observándose como resultado el espectro mostrado en la Figura 1a, en dicho espectro se evidencia la presencia de la banda característica de los MCs en 245 nm, con bandas muy similares entre sí.

Para el primer ensayo mostrado en el espectro de la Fig. 1(a) se empleó una concentración 0.5 M de la sal precursora, adicionando 0.5 mL de AA durante 30 min en radiación ultrasónica (Fig. 1(b)). Para el siguiente ensayo, se mantuvieron las mismas condiciones de reacción con la variación en la cantidad de agente reductor adicionado, empleándose 0.75 mL (Fig. 1(c)) y para el tercer ensayo fue llevado a cabo empleando 1 mL de AA (Fig. 1(c)).

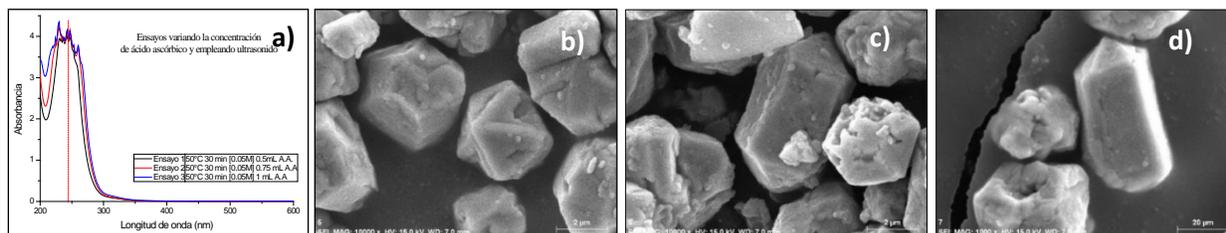


Fig. 1. (a) Absorción máxima UV-Vis de los MCs en 245 nm, microestructura de los MCs empleando: (b) 0.5 mL de AA (c) 0.75 mL de AA y (d) 1 mL de AA.

Del análisis de las imágenes FESEM, se evidencia la influencia de la concentración del agente reductor al observar que con el empleo de 0.75 mL de AA las estructuras cristalinas son más definidas, observándose la morfología denominada pseudohexagonal columnar piramidal. [7] En cristales se encuentran entre un rango de distribución de tamaños de entre 3.5 – 5 μm . Pese a que no se observan estructuras cristalinas uniformes en todo el material, la disminución en el tamaño aumenta el área superficial expuesta, lo que hace a estos materiales muy atractivos para ser inmovilizados en un soporte sólido de CTS.

Al finalizar la metodología para la inmovilización de los MCs en polvos de CTS, se observa un cambio en la coloración de los polvos de CTS, virando de un color ligeramente amarillo a un azul verdoso, lo que es indicativo de una inmovilización efectiva. El análisis FESEM de éste material se muestra en la Fig. 2(a). Se observan a los microcristales dispersos en la superficie del CTS tanto en tamaños micro y nanométricos, y a partir del mapeo elemental muestra una coloración amarilla relacionada a la presencia de cobre. Con esto se corrobora la exitosa inmovilización de los MCs en los polvos de CTS.

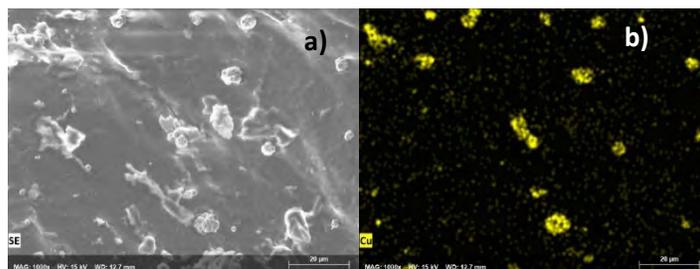
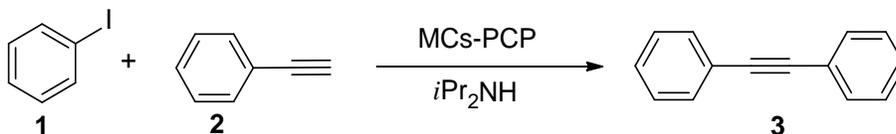


Fig. 2. Análisis FESEM del CTS-MCs (a) Microfotografía FESEM (b) Mapeo elemental de cobre mediante FESEM.

La actividad catalítica de los materiales se evaluó en la reacción de Sonogashira. Inicialmente se emplearon únicamente los microcristales de óxido de cobre obtenidos con anterioridad (Esquema 3). Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.



Esquema 1. Reacción Sonogashira empleando MCs como catalizador.

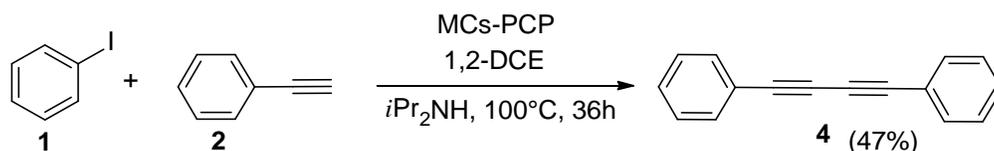
Tabla 1. Resultados de la reacción de Sonogashira del Esquema 3 a diferentes condiciones de reacción.

Ensayo	Catalizador	Cantidad (mg)	Base	Disolvente	Temperatura (°C)	TIEMPO (h)	Producto
1	MCs PCP	10	<i>i</i> Pr ₂ NH	THF	70	24	Trazas de 3
2	MCs PCP	10	<i>i</i> Pr ₂ NH	S.D*	70	24	Trazas de 3
3	MCs PCP	10	<i>i</i> Pr ₂ NH	THF	70	36	Trazas de 3
4	MCs PCP	20	<i>i</i> Pr ₂ NH	THF	70	24	Trazas de 3
5	MCs PCP	10	<i>i</i> Pr ₂ NH	S.D*	100	24	Trazas de 3
6	MCs PCP	10	<i>i</i> Pr ₂ NH	1,2-DCE	100	36	Formación de 4
7	-	-	<i>i</i> Pr ₂ NH	1,2-DCE	100	24	No reacción

*S.D: Sin disolvente

Del análisis de la Tabla 1, se observa que la obtención del producto **3** se logra únicamente en trazas con el empleo de 10 mg de MCs como catalizador a 70°C, con o sin el empleo de THF como disolvente y en un tiempo de reacción de 24 h. Sin embargo, cuando se utilizó 1,2-DCE, se observó la formación del producto **4** al presentar por CCF un RF diferente al de la materia prima, después de 36 h y a una temperatura de 100°C. Dicha reacción se filtró para separar el catalizador y posteriormente purificarla mediante columna cromatográfica. Los productos fueron caracterizados mediante RMN de ¹H y ¹³C. El análisis de los espectros de RMN permitió confirmar que el producto obtenido de esta reacción corresponde al derivado homoacoplado en un rendimiento del 47 %, esto a través de la observación de las dos señales en 73.90 y 81.52 ppm en el espectro de RMN de ¹³C que corresponden a los carbonos de alquino, la estructura se muestra en el Esquema 2. La obtención de **4** también se confirmó mediante el análisis de espectrometría de masas, observando los siguientes iones moleculares:

EMIE (70eV) m/z: [M]⁺ 201.07 (95), 200.07 (100), 202.51 (35), 101.33 (35), 126.03 (20), 77.02 (30).



Esquema 2. Acoplamiento C-C empleando MCs como catalizador.

Continuando con el análisis de este acoplamiento, se decidió emplear como catalizador los MCs soportados en polvos de CTS (CTS-MCs), los ensayos se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 2. Resultados obtenidos del acoplamiento con CTS-MCs a diferentes condiciones de reacción.

Ensayo	Catalizador	Cantidad (mg)	Base	Disolvente	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Producto
1	CTS-MCs	20	<i>i</i> Pr ₂ NH	S.D.*	150	24	Trazas de 3
2	CTS-MCs	20	<i>i</i> Pr ₂ NH	THF	150	16	Observación de 3 , 4 y otros subproductos

*S.D: Sin disolvente

Del análisis de la Tabla 2, es posible observar que cuando se emplean 20 mg del catalizador CTS-MCs y THF como disolvente a 150°C por un tiempo de 48 h, se observa en la placa cromatográfica del crudo de reacción la formación de **3** y adicionalmente la presencia de otros subproductos, sin la presencia de materia prima. En el siguiente ensayo, se mantuvieron las mismas condiciones de reacción variando únicamente el tiempo, disminuyéndose a 16 h. Una vez concluido, el crudo de reacción se filtró en algodón para la recuperación del catalizador. Mediante CCF se observó la formación de dos productos, por lo que el crudo fue llevado para su análisis mediante RMN; observando la presencia de los productos **3** y **4**. El espectro de ¹³C, muestra las señales características de los carbonos de alquino de los productos mencionados, así mismo, a partir de este espectro se observa una proporción de 2 a 1 de los productos **4** y **3** respectivamente.

Es importante mencionar que, en los ensayos realizados con el material CTS-MCs, el catalizador fue recuperado del medio de reacción mediante filtración en algodón posterior a la catálisis. Una vez separado, el catalizador fue lavado con DCM y secado. En seguida, una muestra de estos materiales fue llevada para su análisis mediante FESEM, las imágenes obtenidas se muestran en la Figura 3a, en donde no se observan cambios significativos de la superficie del material una vez empleado en la reacción, es decir, los MCs permanecen en la superficie del soporte de CTS, lo que corrobora la efectividad de este polímero como soporte catalítico de los MCs. El mapeo elemental de cobre en el catalizador recuperado (Fig. 3(b)) confirma que el metal se mantiene retenido en el polímero al finalizar el tiempo de reacción.

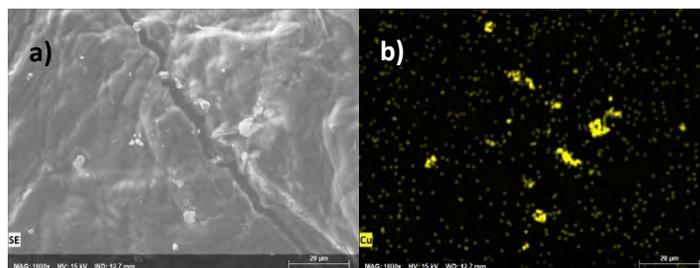


Fig. 3. (a) Microfotografía de CTS-MCs recuperado. (b) Mapeo elemental de cobre del catalizador recuperado.

CONCLUSIONES

Resulta eficaz la reducción de CuSO₄ a Cu₂O en forma de microcristales, empleando como agente reductor ácido ascórbico, el cual es un agente reductor de fácil manejo y amigable con el medio ambiente. La metodología de obtención se lleva a cabo mediante condiciones suaves de reacción obteniéndose una estructura cristalina definida denominada pseudohexagonal columnar piramidal lo cual se corroboró mediante FESEM.

La inmovilización de MCs en polvos de CTS también se llevó a cabo de manera eficaz mediante una metodología sencilla corroborándose la correcta inmovilización mediante el análisis FESEM.

El material CTS-MCs resulta un catalizador eficaz en reacciones de formación de enlaces C-C, obteniéndose el producto de reacción mediante el empleo únicamente de Cu como catalizador, comparado con reportes donde es necesaria la incorporación de otros metales o ligandos para hacer eficiente la metodología. [3]

El material empleado como catalizador CTS-MCs presenta una amplia posibilidad de ser empleado en varios ciclos de reacción al no evidenciarse modificaciones en él posterior a su recuperación del medio de reacción.

REFERENCIAS

1. Sheldon, R. A.; Arends, I.; Hanefeld, U. *Green chemistry and catalysis*. John Wiley & Son. **2007**.
2. Brunelle, J. *Pure Appl. Chem.* **1978**, *50*, 1211-1229.
3. Brunelle, J. P. *Pure Appl. Chem.* **1978**, *50*, 1211-1229.
4. Salomon, R. G., Kochi, J. K. *J. Am. Chem. Soc.* **1974**, *96*, 1137-1144.
5. Kumar, M. N. R. *React. Funct. Polym.* **2000**, *46*, 1-27.
6. Xu, J.; Xue, D. *Acta Mater.* **2007**, *7*, 2397-2406.
7. Sahoo, S.; Mishra, P.; Mohapatra, B. K. *Arab. J. Geosci.* **2016**, *10*.

CISQM-PE-CP06

Propiedades optoelectrónicas y mecánicas de titanitas sintéticas (CaTiSiO₅)

Mirza Mariela Ruiz Ramirez¹, Balter Trujillo Navarrete^{1*}, Rosa María Félix Navarro¹, Francisco Paraguay-Delgado², Jassiel O. Rodríguez Barrera³

¹Posgrado en Ciencias de la Ingeniería, I.T. Tijuana /Tecnológico Nacional de México, Blvd. Alberto Limón Padilla s/n, Mesa de Otay, 22430 Tijuana, B. C.

²Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, 31136 Chihuahua, Chih.

³Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE), Carr. Tijuana-Ensenada 3918, Zona Playitas, 22860 Ensenada, B.C

mirza.ruiz17@tectijuana.edu.mx; balter.trujillo@tectijuana.edu.mx*

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación, se realizó la síntesis de titanita por la ruta cerámica tradicional, se diseñó computacionalmente y se estudiaron sus propiedades utilizando la teoría funcional de la densidad (DFT, por sus siglas en inglés). El material se caracterizó por diferentes técnicas fisicoquímicas. La morfología del material fue estudiada por microscopía electrónica de barrido (MEB). La composición química elemental se determinó por espectroscopia de energía dispersiva (EED). La naturaleza cristalina se estudió por difracción de rayos-X (DRX). La estructura e identificación de la fase cristalina se complementó por espectroscopia Raman. Las propiedades ópticas fueron determinadas por espectroscopia de reflectancia difusa (ERD). A su vez, las propiedades optoelectrónicas y mecánicas se estudiaron por cálculos de DFT. Las caracterizaciones fisicoquímicas confirmaron la obtención de titanita monoclínica C2/c, con forma de aglomerados amorfos. Las propiedades optoelectrónicas mostraron que los valores de E_g fueron similares (2.889 y 3.107 eV experimental y 2.927 eV teórico). Por su parte, las propiedades mecánicas se reflejaron que el material es anisotrópico. Este estudio proporciona propiedades de la titanita obtenidas experimental y teóricamente, donde se observa su potencial uso para aplicaciones ambientales.

INTRODUCCIÓN

Recientemente, un material que ha atraído el interés de la comunidad científica es la titanita (CaTiSiO₅). [1] Sufre una transición de fase monoclínico P21/c de baja temperatura a una fase monoclínica A2/a (también llamado C2/c) de alta temperatura a aproximadamente 500 K. [2] Asimismo, se le conoce por mostrar una excelente estabilidad química, térmica, mecánica, y es un candidato excelente como material anfitrión. [3]

Las titanitas presentan aplicaciones variadas en la literatura como eliminación de desechos nucleares, materiales luminiscentes y pigmentos. [4] Malcherek *et al.* (2004) reportaron el isomorfismo de transición de fase estructural de la titanita de calcio con sus variante con litio: LiTiO(SiO₄), LiTaO(SiO₄) y LiTaO(GeO₄), los cuales tienen un alto potencial como electrodos en pilas de combustible de óxido sólido. Por otra parte, Fareed *et al.* (2018) reportaron el uso de nanopartículas de titanita de cadmio modificadas con zinc (Zn_xCd_{1-x}TiO₃ (x = 0.25, 0.5, 0.75) para la detección de metanol a temperatura ambiente. [6]

Los cálculos de DFT son una herramienta eficiente, han sido muy utilizados para diseñar y describir las propiedades de los nanomateriales, verificar los resultados experimentales o dar una explicación más detallada. [7–9] Como en el caso de Shapovalov *et al.* (2021) ellos usaron simulaciones DFT y demostraron que parte de la capacidad reversible está relacionada con la reacción redox en los iones de oxígeno de Na_{0.9}Fe_{0.45}Ti_{1.55}O₄. [10] Por su parte Santos *et al.* (2020) predijeron el impacto estereoquímico del tiolato en la proporción de epímeros obtenida a través de los cálculos de DFT, corroborando que los estudios DFT podrían ayudar a planificar el procedimiento sintético. [9]

Sin embargo, falta un estudio exhaustivo de las propiedades físicas, químicas, ópticas, mecánicas de titanitas, por lo que el uso de una herramienta como DFT nos permitiría profundizar en ellas. Por lo tanto, el presente trabajo de investigación se ubica en el área de ingeniería de materiales, donde se sintetizó titanita, estableciendo su metodología, se realizó el diseño vía el modelado y simulación basado en DFT y se estudiaron sus propiedades optoelectrónicas y mecánicas.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Todos los reactivos se usaron tal cual como se recibieron sin purificación adicional y se compraron a Sigma-Aldrich®: óxido de silicio (SiO₂, LUDOX®TM-50), óxido de titanio (IV) fase anatasa (TiO₂, 99.9 %), alcohol isopropílico (Isopropanol, 70%). Mientras que el carbonato de calcio (CaCO₃, ACS) se obtuvo por Productos químicos Monterrey. El agua utilizada en todas las soluciones fue de calidad MilliQ® (18 MΩcm⁻¹, Millipore®), la cual fue obtenida operando un desionizador (Thermo Scientific®).

La síntesis de CaTiSiO₅ se realizó por la ruta cerámica. Brevemente, se mezcló SiO₂, CaCO₃, TiO₂, isopropanol a temperatura controlada (25 °C) con agitación magnética constante manteniéndose por 15 minutos. La mezcla se secó por 24 h a 80 °C en un horno de convección. El material se molió y transfirió a un crisol para introducirlo en un horno de mufla por 3 h a 1300 °C. El polvo obtenido fue caracterizado por diferentes técnicas fisicoquímicas.

La morfología de los materiales fue estudiada usando un microscopio electrónico de barrido (Tescan®, Vega), en MEB modo alta resolución, operado a 15 kV. La composición química elemental fue determinada por espectroscopia de energía dispersiva empleando un detector estado sólido de silicio Quantax (Bruker®, Nano GmbH) acoplado al MEB (Tescan®, Vega). Las fases cristalinas de los polvos sintetizados se analizaron utilizando un difractómetro (Bruker®, D8 Advance) en configuración óptica tradicional de Bragg-Brentano. Los datos de intensidad se recopilaron de 10 a 90 de 2θ(°), con 0.01 de tamaño de paso. La estructura e identificación de la fase cristalina de los materiales sintetizados fueron analizados por espectroscopia Raman (Thermo Scientific®, SMART DXR) con una longitud de onda (λ) de excitación de láser de diodo (λ= 780 nm). Los espectros fueron colectados desde 50 a 1200 cm⁻¹ y normalizados utilizando el pico mayor. Las propiedades ópticas del material fueron determinadas por ERD usando un Espectrofotómetro de UV-VIS (Cary®, Varian 100), el cual cuenta con una esfera de integración. Los espectros de reflectancia fueron adquiridos de un rango de 800 nm a 200 nm. El equipo fue calibrado usando un Spectralon® (SR-60). La banda prohibida fue determinada usando la teoría de Kubelka Munk. Para el diseño computacional de titanita se buscaron las condiciones óptimas mediante el software Materials Studio de la compañía BIOVIA®. Usando parámetros de red: a = 5.445, b = 5.445, c = 7.4, α = β = 107.348, γ = 106.049, el funcional de aproximación de gradiente generalizada (GGA) en la forma de Perdew-Burke-Ernzerhof revisado (rPBE) conocido como funcional GGA-rPBE. Con una energía de corte de 571.4 eV (calidad fina). Las propiedades optoelectrónicas y mecánicas fueron analizadas usando el módulo CASTEP.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Fig. 1 muestra las micrografías de las formas de los materiales sintetizados vía MEB. Como se puede ver a diferentes escalas 3.23 kx (Fig. 1(a)) y 30.8 kx (Fig. 1(b)) el material consiste en aglomerados de forma irregular y fuertemente sinterizados, con un diámetro promedio de 3 ± 0.6 μm. Asimismo, los materiales mostraron solo la presencia de Ca, Ti, Si y O, indicando libres de impurezas conforme el análisis elemental por EED.

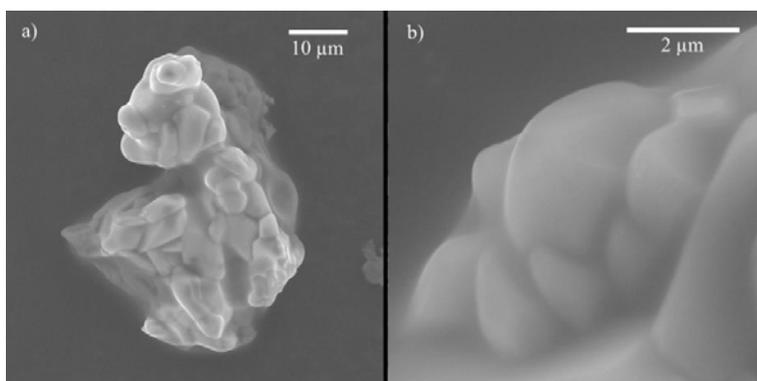


Fig. 1. Micrográficas MEB de titanita, **(a)** 3.23 kx, **(b)** 30.8 kx.

En la Fig. 2(a), se muestra el difractograma de los polvos sintetizados, donde se observa que la intensidad de los picos en $2\theta(^{\circ})$ fueron: 17.97° , 27.55° , 29.83° , 34.33° , 39.43° , 52.67° , 53.74° , 55.9° , 59.32° , 62.09° y 65.72° , los cuales indexan con los planos (1 1 0), (-1 1 2), (2 0 0), (1 3 0), (1 3 1), (-3 1 1), (2 2 2), (3 3 0), (-1 5 2), (-1 3 4) y (1 5 2) correspondientes al material de referencia de titanita con constantes de celda: $a = b = 5.441 \text{ \AA}$, $c = 7.044 \text{ \AA}$, y grupo espacial C2/c (Tarjeta ICSD 159342). Mientras que los picos a 47.6° y 55.1° con plano cristalino (2 0 0) y (2 1 1) respectivamente corresponden al residuo de TiO_2 anatasa (No. de tarjeta JCPDS 00-21-1272), esto resultado de una reacción incompleta de la formación de titanita.

En la Fig. 2(b), se muestra el espectro Raman. El análisis de la teoría de grupos predice 48 modos Raman activos para la fase P21/c y 21 para la fase C2/c.[11] Las señales Raman cerca de 143 y 196 cm^{-1} pertenecen a los modos vibracionales E_g de anatasa, la cual se encuentra en trazas.[12] La intensidad del pico cercano a 601 cm^{-1} es generada por el estiramiento del enlace Ti-O, mientras que la intensidad de pico cercano a 417 cm^{-1} ha sido relacionado con el modo de flexión del enlace O-Si-O.[11] El espectro cuenta 23 modos, esto permite demostrar que el material sintetizado es fase C2/c, y corroboró el resultado obtenido por DRX.

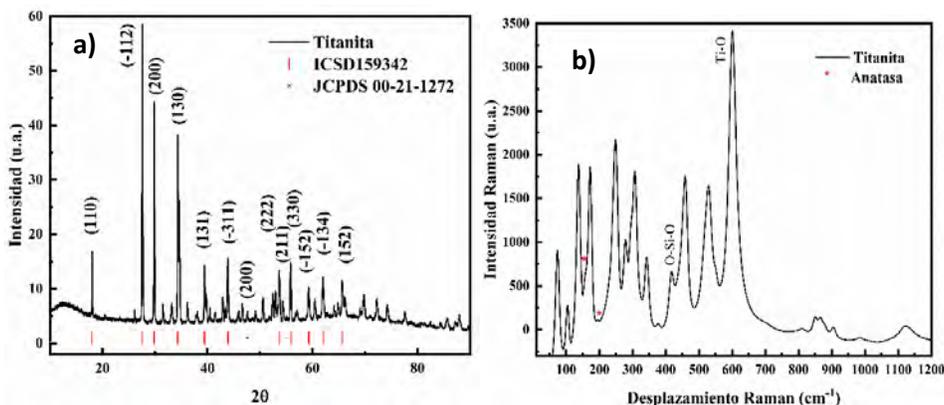


Fig. 2. Espectros de los polvos sintetizados de titanita: **(a)** Difractograma y **(b)** Espectro Raman.

Además, las propiedades optoelectrónicas de la titanita fueron determinadas de forma experimental y teórica. En la Fig. 3(a) se muestra el espectro en $F(R)h\nu^{1/2}$, los valores obtenidos de E_g son 2.889 y 3.107 eV ; mientras que Vaselina *et al.* (2019) han reportado para una sola banda con un valor de E_g de 2.52 eV , sin embargo, su material tenía impurezas de CaTiO_3 y SiO_2 . [13] A su vez, en la Fig. 3(b) se muestra la estructura de bandas donde se obtuvo que la E_g es de $2.927 \pm 0.2 \text{ eV}$. Los resultados obtenidos son muy cercanos entre sí, esta diferencia se le puede adjudicar a que el método computacional tiene un error de estimación.

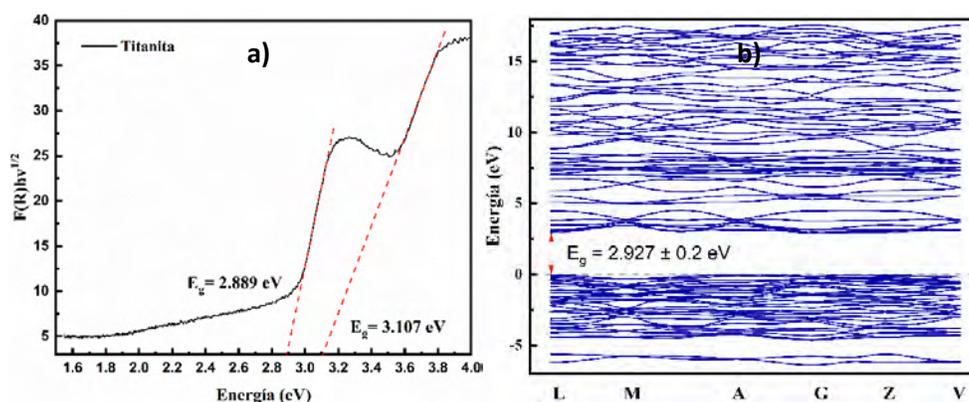


Fig. 3. Espectros de los polvos sintetizados de titanita: **(a)** Espectro $F(R)hv^{1/2}$ y **(b)** Estructura de bandas de titanita monoclinica C2/c.

En la matriz 6x6, se muestra el tensor de constantes elásticas de segundo orden (C_{ij}) de monocristales para titanita C2/c a 0.05 GPa (calidad fina) (Tabla 1). Se indican los trece componentes independientes, lo cual es consistente con la simetría monoclinica del cristal. [14] El índice anisotrópico universal (A^U) que sirve para de caracterizar la anisotropía elástica de un sistema cristalino. Si el valor del A^U es igual a cero, el material es isotrópico. La desviación de cero es una medida de la anisotropía. [15] De acuerdo con el resultado que arrojó CASTEP a través del cálculo de constantes elásticas, la titanita C2/c monoclinica tiene un A^U de 0.61141, lo cual sugiere que el material es anisotrópico.

Tabla 1. Matriz de constantes de rigidez elástica C_{ij} .

$$\begin{pmatrix} 151.4 & 66.9 & 53.8 & 0 & 26.8 & 0 \\ 66.9 & 275.9 & 80.5 & 0 & -3.2 & 0 \\ 53.8 & 80.6 & 207.6 & 0 & -13.6 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 71.8 & 0 & -12.7 \\ 26.8 & -3.2 & -13.6 & 0 & 93.3 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -12.7 & 0 & 58.1 \end{pmatrix}$$

CONCLUSIONES

Se sintetizó exitosamente titanita por la ruta cerámica, y se estudiaron sus propiedades optoelectrónicas y mecánicas. Se obtuvo una titanita monoclinica C2/c, formada de aglomerados amorfos corroborado por DRX, Raman y MEB. Los valores de E_g experimental y teórica fueron similares, Además, se observó que las propiedades del material podrían variar dependiendo de la dirección. Esto demuestra el adecuado uso de diseño computacional para el estudio de propiedades. Los resultados reportados muestran la potencial aplicación de la titanita en el área ambiental, donde el material se puede usar como un soporte o catalizador.

REFERENCIAS

1. Chen, S. K.; Liu, H. S. *J. Mater. Sci.* **1994**, 29, 2921–2930. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF01117602>.
2. Peng, X.; Liu, Z.; Gu, Y.; Zhang, F.; Li, Y. *J. Phys. Chem. Solids* **2019**, 132, 83.88. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2019.04.021>.
3. Yin, D.; Zhang, K.; Fang, J.; Peng, L.; He, Z. *Prog. Nucl. Energy* **2018**, 105, 167.174. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pnucene.2018.01.009>.
4. Maleta.ki., J.; Matovi., B.; Stankovi., N.; Prekajski Djordjevi., M.; Lukovi., J.; Yoshida, K.; Yano, T. *Energy Procedia* **2017**, 131, 407.412. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.09.457>.

5. Malcherek, T.; Bosenick, A.; Cemi., L.; Fechtelkord, M.; Guttzeit, A. *J. Solid State Chem.* **2004**, *177*, 3254.3262. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2004.05.043>.
6. Fareed, S.; Jamil, A.; Rafiq, M. A.; Sher, F. *Ceram. Int.* **2018**, *44*, 4751.4757. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.12.059>.
7. Serir, N.; Ckiker, F.; Khachai, H.; Bouhemadou, A.; Khan, S. A.; Ouahrani, T.; Azam, S.; Naqib, S. H.; Singh, A. K.; Khenata, R. *Comput. Condens. Matter* **2020**, *25*. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cocom.2020.e00506>.
8. Niu, J.; Guo, F.; Ran, J.; Qi, W.; Yang, Z. *Int. J. Hydrogen Energy* **2020**, *45*, 30267.30287. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.08.067>.
9. Santos, P. P.; Veiros, L. F. *Tetrahedron* **2020**, *76*. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tet.2020.131373>.
10. Shapovalov, V.; Guda, A.; Butova, V.; Shukaev, I.; Soldatov, A. *Nanomaterials* **2021**, *11*, 1.13. DOI: <https://doi.org/10.3390/nano11010156>.
11. Beirau, T.; Mihailova, B.; Malcherek, T.; Paulmann, C.; Bismayer, U.; Groat, L. A. *Can. Mineral.* **2014**, *52*, 91.100. DOI: <https://doi.org/10.3749/CANMIN.52.1.91>.
12. El-Deen, S. S.; Hashem, A. M.; Abdel Ghany, A. E.; Indris, S.; Ehrenberg, H.; Mauger, A.; Julien, C. M. *Ionics (Kiel)*. **2018**, *24*, 2925.2934. <https://doi.org/10.1007/S11581-017-2425-Y>.
13. Vaselnia, S. Y.; Khajeh Aminian, M.; Motahari, H. *J. Phys. Chem. Solids* **2020**, *138*. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jpics.2019.109244>.
14. Angel, R. J.; Jackson, J. M.; Reichmann, H. J.; Speziale, S. *Eur. J. Mineral.* **2009**, *21*, 525.550. DOI: <https://doi.org/10.1127/0935-1221/2009/0021-1925>.
15. Ozer, T. *Chinese J. Phys.* **2019**, *61*, 180.189. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.CJPH.2019.08.011>.

CISQM-PE-CP08

Mejoramiento de la actividad fotocatalítica de CeO₂ mediante el uso de urea como combustible

Octavio Aguilar-Martínez¹, Víctor Santes¹, C.E. Santolalla-Vargas¹, Francisco Tzompantzi-Morales², Issis C. Romero-Ibarra³, Yanet Piña-Pérez⁴

¹Centro Interdisciplinario de Investigaciones y Estudios sobre el Medio Ambiente y Desarrollo (CIEMAD), Instituto Politécnico Nacional, CDMX, C.P. 07340, México.

²Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Av. San Rafael Atlixco 189, Col. Vicentina, CDMX, C.P. 09340, México.

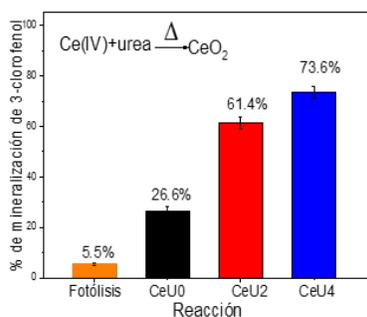
³Unidad Profesional Interdisciplinaria en Ingeniería y Tecnologías Avanzadas, Instituto Politécnico Nacional, Av. IPN No. 2580, Gustavo A. Madero, CDMX, C.P. 07340, México.

⁴Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada (CICATA), Unidad Legaria, IPN, 11500, CDMX, México.

aguilar6octavio@gmail.com

RESUMEN

Este trabajo presenta el mejoramiento fotocatalítico de CeO₂ obtenido de la calcinación del precursor de Ce(IV) y urea. Se sintetizaron tres CeO₂ con diferentes relaciones molares de urea:Ce(IV)=0:1, 2:1 y 4:1. Los materiales fueron caracterizados por DRX, espectroscopía infrarroja, espectroscopía UV-Vis de reflectancia difusa, microscopía electrónica de barrido y fisiorción de N₂. Los materiales CeO₂ fueron evaluados en la degradación fotocatalítica de 3-clorofenol empleando luz UV. El material CeO₂ al que no se agregó urea durante el proceso de síntesis presentó un 26.6% de eliminación de 3-clorofenol, mientras que el material que se sintetizó con relación molar urea:Ce(IV)=4:1 presentó un 73.6%. El mejoramiento de la actividad fotocatalítica se debe en gran medida por la formación de defectos estructurales causados por la descomposición de urea durante el proceso de síntesis del CeO₂.



INTRODUCCIÓN

Año con año se hace más difícil tener acceso al agua de calidad debido al incremento de la demanda, al cambio climático y a la contaminación. El uso de productos químicos comúnmente empleados en la agricultura, en la industria y en el hogar fomenta la contaminación de los cuerpos de agua. Entre estos productos químicos se encuentran los compuestos fenólicos, que son sustancias comúnmente empleados en la industria para la elaboración de insecticidas, herbicidas, desinfectantes, solventes, etc. La alta estabilidad de los compuestos fenólicos hace que sean difícil de eliminar mediante métodos convencionales. Los procesos fotocatalíticos han mostrado tener una alta eficiencia en la degradación de los contaminantes fenólicos. Cuando se ilumina luz (UV o visible) a un fotocatalizador, cargas fotogeneradas son formados, conocidos como par electrón-hueco (e⁻-h⁺). Los

electrones y huecos fotogenerados migran a la superficie del fotocatalizador, promoviendo así reacciones de reducción y oxidación. Generalmente, en medio acuoso radicales hidroxilos y superóxidos son formados. Estas especies son altamente reactivas, que atacan a compuestos orgánicos, degradándolos hasta la formación de CO_2 y H_2O . El CeO_2 ha mostrado ser un material con aplicaciones fotocatalíticas, es por ello, que este trabajo presenta el uso de CeO_2 modificado para la degradación de 3-clorofenol empleando luz UV.

EXPERIMENTACIÓN

Síntesis

El CeO_2 modificado fue sintetizado a partir de la calcinación del precursor Ce(IV) empleando urea como combustible. Para obtener un gramo de CeO_2 , en un crisol de porcelana se agregó las cantidades necesarias del precursor de Ce(IV) junto con urea. El precursor de Ce(IV) y urea se mezclaron mecánicamente por 15 minutos y posteriormente se calcinó a $500\text{ }^\circ\text{C}$. Se sintetizaron tres materiales con diferente relación molar urea:Ce(IV)=0:1, 2:1 y 4:1, las cuales fueron nombrados como CeU0, CeU2 y CeU4, respectivamente.

Técnicas de caracterización

Los materiales sintetizados fueron caracterizados por difracción de rayos X, espectroscopía infrarroja, espectroscopía UV-Vis de reflectancia difusa, microscopía electrónica de barrido y fisiorción de N_2 .

Evaluación fotocatalítica

Los CeO_2 fueron evaluados en la degradación de 3-clorofenol. En una reacción típica se empleó 200 mg de fotocatalizador, 200 mL de una solución de 3-clorofenol (40 ppm). Durante todo el proceso fotocatalítico, la mezcla solución-catalizador se mantuvo en agitación y burbujeo de aire. Durante los primeros 30 minutos el sistema se mantuvo en oscuridad y posteriormente se iluminó con luz UV (254 nm). La reacción se llevó durante 5 horas y en cada hora se extrajo 3 mL del contaminante mediante un filtro de nylon de $0.45\text{ }\mu\text{m}$ de diámetro de poro. El seguimiento de la concentración de 3-clorofenol se llevó a cabo mediante espectroscopía UV-Visible de líquidos a una longitud de onda de 274 nm. El porcentaje de eliminación del contaminante orgánico se determinó por carbono orgánico total (COT). Adicionalmente, se hizo una reacción de fotólisis la cual consistió en seguir el procedimiento descrito anteriormente, pero sin la adición de un fotocatalizador.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Caracterización de los materiales

La Fig. 1(A) muestra los estudios de DRX de los materiales sintetizados. Todos los fotocatalizadores presentaron picos de difracción que concuerdan con la carta cristalográfica COD 9009008 correspondiente a CeO_2 con estructura cristalina cúbica tipo fluorita. No se observaron picos de difracción correspondientes a otras fases. El valor del ancho a la altura media (FWHM) del pico de difracción del plano (111) incrementa ligeramente cuando se emplea urea durante el proceso de síntesis (ver Tabla 1). El incremento de FWHM indica claramente una disminución del tamaño de cristal, pasando de $11.0\text{ }\text{Å}$ para el material CeU0 a $9.6\pm 0.1\text{ }\text{Å}$ para los materiales CeU2 y CeU4.

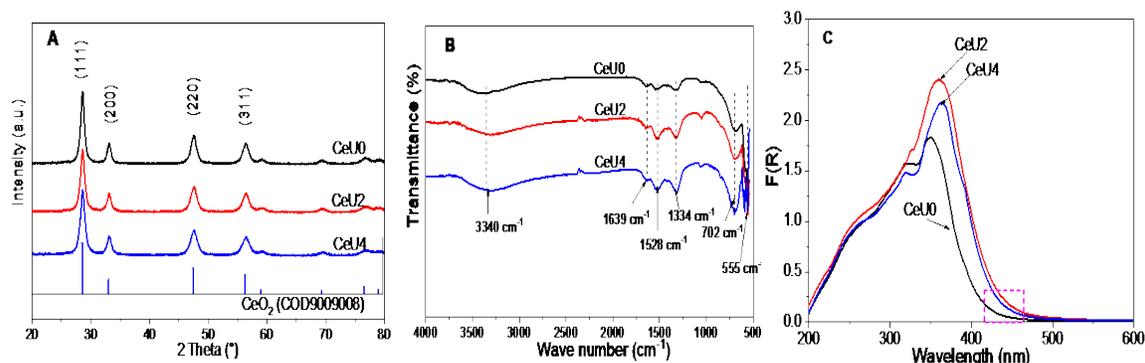


Fig. 1. (A) Difractogramas de rayos X, (B) espectros FT-IR y (C) Función Kubelka-Munk de los CeO₂ sintetizados.

Tabla 1. Ancho a la altura media del pico de difracción más intenso (FWHM), tamaño de cristal promedio (L_{111}), área superficial específica (S) y energía de banda prohibida (E_g) de los materiales sintetizados.

Material	FWHM (radianes)	L_{111} (nm)*	S^ψ (m ² g ⁻¹)	E_g (ev)
CeU0	0.0130	11.0	126.2	2.80
CeU2	0.0149	9.6	80.0	2.65
CeU4	0.0147	9.7	104.4	2.65

*Obtenido de la ecuación Debye-Scherrer en el plano (111).

ψ Calculado por el método BET [5].

En la Fig. 2(B) se muestran los espectros FT-IR de los materiales sintetizados. Todos los materiales presentaron bandas centradas en 3340 cm⁻¹ y 1639 cm⁻¹, correspondiente a los modos vibracionales de tensión y flexión, respectivamente, del grupo OH de moléculas de agua fisisorbida [1, 2]. El ancho de la banda a 3340 cm⁻¹ se debe a grupos hidroxilos quimisorbidos en la superficie de la forma Ce-OH. De igual manera, todos los materiales presentaron bandas bien definidas en 702 cm⁻¹ y 555 cm⁻¹ que corresponden a los modos vibracionales de estiramiento Metal-Oxígeno del CeO₂. En la región entre 1600-1240 cm⁻¹ se observan bandas vibracionales para todos los materiales que corresponden a especies adsorbidas en la superficie del fotocatalizador provenientes de la descomposición de los precursores [3].

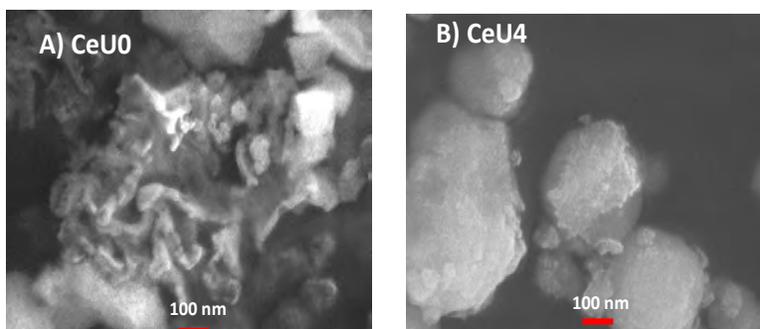


Fig. 2. Imágenes SEM del material (A) CeU0 y (B) CeU4.

Los espectros de UV-Vis de reflectancia difusa fueron realizados para determinar la energía de banda prohibida (E_g) de los materiales sintetizados. La Fig. 1(C) muestra la gráfica de la función Kubelka-Munk. Se puede observar que todos los materiales presentan absorción entre 200 a 450 nm. El material CeU0 tiene un borde de absorción alrededor de los 420 nm, mientras que el resto de los materiales (CeU2 y CeU4) presentan un borde de absorción

alrededor de los 450 nm. El desplazamiento hacia longitud de onda mayores es debido a defectos estructurales, como son vacancias de oxígeno [4]. Las vacancias de oxígeno son formadas debido a la existencia de Ce^{3+} en los materiales.

El valor de la energía de banda prohibida (E_g) de los materiales se muestran en la Tabla 1. El material CeU0 presentó una E_g de 2.80 eV, mientras que el resto de los demás materiales presentaron un valor de 2.65 eV. La disminución de la E_g es causada por las vacancias de oxígeno, las cuales introducen nuevos niveles energéticos justo debajo de la banda de conducción [4].

La Fig. 2 muestra las imágenes de microscopía electrónica de barrido de los materiales seleccionados. Como se puede observar, la morfología del material cambia cuando se adiciona urea durante el proceso de síntesis. El material CeU0 (Fig. 2(A)) está formado por aglomerados de partículas, que en conjunto forman estructuras en forma hojuelas. Por otro lado, cuando urea es empleado como combustible (Fig. 2(B)) la morfología cambia completamente, obteniendo cúmulos de partículas en forma de esferas con tamaños no uniformes. El cambio de morfología y otras propiedades (físicas y químicas) se deben principalmente a la descomposición de urea [3].

Los estudios de fisisorción de N_2 fueron realizados para conocer el área superficial específica de los materiales sintetizados, ver Tabla 1. El material que se sintetizó sin urea (CeU0) presentó un área específica de $126.2 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$, mientras que los materiales sintetizados con urea presentaron un área entre $80.0\text{-}104.4 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. La disminución del área es causada por la restructuración morfológica del material debido a la combustión de urea, como se observa en la Fig. 2.

Evaluación fotocatalítica

La evaluación fotocatalítica de los CeO_2 sintetizados se realizó mediante la eliminación de 3-clorofenol. La Fig. 3(A) muestra la concentración relativa del contaminante. Como se puede observar, la concentración de 3-clorofenol disminuye con el tiempo de reacción. Los materiales CeU2 y CeU4 fueron los que presentaron la mayor actividad. La Fig. 3(B) presenta el porcentaje de eliminación del contaminante determinado por COT a la quinta hora de reacción. Se puede observar claramente una tendencia del comportamiento fotocatalítico. La reacción de fotólisis presentó un 5.5 % de eliminación de 3-clorofenol. Por otro lado, el material CeU0 presentó un porcentaje de eliminación de 26.6 %, y el material CeU4 un 73.6 %.

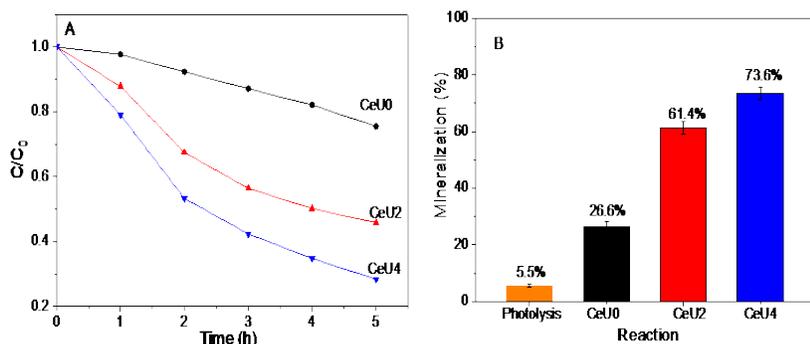


Fig. 3. (A) Concentración relativa de 3-clorofenol durante el proceso fotocatalítico y **(B)** porcentaje de eliminación de 3-clorofenol determinado por COT a la quinta hora de reacción.

El mejoramiento de la actividad fotocatalítica se debe en gran medida por la formación de defectos estructurales, claramente observados por espectroscopía UV-Vis de reflectancia difusa. Estos efectos estructurales podrían favorecer la separación de las cargas fotogeneradas (par e^-h^+) las cuales son responsables de promover reacciones de oxidación-reducción en la superficie del catalizador.

CONCLUSIONES

El mejoramiento de la actividad fotocatalítica del CeO₂ puede ser logrado mediante el uso de urea como combustible. El CeO₂ sintetizado sin urea logró eliminar un 26.6% de 3-clorofenol, mientras que el mejor CeO₂ sintetizado con urea logró eliminar un 73.6% del contaminante. El mejoramiento de la actividad fotocatalítica se debe en gran medida por la formación de defectos estructurales, como son vacancias de oxígeno.

BIBLIOGRAFÍA

1. Jayakumar, G.; Irudayaraj, A. A.; Raj, A. D. *Appl. Phys. A.* **2019**, *125*, 742. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00339-019-3044-4>
2. Mokkelbost, T.; Kaus, I.; Grande, T.; Einarsrud M.-A. *Chem. Mater.* **2004**, *16*, 5489-5494. DOI: <https://doi.org/10.1021/cm048583p>
3. Jayakumar, G.; Irudayaraj, A. A.; Raj, A. D. *Mater. Sci. Eng.* **2017**, *9*.
4. Sandra, M. S.; Octavio, A. M.; Yanet, P. P.; Raúl, P. H.; Carlos, S. V.; Ricardo, G.; Francisco, T. M. *ChemistrySelect.* **2021**, *6*, 3435-3443. DOI: <https://doi.org/10.1002/slct.202100459>
5. Thommes, M.; Kaneko, K.; Neimark, A. V.; Olivier, J. P.; Rodriguez, R. F.; Rouquerol, J.; Sing, K. S. W. *Pure Appl. Chem.* **2015**, *87*, 1051-1069. DOI: <https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117>

CISQM-PE-CP09

Inserción de Zn^{2+} en Al_2O_3 sintetizado por el método sol-gel con actividad fotocatalítica en la mineralización de compuestos fenólicos

Octavio Aguilar Martínez¹, Yanet Piña Pérez², Francisco Tzompantzi³

¹Departamento de Biociencias e Ingeniería, Centro Interdisciplinario de Investigaciones y Estudios Sobre Medio Ambiente y Desarrollo (CIEMAD), Instituto Politécnico Nacional, C.P 07340, CDMX, México.

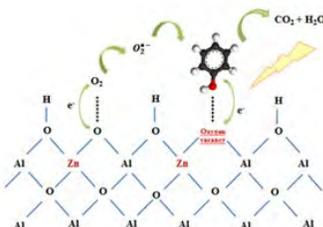
²Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada (CICATA), Unidad Legaria, IPN, 11500, CDMX, México.

³Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa. Av. Ferrocarril San Rafael Atlixco 186, Col. Leyes de Reforma 1ª Sección, 09310, Ciudad de México, México.

aguilar6octavio@gmail.com

RESUMEN

Recientemente, se ha demostrado que el Al_2O_3 es un material que tiene propiedades fotocatalíticas en la degradación de compuestos fenólicos, por lo que el objetivo de este trabajo es mejorar su actividad mediante la adición de impurezas dentro de la red cristalina. Se propuso el diseño y síntesis de Al_2O_3 modificado con diferentes contenidos de Zn^{2+} (al 0.5, 1.0 y 2.0 % en masa), los cuáles fueron etiquetados como AZn05, AZn1 y AZn2, respectivamente. La preparación de los materiales se llevó a cabo por el método de síntesis sol-gel y fueron aplicados en la degradación y mineralización de fenol en medio acuoso por fotocatalisis heterogénea.



INTRODUCCIÓN

Existe una amplia variedad de productos químicos que contribuyen a la contaminación del agua. Los compuestos fenólicos generalmente se encuentran en las aguas residuales de industrias como refinerías de petróleo, plásticos, tintes, textiles, productos farmacéuticos, detergentes, herbicidas y pesticidas. [1, 2] Los compuestos fenólicos y sus derivados son difícilmente biodegradables y presentan características tóxicas para los seres vivos. El valor máximo admisible de fenol en agua potable es de 5 $\mu\text{g/L}$. [3] El objetivo de este trabajo es mejorar la actividad fotocatalítica de Al_2O_3 adicionando pequeñas cantidades de Zn^{2+} (al 0.5, 1.0 y 2.0 % en masa) en Al_2O_3 con el objetivo de obtener materiales altamente eficientes en la mineralización de fenol. Los fotocatalizadores se sintetizaron por el método sol-gel y se caracterizaron por técnicas contundentes para obtener un estudio detallado de las propiedades estructurales, ópticas y superficiales.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Los materiales de Al_2O_3 con diferentes contenidos de Zn^{2+} (al 0.5, 1.0 y 2.0 % en masa) se sintetizaron por el método sol-gel siguiendo el procedimiento que se menciona a continuación. Inicialmente, se prepararon tres mezclas con diferentes contenidos de Zn^{2+} (mezcla 1), cada una está compuesta por 0.40 mol de etanol, 1.71 mol de agua y $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ en diferentes cantidades, 3.07×10^{-5} , 6.01×10^{-5} y 12.31×10^{-5} moles, respectivamente.

133

otro lado, se disolvieron 0.098 mol de tri-secbutoxido de aluminio en 2.73 moles de 1-butanol dentro de un matraz con capacidad de 1.0 L a una temperatura de 60 °C bajo agitación vigorosa, posteriormente, el pH se ajustó a 3.0 con ácido nítrico (mezcla 2). Para llevar a cabo la formación del gel, se adicionó lentamente y gota a gota la mezcla 1 sobre la mezcla 2 bajo agitación magnética. El gel obtenido se mantuvo a una temperatura de 90 °C por 24 h, transcurrido ese tiempo, se secó a 100 °C durante 24 h. El sólido obtenido fue molido en un mortero de ágata y calcinado a 400 °C por 3 h. Los polvos Al_2O_3 con diferentes contenidos de Zn^{2+} (al 0.5, 1.0 y 2.0 % en masa) fueron nombrados como AZn05, AZn1 y AZn2, respectivamente. Adicionalmente, se preparó un material de Al_2O_3 (sin impurezas) como referencia y fue etiquetado como AZn0.

La evaluación fotocatalítica se realizó en un reactor de vidrio cubierto con una chaqueta de enfriamiento con capacidad de 250 mL. Se usó una lámpara de mercurio de la marca Pen Ray que emite luz ultravioleta a una longitud de onda de 254 nm con intensidad de 4.4 mWcm^{-2} , la lámpara fue protegida por un tubo de cuarzo. Se utilizó una solución de fenol a una concentración de 80 ppm ($8.5 \times 10^{-4} \text{ molL}^{-1}$) la masa de fotocatalizador fue de 200 mg. A lo largo del proceso fotocatalítico se burbujeó oxígeno y se mantuvo bajo agitación. Antes de encender la lámpara, la mezcla solución-catalizador se mantuvo en agitación durante 1 h, para que el fotocatalizador alcanzara el equilibrio de adsorción-desorción del contaminante, transcurrido ese tiempo se encendió la lámpara. La duración de cada reacción fue de 6 h en las que se extrajo una alícuota de 3.0 mL cada hora para cuantificar la concentración de fenol por espectroscopía UV-Vis, además, se cuantificó la cantidad de carbono orgánico total (TOC por sus siglas en inglés).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La Fig. 1 muestra los patrones de difracción de los materiales AZn0, AZn05, AZn1 y AZn2 sintetizados por el método sol-gel los picos de difracción observados corresponden a la fase gibbsita de la alúmina. [4] Se muestran los picos anchos centrados en 28.5° , 36.7° y 65.5° en el eje 2θ , estos corresponden a los planos de reflexión (211), (312) y (233) de la fase gibbsita, con una red monoclinica, grupo espacial (P21/n) y parámetros de red $a = 8.624 \text{ \AA}$, $b = 5.060 \text{ \AA}$, y $c = 9.700 \text{ \AA}$, esta fase ya ha sido confirmada para la obtención de alúminas sintetizadas por el método sol-gel.

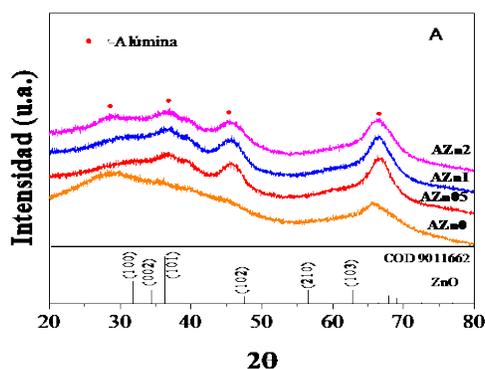


Fig. 1. Difracción de rayos X de los materiales AZn0, AZn05, AZn1 y AZn2.

Los espectros de reflectancia difusa de las muestras AZn0, AZn05, AZn1 y AZn2 se observan en la Fig. 2. Los materiales AZn05 y AZn1 tienen un borde de absorción entre 250 y 350 nm; estos se deben a los defectos generados principalmente por el proceso de síntesis y por la deshidroxilación durante el proceso de calcinación. Algunos investigadores proponen que la adición de Zn^{2+} dentro de la matriz de alúmina facilita la generación de defectos por vacancias de oxígeno promoviendo un proceso fotocatalítico más eficiente

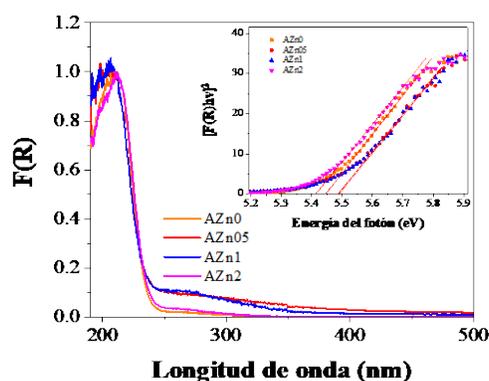


Fig. 2. Espectroscopía de reflectancia difusa de los materiales AZn0, AZn05, AZn1 y AZn2. En el recuadro se muestra el gráfico de Tauc.

En la Fig. 3(A) se muestra el porcentaje de degradación de fenol después de 6 h de reacción cuantificado por espectroscopia UV-Vis para todos los materiales sintetizados por el método sol-gel. Todos los materiales sintetizados mostraron tener mejor actividad que TiO₂ comercial (P25 Degussa). El material más fotoactivo es AZn1 con 79 % de degradación de fenol, este hecho demuestra que la adición de Zn²⁺ en la red cristalina de la alúmina mejora su actividad fotocatalítica. Para asegurar que el proceso de mineralización de fenol se llevó a cabo, se realizó la medición de carbono orgánico, como se observa en la Fig. 3(B), la disminución en la concentración relativa de fenol en función del tiempo de reacción se debe a su mineralización. En la Tabla 1 se resumen los valores de energía de banda prohibida (E_g), área superficial específica (S_{BET}), así como, el porcentaje de degradación y mineralización de fenol para los distintos materiales.

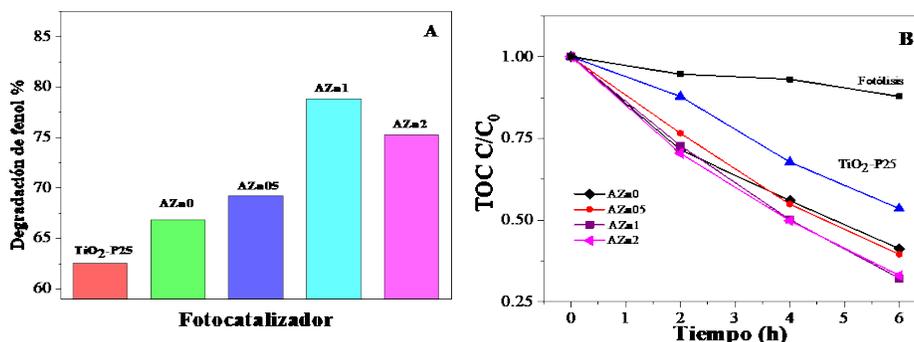


Fig. 3. (A) Porcentaje de degradación de fenol. **(B)** Concentración relativa de fenol en función del tiempo de reacción cuantificado por la técnica de carbono orgánico total.

Tabla 1. Energía de banda prohibida (E_g), área superficial específica (S_{BET}) y porcentaje de degradación y mineralización de los materiales AZn0, AZn05, AZn1 y AZn2.

Material	E_g (eV)	S_{BET} (m ² g ⁻¹)	% Degradación	% Mineralización
AZn0	5.44	475	67	59
AZn05	5.48	421	69	62
AZn1	5.48	401	79	68
AZn2	5.42	454	75	67

* UV-Vis

† Carbono orgánico total

CONCLUSIONES

Se logró mejorar la fotoactividad de Al_2O_3 con la adición de pequeñas cantidades de Zn^{2+} . El aumento en la actividad fotocatalítica se atribuye principalmente a la formación de vacantes de oxígeno debido a los efectos de compensación de carga. Las vacantes de oxígeno superficiales pueden promover la adsorción de O_2 y sirven como centros para capturar los electrones foto-inducidos durante la reacción fotocatalítica, de modo que, la recombinación de los portadores de carga foto-inducidos se puede inhibir de manera efectiva.

REFERENCIAS

1. Davì, M. L.; Gnudi, F. *Water Res.* **1999**, 33, 3213-3219. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(99\)00027-5](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(99)00027-5).
2. Jiménez B. E. *La contaminación ambiental en México*. Ed. Limusa, **2001**.
3. Hansch, C.; McKarns, S. C.; Smith, C. J.; Doolittle, D. J. *Chem.-Biol. Interact.* **2000**, 127, 61-72. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0009-2797\(00\)00171-X](https://doi.org/10.1016/S0009-2797(00)00171-X).
4. Tzompantzi, F.; Pina, Y.; Mantilla, A.; Aguilar, O.; G., F.; Bokhimi, X.; Barrera, A. *Catal. Today.* **2014**, 220, 49-55. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2013.10.027>.

CISQM-PE-PO03

Efecto de la temperatura de calcinación en nanovarillas de MnO₂ para la Reacción de Reducción Oxígeno (ORR)

I. Cruz-Reyes¹, R.M. Félix Navarro¹, F. Paraguay², B. Trujillo-Navarrete^{1*}

¹ Tecnológico Nacional de México/ IT Tijuana. Blvd. Alberto Limón Padilla s/n Col. Otay Tecnológico, Tijuana, B.C. México.

² Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Miguel de Cervantes 120, Chihuahua, Chih 31136, México.
balter.trujillo@tectijuana.edu.mx

RESUMEN

En el presente estudio, nanobarras de óxido de manganeso (MnO₂) sintetizadas por el método hidrotermal, evaluando el efecto de calcinación a diferentes temperaturas (p. ej., 300, 400, 450, 500 y 600 °C). Todos los catalizadores se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos-X y su actividad catalítica se evaluó en un electrodo de disco rotatorio. Los resultados relevantes indican que el calcinar la nanoestructura mantuvo su morfología, modificó la estructura cristalina del óxido y mejoró su desempeño en la reacción de reducción oxígeno (RRO). Donde la temperatura óptima de calcinación mostró los mayores valores de densidad de corriente de -5.68 mA/cm², un potencial de inicio de 0.82 V vs. RHE y un potencial de media onda de 0.7 V vs RHE. El estudio es de gran utilidad para trabajos futuros en el área de catálisis y energía (p. ej., celdas de combustible), donde se use MnO₂ como catalizador o soporte en reacciones de oxido/reducción.

INTRODUCCIÓN

Debido al incremento en el consumo de energía a nivel mundial y al efecto negativo sobre el ambiente de la quema de combustibles fósiles (p. ej., carbón, petróleo y gas), se ha buscado sustituir por hidrógeno (H₂). El cual se utiliza como fuente de combustible para para celdas de combustibles. Esto con la finalidad de satisfacer la demanda de energía en sectores, p. ej., transporte, industrial, residencial y comercial. [1] La RRO desempeña un papel fundamental en el funcionamiento de las celdas de combustible y las baterías metal-aire. Sin embargo, su uso es limitado debido al alto costo del platino (Pt) o paladio (Pd) (i.e., los elementos con el mejor desempeño en celdas). Esto ha propiciado la exploración y el diseño de nuevos electrocatalizadores libres de Pt y/o Pd. Dentro de la gama de nuevos catalizadores empleados, el MnO₂ ha recibido particular atención debido a que reúne características deseadas en un material usado como catalizador: abundancia, bajo costo y mínimo impacto ambiental. [2]

El MnO₂ por si solo muestra actividad catalítica para la RRO; sin embargo, si se compara con el catalizador comercial de Pt/C es menor. Diversas estrategias se han implementado para mejorar la actividad catalítica de los compuestos a base de MnO₂, p. ej., el dopaje, recubrimiento (i.e., decorado) y el diseño de nanoarquitecturas con el incremento del área superficial. [3] Una de las estrategias sencillas que se han explorado recientemente es la introducción de vacancias de oxígeno en los óxidos metálicos. Las vacancias de oxígeno se pueden introducir en el MnO₂ mediante un tratamiento térmico. [4, 5] En este trabajo, se exploró el efecto de la temperatura de calcinación para la RRO en medio alcalino. Se encontró un efecto sobre la estructura cristalina, demostrándose que existe una temperatura óptima de calcinación, resultado de una mejora en la estructura cristalina del MnO₂ en su desempeño en la RRO.

METODOLOGÍA

Síntesis de los nanomateriales

La síntesis de las barras de MnO₂, se realizó empleando una solución con 1.0 mmol de permanganato de potasio (KMnO₄) y 1.0 mmol de sulfato de manganeso (MnSO₄·H₂O), los cuales se dispersaron en 30 mL de agua

desionizada por 0.5 h. La solución obtenida se transfirió a un vaso de teflón, colocándose en un reactor tipo autoclave de acero inoxidable (RACI), el cual se calentó a 120 °C por 12 h. Una vez obtenidos los materiales, se calcinaron a diferentes temperaturas (300, 400, 450, 500 y 600 °C) durante cuatro horas. Transcurrido el tiempo de calcinación, los materiales se dejaron enfriar a temperatura ambiente y se almacenaron a 60° en un horno de convección para su uso posterior.

Caracterización Físicoquímica

La morfología del material se caracterizó por SEM en un microscopio electrónico de barrido Tescan®, modelo Vega3. Una pequeña cantidad de los polvos fueron dispersada en alcohol etílico durante 15 min y se montó una gota en un soporte de carbono. Las imágenes fueron analizadas a través de un procesamiento de imágenes digitales (DIP) calculando las dimensiones, longitud y anchura o su tasa de aspecto. La fase cristalina de los materiales sintetizados se identificó mediante un difractómetro de rayos-X (PANalytical®, Bruker®, modelo D8 Advance) con una fuente de radiación de cobre $K\alpha$ ($\lambda = 1.541$). El equipo se configuró en un arreglo típico Bragg-Brentano. Los difractogramas fueron obtenidos en un rango de ángulo desde 15 hasta 90° de 2θ , sin monocromador, con un paso de escaneo de 0.015 de 2θ (°) y un tiempo de paso de 15 s. La identificación de fase se realizó en el software Match-Phase Identification Pro Powder Diffraction (Versión 2.2.1m) usando como referencia la base de datos PDF-4 del International Centre for Diffraction Data: (ICDD).

Caracterización electroquímica

La actividad catalítica para la RRO de los materiales de MnO_2 calcinados a diferentes temperaturas se realizó mediante voltamperometría de barrido lineal (VBL) usando la técnica de disco-rotatorio. A partir de las curvas de polarización de la RRO se obtuvieron diferentes parámetros catalíticos, como el potencial de inicio (E_0), el potencial de media onda ($E_{1/2}$) y la densidad de corriente límite (J_L). También se realizó el análisis de la pendiente de Koutecky-Levich (K-L) y la pendiente de Tafel, las cuales proporcionan La información sobre los parámetros cinéticos y el mecanismo de reacción, p. ej., la densidad de corriente cinética (J_k), el número de electrones transferidos (n) y la densidad de corriente de intercambio (J_0).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El efecto de la temperatura de calcinación sobre las nanobarras de MnO_2 se muestra en la Fig. 1. Las nanobarras de MnO_2 sin calcinar, presentaron una longitud promedio de $1.3 \pm 0.17 \mu m$ y un ancho de $100 \pm 20 nm$ (Fig. 1 **(a)**). Cuando se emplea una temperatura de calcinación se puede observar que no existe un cambio en la morfología de los materiales de MnO_2 , indicando que se posee una estructura estable. Al emplearse una temperatura de 600 °C, nuevamente no se observa un cambio en el color y morfología; sin embargo, mostró un cambio en la fase de cristalina debido a la temperatura empleada a trióxido de manganeso (Mn_2O_3) con un oscurecimiento más intenso del polvo.

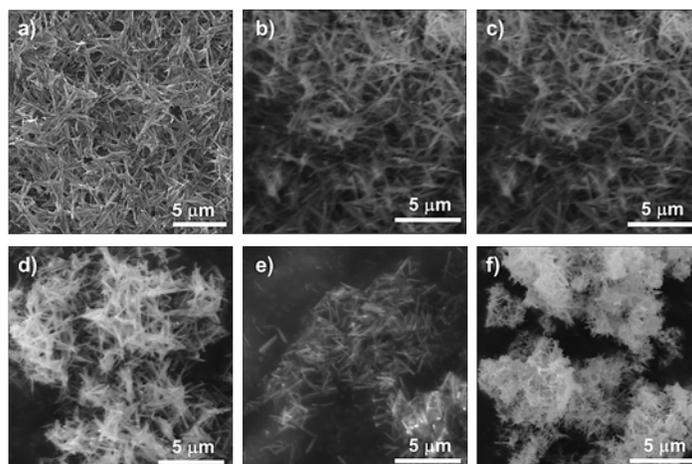


Fig. 1. Imágenes SEM de los materiales calcinados a diferentes temperaturas **(a)** Sin calcinar, **(b)** 300 °C, **(c)** 400 °C, **(d)** 450°C, **(e)** 500 °C y **(f)** 600°C.

La Fig. 2 muestra los patrones de difracción para el MnO_2 calcinado y sin calcinar. La indexación de los picos de intensidad a $2\theta = 27, 37, 42, 57, 58, 60, 66$ y 73 para la nanobarras sin calcinar y calcinadas a 300, 400 y 450 °C coincide con los planos de la fase MnO_2 , las cuales corresponden a los planos de difracción (110), (101), (200), (111), (121), (211), (220) y (112), respectivamente (JCPDS No. 1544101). Si se comparan la intensidad de los patrones de difracción del MnO_2 sin calcinar con respecto al calcinado a 300 °C hasta 450 °C, se observó una mejora en los picos de difracción siendo estos más nítidos al compararse con los materiales sin calcinar y minimizando el porcentaje de amorfo < 1.0 .

Sin embargo, a partir de los 500 °C se observan la presencia de picos de baja intensidad a $23.1, 32.9$ y 55 de 2θ correspondientes a los planos (211), (222) y (400) de la fase $\alpha\text{-Mn}_2\text{O}_3$, los cuales se indexan con la carta cristalográfica JCPDS No. 1514113, encontrándose que el MnO_2 sufre una conversión parcial a Mn_2O_3 consecuencia de la calcinación. La fase de Mn_2O_3 se caracteriza por picos muy marcados, lo que evidencia la formación de cristales más grandes. Finalmente, cuando se incrementa la temperatura de calcinación a 600 °C, se observa un incremento en la intensidad los picos de la fase $\alpha\text{-Mn}_2\text{O}_3$, lo cual confirmaría que ocurre un cambio de fase en las nanobarras de MnO_2 , obteniéndose barras de fases α y β

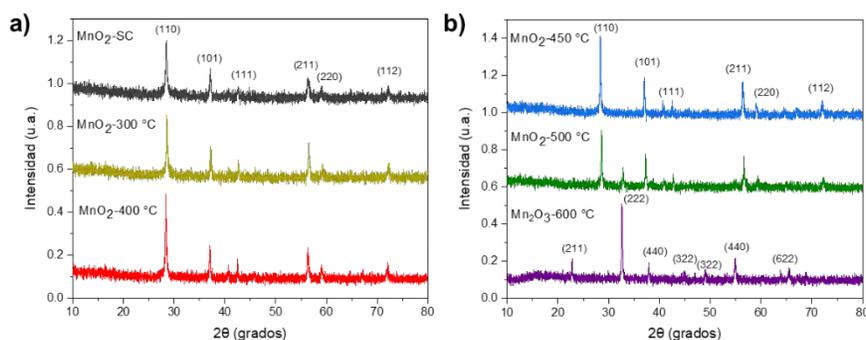


Fig. 2. Patrones de difracción de rayos-X calcinados a diferentes temperaturas.

El análisis de la voltamperometría de barrido lineal (LSV) para la actividad para la RRO se realizó en una solución 0.1 M de NaOH saturada de O_2 utilizando una velocidad de barrido de 10 mV/S. La Fig. 3 (a-b) muestra las curvas

de polarización a 1600 rpm para los electrocatalizadores calcinados a diferentes temperaturas. El valor de J_k incrementó alrededor de un 8 % al compararse con el MnO_2 sin calcinar. Sin embargo, cuando se emplea una temperatura de 400 °C, la J_L alcanza un incremento de alrededor del 54%. Al emplear una temperatura de 450 °C se obtiene un incremento del 50 % comparado con el catalizador sin calcinar, pero se observó también una disminución con respecto al material calcinado a 400 °C. En el caso de la temperatura de 500 °C y 600 °C se observó una disminución en el valor de la densidad de corriente, lo cual se puede atribuir a la mezcla de fases del MnO_2 . A partir del análisis de K-L, se encontró que el número de electrones transferidos (n) para todos los catalizadores fue de cuatro, lo cual es una ventaja sobre la vía de dos electrones debido a la mayor eficiencia y ausencia de especies de peróxido perjudiciales.

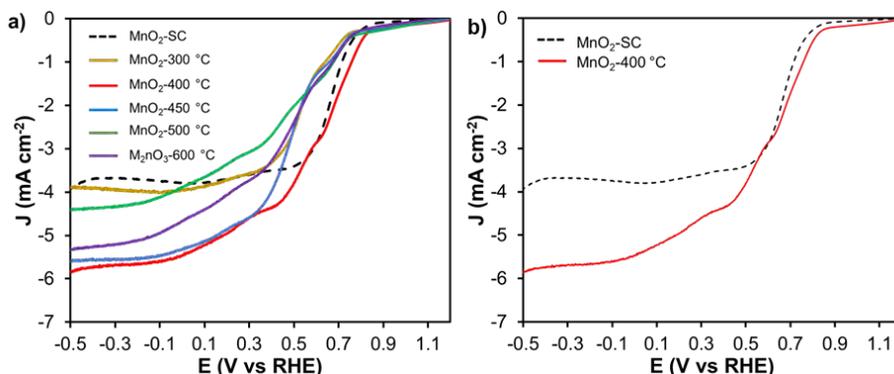


Fig. 3. Voltamperogramas de barrido lineal para la RRO en una solución 0.1 M de NaOH saturada en O_2 a 1600 rpm para los catalizadores: **(a)** Calcinados y **(b)** Comparación.

La Tabla 1, muestra un resumen de la actividad catalítica, parámetros cinéticos y las pendientes de Tafel de todos los electrocatalizadores calcinados y sin calcinar para la RRO. Cuando se emplea una temperatura de calcinación de 300 °C, se encontró una pendiente de Tafel con un valor de 68 mV dec^{-1} lo cual indica que el paso determinante para la reacción es adsorción de Temkin. Conforme se incrementa la temperatura de calcinación, se obtienen valores de la pendiente de Tafel de alrededor de 80 mV dec^{-1} , la cual es más cercana a la pendiente del catalizador comercial de Pt/C (89 mV dec^{-1}).

Tabla 1. Parámetros cinéticos obtenidos para la RRO de los materiales calcinados a diferentes temperaturas.

	E_0 (V vs RHE)	$E_{1/2}$ (V vs RHE)	$J_{0.3 \text{ V vs RHE}}$ (mA cm^{-2})	k (cm s^{-1})	Pendiente Tafel (mV dec^{-1})	J_0 (mA cm^{-2})
$\text{MnO}_2\text{-SC}$	0.760	0.670	-3.68	1.61×10^{-2}	33.2	1.26
$\text{MnO}_2\text{-300 } ^\circ\text{C}$	0.730	0.531	-3.96	1.55×10^{-2}	68.30	1.09
$\text{MnO}_2\text{-400 } ^\circ\text{C}$	0.820	0.700	-5.68	1.59×10^{-2}	78.49	1.08
$\text{MnO}_2\text{-450 } ^\circ\text{C}$	0.710	0.520	-5.56	2.54×10^{-2}	80.91	1.09
$\text{MnO}_2\text{-500 } ^\circ\text{C}$	0.750	0.650	-4.34	1.34×10^{-2}	78.00	1.09
$\text{MnO}_2\text{-600 } ^\circ\text{C}$	0.760	0.600	-5.20	2.02×10^{-2}	69.69	1.10

CONCLUSIONES

En el presente trabajo de investigación, se sintetizaron exitosamente nanobarras de MnO_2 como potencial soporte/catalizador en celdas de combustibles en medio alcalino. Se investigó el efecto de calcinación en la

nanoestructura. Los resultados mostraron una relación de la temperatura de calcinación y el desempeño catalítico. Se encontró que el mayor incremento en la actividad catalítica del MnO₂ se alcanza cuando se emplea una temperatura de calcinación de 400 °C. Dicho incremento se puede atribuir a la formación de vacantes de oxígeno debido al tratamiento térmico del material facilitando la transferencia de electrones debido al incremento del par hueco/electrón (e/h), lográndose un desplazamiento positivo en el potencial de inicio y el valor de la densidad de corriente límite.

REFERENCIAS

1. Gottesfeld, S.; Dekel, D. R.; Page, M.; Bae, C.; Yan, Y.; Zelenay, P.; Kim, Y. S. *J. Power Sources* **2018**, 375, 170–184. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2017.08.010>.
2. Venkata Swetha, J.; Parse, H.; Kakade, B.; Geetha, A. *Solid State Ionics* **2018**, 328 (October), 1–7. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2018.11.002>.
3. Siow, J. H.; Bilad, M. R.; Caesarendra, W.; Leam, J. J.; Bustam, M. A. Progress in Development of Nanostructured Manganese Oxide. **2021**, 1–16.
4. Ahmad, S.; Nawaz, T.; Ullah, A.; Ahmed, M.; Khan, M. O.; Saher, S.; Qamar, A.; Sikandar, M. A. *Electrochem. Sci. Adv.* **2020**, No. November, elsa.202000032. DOI: <https://doi.org/10.1002/elsa.202000032>.
5. Gorlin, Y.; Nordlund, D.; Jaramillo, T. F. *ECS Trans.* **2013**, 58, 735–750. DOI: <https://doi.org/10.1149/05801.0735ecst>.

CISQM-PE-PO06

Puntos cuánticos dopados con plata y cobre: propiedades antimicrobianas

Antonio Tirado-Guizar¹, Georgina Esther Pina-Luis¹, Edgar Alonso Reynoso Soto¹, Francisco Paraguay-Delgado², Balter Trujillo-Navarrete¹

¹Centro de Graduados e Investigación, Instituto Tecnológico de Tijuana, A.P. 1166, Tijuana 22500, BC, México.

²Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C, Departamento de Física de Materiales, Av. Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, CP 31109 Chihuahua, Chih., Mexico.

antonio.tg@tijuana.tecnm.mx

RESUMEN

Se sintetizaron puntos cuánticos de CdTe dopados con plata y cobre al 5 % y 10%. Dichos materiales se caracterizaron por microscopía electrónica y difracción XRD mostrando que el material obtenido tiene una estructura cristalina que concuerda con la blenda de zinc típica de CdTe. Por otro lado, se realizaron estudios de actividad antimicrobiana de los QDs frente a levaduras modelo *C. albicans* y *C. tropicalis*. Se utilizó la norma M27-A3 para determinar el MIC y MBC de los materiales obteniendo resultados muy prometedores en donde la MIC para *C. Albicans* utilizando 10 % de dopado con plata fue 20 mg/L y 10 mg/L para las muestras con 10 % de dopado con cobre. No obstante, ambos materiales mostraron efecto bactericida en concentraciones por arriba de 20 mg/L.

INTRODUCCIÓN

Las levaduras tipo *Cándida* son infecciones cutáneas que van de carácter medio a severo el daño que causa en la piel causando desde inhabilitación hasta la muerte en pacientes con sistema inmunológico comprometido [1]. Las *Cándidas* mas comunes en infecciones intrahospitalarias son la *C. albicans* y *C. tropicalis*, esto debido a que puede formar películas delgadas en instrumentos comúnmente utilizados para manipulación urinaria, ortopédica o cardíaca. Actualmente los tratamientos tópicos para estas enfermedades son cremas que contienen terbinafina, miconazol o ketoconazol o tratamientos orales como el fluconazol. [2] No obstante, en este trabajo se presenta un material que funciona como medio de prevención para inhibir o eliminar el crecimiento de dichas levaduras en superficies hospitalarias. Actualmente se usan soluciones de etanol, peróxido entre otros químicos que su acción es temporal. No obstante, las nanopartículas propuestas en este trabajo permitirán generar un agente de larga duración contra dichos microorganismos.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Fig. 1 nos permite observar los resultados obtenidos de los difractogramas XRD de polvos para las muestras dopadas con plata y cobre, así como aquellas sin dopaje. Se puede observar en comparación con el simulado, cuyo patrón de difracción corresponde a la tarjeta JCPDS 15-0770, que los picos correspondientes al plano (1 1 1) a 24°, el plano (2 2 0) a 40° y el plano (3 1 1) a 46° son consistentes en cada muestra en comparación al simulado. La muestra que contiene un 10 % de plata una ligera aparición de una banda alrededor de 31° lo que indica la formación adicional de la fase Ag₂S en el material.

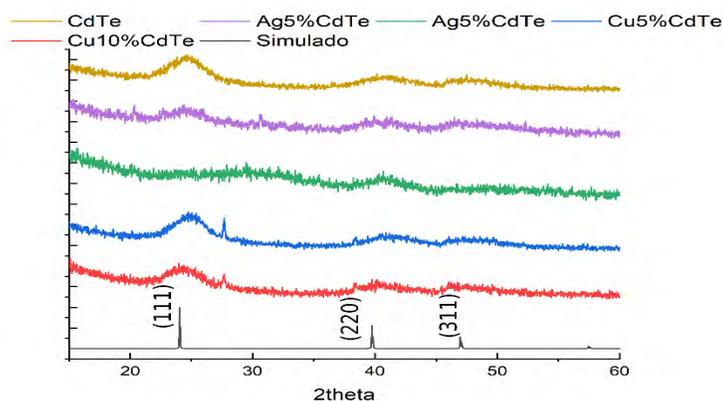


Fig. 1. Patrones de difracción XRD.

Las pruebas de actividad antimicrobiana arrojaron los resultados que se observan en la Fig. 2. Se puede apreciar que los QDs sin dopar presentan inhibición para ambas levaduras desde 20 mg/L. Los QDs dopados con plata en ambos porcentajes y los dopados con cobre al 5 % presentan una actividad similar a los que no tienen dopado. No obstante, los dopados con cobre al 10 % desde 10 mg/L presentan inhibición de crecimiento para ambas levaduras.

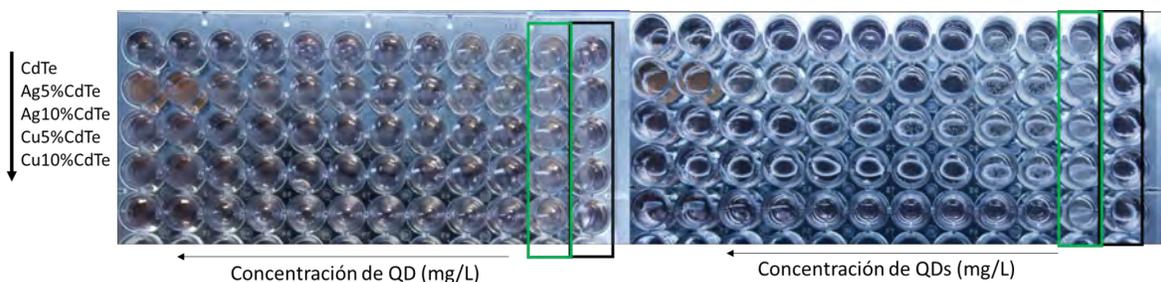


Fig. 2. Determinación de MIC en microplaca *C. albicans* (izquierda) y *C. tropicalis* (derecha). Columna negra control negativo. Columna Verde control positivo. Concentraciones de QDs dopados pozo 1 y 2 500 mg/L, pozo 3 y 4 100 mg/L, pozo 5 y 6 50 mg/L, pozo 7 y 8 20 mg/L, pozo 9 y 10 10 mg/L.

Las pruebas de efecto fungicida realizadas en placa mostraron que los QDs dopados con cobre al 10% evidentemente tienen efecto bactericida desde 10 mg/L.

MATERIALES Y MÉTODOS

La síntesis de los materiales se llevó a cabo mediante la técnica publicada anteriormente por los autores [3]. Primeramente una porción de CdCl_2 fue disuelta en agua desionizada y se agregó nitrato de plata o de cobre en relaciones del 5 y 10 % con respecto a cadmio. Después de que la mezcla se disolvió por completo, se agregó el ligando pasivador ácido mercaptopropionico y se ajustó el pH a 10 usando NaOH 0.1 M. La mezcla se mantiene en agitación por 30 min y se calienta posteriormente a 100 °C, llegada dicha temperatura se agrega una mezcla preparada previamente de telurio y NaBH_4 en agua gota por gota. La reacción se mantiene en agitación por 1 h y el producto una vez enfriado se precipita con acetona y se lava 3 veces por precipitación para remover reactivos indeseados. El polvo obtenido se seca al vacío para ser caracterizado via microscopía electrónica de transmisión y difracción de rayos X de polvos. Para los análisis microbianos se utilizó la norma M27-A3 y el MFC se determinó en agar Sabouraud por 50 h a 35 °C.

CONCLUSIONES

Se sintetizaron puntos cuánticos de CdTe dopados al 5 y 10 % con plata y cobre y se determinaron las MIC y MBC para cada material frente a levaduras control. Observando que para ambas levaduras aquellos dopados con cobre tenían efecto bactericida desde 10 mg/L mientras que los dopados con plata mostraron un menor efecto fungicida.

REFERENCIAS

1. Pu, Y.; Cai, F.; Wang, D.; Wang, J. X.; Chen, J. F. *Ind. Eng. Chem. Res.* **2018**, *57*, 1790-1802.
2. Dey, P. C.; Nath, P.; Maiti, D.; Das, R. *Chemical Papers.* **2020**, *74*, 3409-3421.
3. Tirado-Guizar, A.; Pina-Luis, G.E.; Paraguay-Delgado, F. *Method. App. Fluores.* **2016**, *4*, 045003-045013.

CISQM-PE-PO09

Efecto de la incorporación de nanotubos de carbono en ánodos para celdas solares sensibilizadas con colorante

Paulina Vargas Rodríguez¹, Carolina Silva Carrillo¹, Rosa María Félix Navarro¹, Brenda Cecilia Alcántar Vázquez², Edgar Alonso Reynoso Soto¹

¹Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Tijuana Unidad Otay, Centro de Graduados e Investigación en Química, Blvd. Industrial s/n, C. P. 22000 Tijuana, Baja California, México.

²Instituto de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Escolar s/n, Ciudad Universitaria C.P. 04510, Delegación Coyoacán, México, CDMX.
d21210013@tectijuana.edu.mx

RESUMEN

La síntesis de NTC se realizó por el método de asperjado pirolítico con diámetro de 79.2 nm y longitud de 757 μm ; la caracterización por TGA mostró una disminución de Fe_2O_3 posterior a la oxidación y funcionalización de los NTC, además se observó la pérdida de los grupos funcionales que ayudan una mejor disolución de los NTC y una mejor interacción NTC/ TiO_2 . El TiO_2 sintetizado y caracterizado presenta una gran área superficial y un promedio de tamaño de poro de 3.2723 nm; esto permitió desarrollar ánodos para celdas solares más eficientes que la referencia comercial.

INTRODUCCIÓN

El interés por sustituir los combustibles fósiles usando fuentes de energía alternativas ha crecido en años recientes, esto para disminuir al daño al medio ambiente y reducir los gases de efecto invernadero. La energía solar ha sido ampliamente utilizada en la generación de energía eléctrica a través de dispositivos fotovoltaicos, estos dispositivos también conocidos como celdas solares transforman directamente la radiación solar en energía eléctrica por efecto fotovoltaico. Existen tres generaciones, en la tercera generación se incluyen celdas solares sensibilizadas con colorante (CSSC). [1]

Las CSSC se basan en un sensibilizador adsorbido en la superficie de un semiconductor con un ancho de banda amplio que actúa como ánodo y un cátodo hecho generalmente de platino o carbón, el contacto entre ambos electrodos es con un mediador RedOx para el transporte de cargas. [2] Las CSSC son sostenibles por los materiales utilizados, además tienen una fabricación simple a un costo relativamente bajo, tienen un impacto ambiental bajo y son eficientes energéticamente. Sin embargo, para llegar a comercializarse debe resolverse algunas desventajas como su eficiencia de conversión fotovoltaica (η) sin afectar la estabilidad de la celda a largo plazo. Se han hecho modificaciones en los componentes de las CSSC para mejorar el rendimiento, el interés de este trabajo es modificar las propiedades del ánodo.

El ánodo es una película semiconductor mesoporosa para la cual se han utilizado óxidos metálicos y se caracterizan por: poseer un área superficial grande para que se adsorba la mayor cantidad de moléculas de tinte, ser transparente a la luz visible para evitar el paso de la luz al tinte, mantener la banda de conducción por debajo del LUMO del tinte para una buena transferencia de electrones, tener una alta movilidad de electrones, no ser activo para el electrolito RedOx. [3] En las CSSC se prefiere TiO_2 fase anatasa debido a su mayor energía de banda prohibida de conducción (Band Gap, 3.2 eV) en comparación con la del rutilo (~ 3 eV) y la brookita (2.98 eV), esto hace que la anatasa sea químicamente más estable, además que su uso ha generado $\eta > 10\%$. [4]

Para mejorar el rendimiento de las CSSC se han llevado a cabo estudios para modificar las propiedades electrónicas y ópticas del TiO_2 , esto a través de diferentes métodos como: dopaje, reemplazo de materiales mesoporosos por nanomateriales 1D o 2D, uso de diferentes métodos y condiciones de fabricación y modificación interfacial usando capas de bloqueo y dispersión.

Se ha reportado el uso de nanotubos de carbono (NTC) incorporados en TiO_2 , como una forma más efectiva de mejorar las eficiencias de conversión debido a un mejor transporte de cargas. [5, 6] Las CSSC basadas en ánodos NTC/ TiO_2 presentan no solo la ventaja de una alta interfaz de calidad entre los NTC y la matriz del semiconductor, también conduce a la coexistencia de poros duales que proporcionan área superficial alta necesaria para la adsorción del colorante. [7] El dopaje con nitrógeno altera significativamente la morfología de los NTC, lo que da lugar a estructuras en forma "bambú" compartimentadas. [8] Estudios muestran varias propiedades que son marcadamente diferentes de sus contrapartes no dopadas, desde su respuesta física a los solventes y superficies químicamente activas hasta su respuesta de transporte muy diferente dependiendo de la quiralidad del tubo. [9]

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Se sintetizaron los nanotubos de carbono (NTC) por el método de asperjado pirolítico reportado por el grupo de investigación, usando como catalizador ferroceno y como fuente de carbono tolueno. Se preparó una solución 0.2 M de ferroceno en tolueno, en un horno tubular se colocó un tubo de cuarzo a 850 °C en el cual se nebulizó la solución de ferroceno en atmósfera de argón por 30 min. [10] Los nanotubos fueron purificados por oxidación ácida usando una solución acuosa de $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{SO}_4$ con una relación molar 3:1. Para lo anterior se pesaron los NTC en un matraz, se añadió la solución preparada y se dispersaron. Después se colocaron en agitación magnética en reflujo. Pasando el tiempo de reacción se filtró y lavó hasta que se alcanzó un pH neutro y se caracterizaron por SEM y TGA.

La síntesis del TiO_2 mesoporoso se realizó según la metodología descrita por Grätzel y colaboradores en 2008, se preparó el precursor añadiendo a isopropóxido de titanio (TTIP) ácido acético (CH_3COOH , AcOH), para la hidrólisis al precursor se añadió agua y se requirió 1 h para la hidrólisis completa. [3] La peptización se llevó a cabo acidificando después de la hidrólisis con HNO_3 concentrado. Para el crecimiento de las partículas de TiO_2 después de la peptización ácida se colocó en una autoclave de titanio, la síntesis hidrotermal se llevó a cabo durante 12 h a 120 °C.

Para la preparación de la pasta de TiO_2 , se pesó el TiO_2 se le agregó H_2O y HNO_3 y se dispersó, se eliminó el H_2O , se le agregó 5 mL de isopropanol para dispersar y se eliminó el isopropanol. Por otro lado, se disolvió etilcelulosa (EC) pura en isopropanol, esta solución se agregó al TiO_2 con terpineol y se sonicó, finalmente se eliminó el solvente hasta obtener una pasta viscosa. Para los nanocompositos se propuso utilizar la técnica descrita por Younas y colaboradores con algunas modificaciones. [11]

Para la preparación del ánodo se usó vidrio conductor FTO (óxido de estaño dopado con flúor) en el lado conductor se colocó la tinta de TiO_2 por serigrafado en un cuadro de 0.2 cm^2 , se sometió a tratamiento térmico siguiendo una rampa de calentamiento, con el fin de calcinar y eliminar los componentes orgánicos de la tinta. Para sensibilizar el ánodo se preparó una solución de N719 y el ánodo se sensibilizó por 24h.

El ensamblado de las celdas se hizo colocando el ánodo sobre el cátodo (formando una estructura tipo sándwich) y entre ellos un empaque de termoplástico (alrededor del ánodo). A continuación, se inyectó el electrolito de yoduro/triyoduro. Los parámetros fotovoltaicos de las CSSC se evaluaron bajo iluminación controlada con un simulador solar marca Oriel modelo LCS-100 irradiando a 1000 mW/cm^2 .

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los NTC sintetizados y recolectados del centro del tubo de cuarzo se analizaron por STEM, se observó la morfología, diámetro y longitud antes y después de funcionalizar. En la Fig. 1(a) se muestra la micrografía donde se observa la longitud del material que fue de 757 μm , y en la Fig. 1(b) se observa la morfología cilíndrica del nanotubo con un diámetro de 79.2 nm.

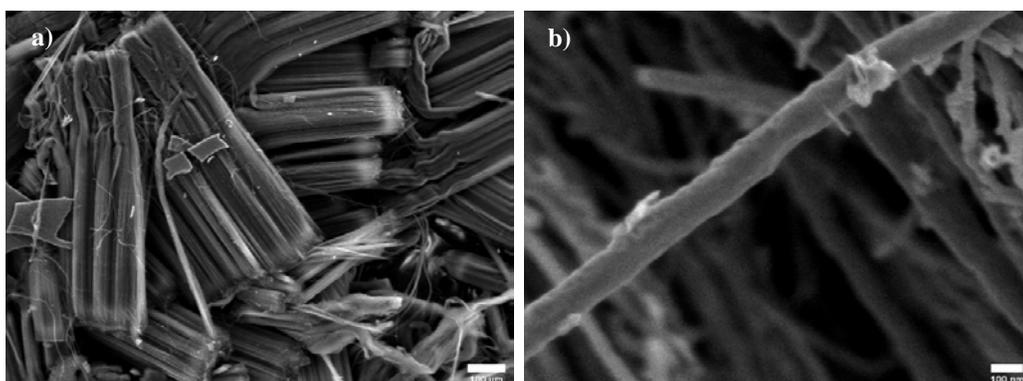


Fig. 1. Micrografía nanotubos de carbono sintetizados.

El crecimiento de los nanotubos fue lineal a medida que aumentó el tiempo de síntesis, aunado a esto el diámetro de los nanotubos fue proporcional al crecimiento del material. Con el análisis por STEM se obtuvieron resultados por espectroscopia de emisión por pérdida de energía (EDS). El análisis superficial arrojó el porcentaje de cada uno de estos elementos en cada una de las muestras antes y después de funcionalizar los NTC, en la Tabla 1, se sintetiza el porcentaje de cada elemento.

Tabla 1. Contenido elemental por EDS en nanotubos de carbono antes y después de funcionalizar.

Elemento	Contenido (%)	
	NTC ₃₀	NTC _{f30}
Carbono	95.46	92.53
Hierro	4.54	4.10
Oxígeno	0	3.37

El objetivo de oxidar el hierro y funcionalizar los NTC es eliminar la mayor cantidad de hierro residual y crear grupos funcionales, como se muestra en la Tabla 1 para el material de nanotubos sintetizados a 30 minutos (NTC₃₀) el contenido de hierro disminuyó de 4.54 a 4.10 % después de oxidar y el porcentaje de oxígeno aumento de cero a 3.37 % después de funcionalizar indicando con esto la presencia de grupos funcionales como hidroxilos, carbonilos o carboxilos.

Para determinar el contenido de hierro, estabilidad térmica y funcionalización en los nanotubos sintetizados, estos se analizaron mediante termogravimetría, se observó una sola caída por pérdida de peso que inicia en 472 °C y termina en 664 °C asociada a la oxidación térmica de los NTC, obteniéndose un residuo de Fe₂O₃ de 5.97 % en peso. Para los NTC funcionalizados hay una primera pérdida de peso de 1.72% que inicia alrededor de los 210 °C asociado a la descomposición de grupos funcionales que se crearon por el tratamiento ácido. La segunda pérdida de peso por oxidación de los NTC inició a los 462 °C y terminó en 661 °C, obteniéndose un residuo atribuido al Fe₂O₃ del 5.61 %.

De igual manera, se obtuvo el porcentaje de hierro en la muestra con el residuo del material que oscila entre 5 y 7 % en cada una de las muestras de NTC sin funcionalizar. Después de funcionalizar los NTC se analizaron por TGA, en este caso el residuo de hierro obtenido para cada muestra de NTC fue menor en comparación de las muestras sin oxidar, y se asocia al hierro presente en el interior de las paredes de los NTC.

Se determinó la fase cristalina del TiO₂ sintetizado mediante difracción de rayos X de polvos, según lo obtenido por los patrones de difracción de la Figura 2, los planos de difracción indican una fase anatasa, ya que, se tienen señales 2θ = 25.28, 37.9, 47.94, 54.39 y 62.85°, correspondientes a los planos (101), (004), (200), (211) y (204). [12] Se realizaron análisis de dos lotes de TiO₂ para comprobar reproducibilidad en la síntesis, como se observa

no hay diferencia significativa en la intensidad de las señales ni en la disposición de las señales. También con esta técnica es posible determinar el tamaño de partícula, el cual se podría señalar es cercano a los 10 nm.

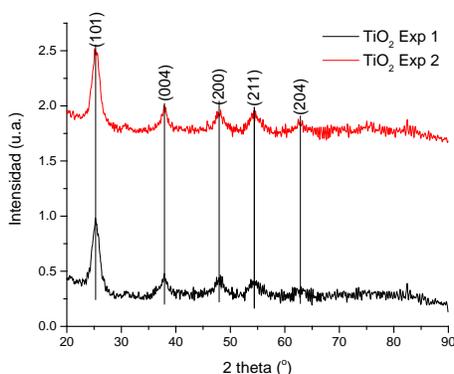


Fig. 4. Patrones de difracción de TiO_2 sintetizado.

La isoterma de adsorción-desorción de N_2 de la muestra de TiO_2 exhibió una isoterma de tipo IV con bucles de histéresis de tipo H2 en un rango de presión relativa de 0.40 a 0.66, lo que indica la presencia de una estructura mesoporosa. Con la isoterma BET, se determinó el diámetro promedio de poro fue de alrededor de 3.2723 nm, mientras que el área de superficie BET de las nanopartículas de TiO_2 preparadas fue de 245-247 m^2/g , estos resultados podrían resultar mejores a TiO_2 P25 comercial que tiene área de superficie BET de 50 m^2/g . Un área de superficie más grande proporciona más sitios activos de superficie para la adsorción de las moléculas de colorante, lo que hace que el proceso fotocatalítico sea más eficiente. [13] Por lo que las nanopartículas preparadas en este trabajo pueden tener buenas actividades fotocatalíticas.

Se realizó el análisis TGA de las tintas fabricadas con el TiO_2 sintetizado, esto con la finalidad de determinar la estabilidad térmica y temperatura de descomposición de los componentes de la tinta. Como se observa en el termograma de la Fig. 3, hay dos caídas por pérdidas de peso, la primera de 68.81 % que termina en 194 °C y está asociada a la descomposición del terpineol, la segunda pérdida por la descomposición de la etilcelulosa fue de 14.57 % inició a 200.75 °C terminando en 435.1 °C, quedando un residuo del 16.41 % de TiO_2 .

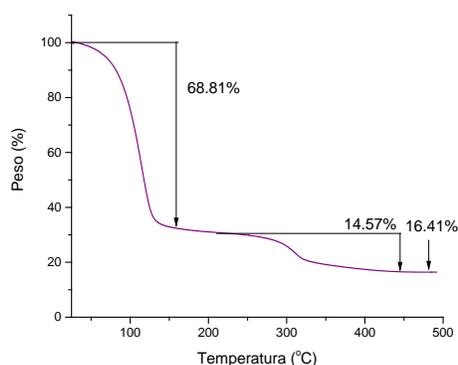


Fig. 5. Termograma tinta TiO_2 .

CONCLUSIONES

La síntesis y caracterización de TiO₂ y NTC; así como la preparación de composites NTC/TiO₂ como ánodos en CSSC, plantea una mejora de los parámetros fotovoltaicos, ya que, existe un sinergismo entre la gran área superficial del TiO₂ y la conductividad de los NTC, lo cual permite modificar el voltaje de circuito abierto y la densidad de corriente de las celdas solares preparadas en comparación con celdas solares de materiales comerciales.

REFERENCIAS

1. Brian O'Regan, M. G. A. *Nature* 1991, 353, 56–58. DOI: <https://doi.org/10.1038/350055a0>.
2. Mehmood, U.; Rahman, S.; Harrabi, K.; Hussein, I. A.; Reddy, B. V. S. C. *Adv. Mater. Sci. Eng.* **2014**, 2014, 1–12. DOI: <https://doi.org/10.1155/2015/403585>.
3. Ito, S.; Murakami, T. N.; Comte, P.; Liska, P.; Grätzel, C.; Nazeeruddin, M. K.; Grätzel, M. *Thin Solid Films.* **2008**, 516, 4613–4619. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.05.090>.
4. Reddy, K. M.; Manorama, S. V.; Reddy, A. R. *Mater. Chem. Phys.* **2003**, 78, 239–245. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(02\)00343-7](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(02)00343-7).
5. Golobostanfard, M. R.; Abdizadeh, H. *Microporous Mesoporous Mater.* **2014**, 191, 74–81. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2014.03.002>.
6. Dembele, K. T.; Nechache, R.; Nikolova, L.; Vomiero, A.; Santato, C.; Licocchia, S.; Rosei, F. *J. Power Sources* **2013**, 233, 93–97. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2013.01.075>.
7. Golobostanfard, M. R.; Abdizadeh, H. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* **2014**, 120, 295–302. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2013.09.021>.
8. Ayala, P.; Arenal, R.; Rummeli, M.; Rubio, A.; Pichler, T. *Carbon N. Y.* **2010**, 48, 575–586. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.10.009>.
9. Ewels, C. P.; Glerup, M. *J. Nanosci. Nanotechnol.* **2005**, 5, 1345–1363. DOI: <https://doi.org/10.1166/jnn.2005.304>.
10. Cruz-Gutiérrez, C. A.; Félix-Navarro, R. M.; Calva-Yañez, J. C.; Silva-Carrillo, C.; Lin-Ho, S. W.; Reynoso-Soto, E. A. *J. Solid State Electrochem.* **2021**, 25, 1479–1489. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10008-021-04932-y>.
11. Younas, M.; Gondal, M. A.; Dastageer, M. A.; Harrabi, K. *Sol. Energy* **2019**, 188, 1178–1188. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.solener.2019.07.009>.
12. Vorontsov, A. V.; Tsybulya, S. V. *Ind. Eng. Chem. Res.* **2018**, 57, 2526–2536. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b04480>.
13. Yu, J.; Wang, W.; Cheng, B. *Chem. - An Asian J.* **2010**, 5, 2499–2506. DOI: <https://doi.org/10.1002/asia.201000550>.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



**PRODUCTOS NATURALES.
LO QUE OBTENEMOS DE LA
MADRE NATURALEZA - PN**

CISQM-PN-CE02

Hidrólisis química de las fracciones de vaina de mezquite en la obtención de azúcares reductores para la fermentación

Silvana Vázquez Maldonado¹, Daniela Rodríguez Leal¹, Angélica Evelin Delgadillo López¹ Elizabeth González Escamilla¹, Luis Díaz-Batalla², Rogelio Pérez-Cadena¹

¹Ingeniería en Energía, Universidad Politécnica Metropolitana de Hidalgo, Boulevard Acceso a Tolcayuca No. 1009, ExHacienda de San Javier, C.P. 43860, Tolcayuca, Hidalgo, México.

²Ingeniería Agroindustrial, Universidad Politécnica de Francisco I. Madero, Tepatepec, C.P. 42660 Hidalgo, México.

roperez@upmh.edu.mx; 203110275@upmh.edu.mx

RESUMEN

Se evaluó el efecto de la hidrólisis diluida y su relación con la temperatura, tiempo y agitación como único factor en la liberación de azúcares reductores de la harina integral de la vaina de mezquite. Se observó que, a medida que se incrementó el tiempo de reacción (2 a 4 h), la concentración de azúcares reductores disminuyó en un 39.5 %, 59.75 %, y 57.8 % comparado con un tratamiento durante 4 h a 0.5, 1 y 2 N de ácido. Por otro lado, al aumentar la temperatura de 60 a 90 °C no se observó una diferencia importante comparada con una concentración de ácido de 1N, obteniéndose en promedio 66.8 g/L de azúcares reductores. Por otro lado, al estudiar la agitación como factor principal sobre la hidrólisis, se observó que la concentración de azúcares reductores en general fue menor en comparación con los tratamientos a diferente temperatura y tiempo. Al evaluar las condiciones de hidrólisis sobre las cuatro fracciones de la vaina de mezquite estudiadas, se observó que la cantidad más alta de azúcares reductores se obtuvo en el mesocarpo con 38 g/L seguido del pericarpo, integral y la cubierta obteniéndose 18.3, 15.07 y 2.6 g/L respectivamente a 2 h, 60 °C y 0.5 N de ácido sin agitación.

INTRODUCCIÓN

Debido a que la lignocelulosa no contiene azúcares que estén disponibles para la bioconversión a bioetanol; es necesario un pre tratamiento para remover la lignina y la hemicelulosa [1]. El uso de pretratamientos químicos con ácido son los más habituales [2]. El medio ácido ataca los polisacáridos especialmente la hemicelulosa que es más fácil de hidrolizar en comparación con la celulosa [3]. La hidrólisis ácida diluida permite la destrucción de la estructura del material lignocelulósico incrementando la cantidad de los monómeros de azúcar liberados [2]. Este tratamiento es realizado bajo condiciones ácidas de entre 0.5 y 1 % de ácido sulfúrico o ácido clorhídrico con temperaturas de entre 120 a 200 °C, presiones de entre 15 a 75 psi y tiempos de reacción desde 30 min hasta 2 h [4]. La reacción de hidrólisis consiste en dos reacciones, la primera convierte el material celulósico a azúcares y la segunda convierte los azúcares en otros compuestos químicos, muchos de los cuales pueden inhibir el crecimiento microbiano [2]. A pesar su efecto, los tratamientos ácidos son necesarios para disponer de una mayor área superficial [5], ya que tiene la capacidad de aumentar la porosidad para mejorar su digestibilidad [6].

El género *Prosopis*, familia Leguminosae o Fabaceae, subfamilia Mimosoideae, es una planta endémica natural en las zonas áridas y semiáridas de África, América y Asia [7]. De este género existen 40 especies distribuidas en el norte, centro y sur de América, Asia y África [8]. En México hay 10 especies, de las cuales, *P. laevigata* se encuentra principalmente en las regiones altas y semiáridas de los Valles Centrales de México [9]. A esta especie se le conoce con el nombre común de mezquite; es un árbol, de 8 a 12 m de altura, considerado como el recurso leñoso por excelencia en las comunidades rurales de zonas áridas y semiáridas [10]. Como producto no maderable, el mezquite posee un fruto llamado vaina que es utilizada como alimento para diversos tipos de ganado, como alimento humano se consumen las vainas en forma de harinas o como bebidas fermentadas [11].

Las vainas de mezquite pueden ser fragmentadas mecánicamente para obtener el exocarpo, que es la capa externa que recubre la parte esponjosa conocida como mesocarpo o pulpa y está compuesta principalmente por carbohidratos, mientras que el edocarpo o capa interna dura es la que protege a la semilla [8]. En promedio, las vainas pesan 12 g [12] y presentan un alto contenido de azúcar (13–50 %), fibra (27–32 %), proteína (8.1 %), cenizas (3.6 %), y en menor cantidad compuestos fenólicos (1.2%) [13]. La pulpa representa el 56 % del peso total de la fruta donde el principal componente soluble es la sacarosa representando más del 90% de los azúcares solubles totales, mientras que los azúcares reductores, glucosa, fructosa y xilosa, están presentes en cantidades muy pequeñas [12]. La fibra dietética representa el 30 % de la pulpa y es en gran parte insoluble, adicionalmente esta parte insoluble es el principal componente del endocarpo y está compuesta de polisacáridos celulósicos (40 %) y lignina (17 %) como componentes principales. En el presente trabajo se evaluó el efecto de la temperatura, tiempo, agitación y concentración de ácido en la hidrólisis química de la vaina de mezquite en la obtención de azúcares reductores para la fermentación.

METODOLOGÍA

Obtención de la muestra

Las muestras de vaina de mezquite se obtuvieron de la Universidad Politécnica de Francisco I. Madero. Estas fueron previamente tratadas y deshidratadas, obteniéndose 4 fracciones. Harina integral, harina de mesocarpo, harina de cubierta y harina de pericarpo, cada fracción se almaceno en frascos para su uso en condiciones de baja humedad.

Hidrólisis química

A partir de la harina integral de vaina de mezquite, en matraces de 125 ml se realizó la hidrólisis química con 50 mL de H_2SO_4 a una concentración de 0, 0.005, 0.5, 1 y 2 N con una relación del 10 % p/v de harina, cada experimento se realizó por triplicado. Para evaluar únicamente el efecto de la temperatura; los matraces se incubaron durante 2 h a 30, 60 y 90 °C respectivamente sin agitación. El efecto del tiempo en el proceso de hidrólisis se llevó a cabo en matraces con 50 mL de H_2SO_4 , estos fueron incubados durante 24 h a 30 °C; y durante 1, 2, 4 h a una temperatura constante de 60 °C, sin agitación. El efecto de la agitación se determinó en matraces con un volumen de trabajo de 50 mL de H_2SO_4 a temperatura constante de 30 °C durante 2 h con una agitación orbital a 0, 70, 140 y 180 rpm. La concentración de azúcares reductores fue determinada usando el método de ácido dinitrosalicílico descrito por Miller, (1959) [14] usando glucosa como estándar a una concentración de 2 g/L.

Evaluación del efecto de la hidrólisis sobre las fracciones de vaina de mezquite

Para evaluar el efecto de la hidrólisis sobre las 4 fracciones de la vaina de mezquite. Inicialmente se colocaron 500 mL de una solución al 20 % p/v de sólidos de cada una de las fracciones (harina: integral, cubierta, mesocarpo y endocarpo), las soluciones se colocaron sobre agitación magnética constante (180 rpm) a temperatura ambiente durante 1 h, posteriormente fueron colocadas en incubación durante 2 h a 60 °C para extraer los azúcares solubles de cada una de las fracciones estudiadas. El sobrenadante se separó por filtración y el filtrado se sometió a un proceso de secado a 70 °C durante 24 hasta obtener un sólido a peso constante. Los sólidos obtenidos se trituraron y se colocó una muestra de del 10 % p/v de harina libre de azúcares solubles en matraces de 125 ml con 50 ml de H_2SO_4 a una concentración de 0.5 N. Los experimentos por triplicado, se colocaron en incubación a 60 °C durante dos horas colocando un tratamiento únicamente con agua como testigo. Al finalizar el tratamiento, los matraces se enfriaron y se neutralizaron con NaOH. Las muestras neutralizadas sometieron a centrifugación para la separación de fases. El sobrenadante se filtró al vacío utilizando papel Whatman no. 1. Se determinó la concentración de azúcares reductores en el pretratamiento y en el hidrolizado.

RESULTADOS

Se evaluó el efecto del tiempo de hidrólisis con las cuatro concentraciones de ácido, comparados con el agua. Se observó que, a medida que se incrementó el tiempo de reacción de 2 a 4 h, la concentración de azúcares reductores disminuyó en un 39.5 %, 59.75 %, y 57.8 % comparado con el tratamiento durante 4 h a 0.5, 1 y 2 N de ácido sulfúrico. Por otro lado, no se observaron diferencias entre los resultados obtenidos en los tratamientos con 1 N y 2 N de ácido (Fig. 1). Adicionalmente, se encontró que el tratamiento a 1 h no presentó cantidades significativas en azúcares reductores obteniéndose 5.62 g/L en el tratamiento con agua, mientras que en el tratamiento a 2 h se obtuvieron 16.54 g/L. Kong-Win Chang et al., (2018) [15] observó que a 97 °C, el rendimiento de glucosa aumentó con tiempo de reacción hasta un máximo de 76 %, estabilizándose a los 60 min, mientras que a 121 °C el rendimiento máximo fue de 78 % después de 20 min seguido de una disminución a los 60 min. Este fenómeno probablemente se debió a la ocurrencia simultánea de la sacarificación de la celulosa amorfa combinada con la degradación de la glucosa.

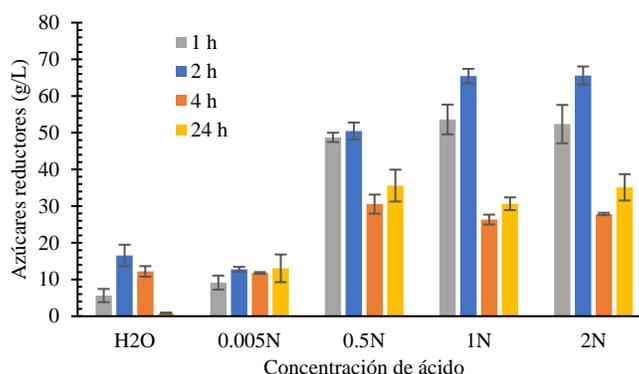


Fig. 1. Evaluación del efecto de la temperatura sobre la hidrólisis de la harina integral de la vaina de mezquite a 60 °C.

Por otro lado, a 30 °C durante 24 h, la cantidad de azúcares reductores obtenidos fue de aproximadamente 1 g/L, y al aumentar la temperatura y disminuir tiempo de tratamiento se observó un aumento significativo (Figura 2). Por otro lado, al aumentar la temperatura de 60 a 90 °C no se observó una diferencia comparada con una concentración de ácido de 1N, obteniéndose en promedio 66.8 g/L de azúcares reductores. A 90 °C se encontró que no existieron diferencias entre los tratamientos de hidrólisis a 0.5 y 1N, mientras que a 0.005 N la temperatura influyó directamente en aumento de la cantidad de azúcares reductores liberados. Adicionalmente, a 30 °C se observó que la cantidad de azúcares disminuyó ligeramente entre los tratamientos con agua y con una concentración de ácido de 0.005 N obteniéndose 14.29 y 10.07 g/L respectivamente, observándose un aumento gradual con el aumento en la concentración de ácido (Fig. 2). Este efecto pudo deberse principalmente a que la presencia de ácido a muy baja concentración degrada los azúcares solubles presentes a las condiciones ensayadas, debido a que los enlaces glucosídicos de las cadenas principales son más estables que los de las cadenas ramificadas, por lo que la hidrólisis ácida provocó una degradación excesiva de los monosacáridos liberados debido a un tiempo de tratamiento [16].

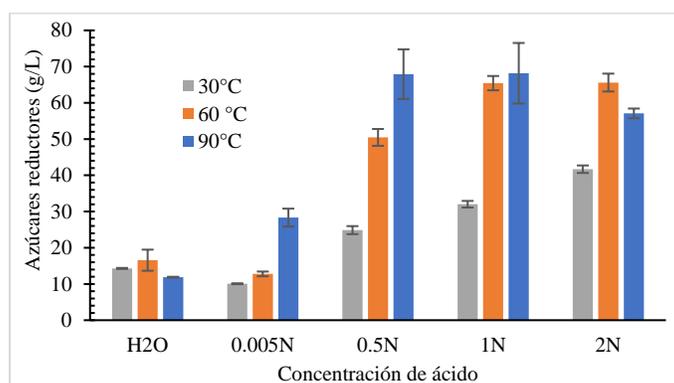


Fig. 2. Efecto de la temperatura en la hidrólisis de la harina integral de la vaina de mezquite después de 2 h de tratamiento.

Al evaluar el efecto de la agitación como factor principal sobre la hidrólisis de la harina integral de vaina de mezquite, se observó que la concentración de azúcares reductores en general fue menor en comparación con los tratamientos a diferente temperatura y tiempo (figura 1 y 2). La disminución en la cantidad de azúcares reductores fue de 28 % para el tratamiento a 0.005 N de ácido con las velocidades de agitación evaluadas comparado con el tratamiento con agua. Los valores máximos se encontraron una concentración promedio de 32.05 g/L en el tratamiento ácido 2N. La baja cantidad de azúcares reductores obtenidos comparados con los tratamientos previamente realizados pudo deberse principalmente a que el movimiento del fluido dentro del sistema siguió el movimiento del agitador limitando la hidrólisis ¹⁷. El aumento en la cantidad de azúcares reductores en los tratamientos ensayados fue gradual, con una tendencia lineal entre los tratamientos de 0.5 a 2 N a 140 y 180 rpm, al igual que el tratamiento sin agitación por un periodo de 24 de reacción; mientras que para el tratamiento a 70 rpm la cantidad de azúcares aumento de 12.89 a 33.48 g/L sin una tendencia lineal.

Efecto de las condiciones de hidrólisis sobre las fracciones de la vaina de mezquite

Las cuatro fracciones de vaina de mezquite se sometieron a un pretratamiento en el cual se extrajo los azúcares solubles de cada una de las fracciones, observándose que la fracción integral de la vaina de mezquite presentó la concentración más alta de azúcares reductores (57.72 g/L), seguido del mesocarpo (34.38 g/L), pericarpo (32.17 g/L), mientras que la cubierta mostró la menor cantidad de azúcares solubles bajo las condiciones ensayadas (Fig. 3).

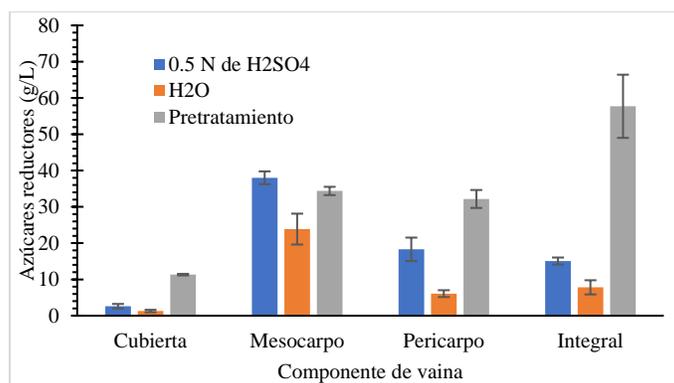


Fig. 4. Efecto de las condiciones de pretratamiento e hidrólisis sobre las fracciones de vaina de mezquite a 60 °C, 2h.

Se observó que la cantidad más alta de azúcares reductores en el tratamiento con 0.5 N de ácido se obtuvo en el mesocarpo con 38 g/L seguido del pericarpo, integral y la cubierta obteniéndose 18.3, 15.07 y 2.6 g/L respectivamente. Al compararse, el tratamiento con agua mostró una cantidad importante de azúcares reductores en comparación al tratamiento con ácido, sin embargo; el tratamiento ácido aumentó en un 37.18, 66.72, 48.12 % la liberación de azúcares reductores para las fracciones mesocarpo, pericarpo e integral respectivamente, los resultados mostraron la necesidad de un segundo pretratamiento para extraer la mayor cantidad de azúcares reductores de la materia prima estudiada.

CONCLUSIONES

De las condiciones experimentadas se observó que la agitación orbital no aumento la liberación de azúcares reductores, sin embargo; la hidrólisis a temperatura de entre los 60 y 90 °C durante 2 h a una concentración de ácido 0.5 y 1 N se obtuvo la mayor cantidad de azúcares reductores liberados. Adicionalmente el uso de un pretratamiento mostró que la harina integral seguido del mesocarpo y pericarpo fueron las fracciones con mayor cantidad de azúcares solubles y liberaron la mayor cantidad de azúcares en un tratamiento de hidrólisis ácida.

REFERENCIAS

1. Balat, M.; Balat, H.; Öz, C. *Prog. Energy Combust. Sci.* **2008**, *34* (5), 551–573. <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2007.11.001>.
2. Zhou, Z.; Liu, D.; Zhao, X. *Renew. Sustain. Energy Rev.* **2021**, *146* (December 2020), 111169. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.111169>.
3. Cardona, C. A.; Quintero, J. A.; Paz, I. C. *Bioresour. Technol.* **2010**, *101* (13), 4754–4766. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.10.097>.
4. Kumar, S.; Singh, S. P.; Mishra, I. M.; Adhikari, D. K. *Chem. Eng. Technol.* **2009**, *32* (4), 517–526. <https://doi.org/10.1002/ceat.200800442>.
5. Dagnino, E. P.; Chamorro, E. R.; Romano, S. D.; Felissia, F. E.; Area, M. C. *Ind. Crops Prod.* **2013**, *42* (1), 363–368. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.06.019>.
6. Harmsen, P.; Huijgen, W.; López, L.; Bakker, R. *Food Biobased Res.* **2010**, No. September, 1–49.
7. Barros. El Género Prosopis, Valioso Recurso Forestal de Las Zonas Áridas y Semiáridas de América, Asia y Africa. **2010**, 91–128.
8. Peña-Avelino, L.; Pinos-Rodríguez, J.; Yáñez-Estrada, L.; Juárez-Flores, B.; Mejía, R.; Andrade-Zaldivar, H. *S. Afr. J. Anim. Sci.* **2014**, *44* (3), 298. <https://doi.org/10.4314/sajas.v44i3.12>.
9. De La Torre-Almaráz, R.; Maribel Cota-Trujillo, F.; García-Rojas, J. L.; Campos, J. E.; San-Martín, F. *Agrociencia* **2009**, *43* (2), 197–208.
10. Corona-Castuera, F.; Gómez-Lorence, F.; Ramos-Ramírez, E. F. *Análisis Químico Proximal de La Vaina de Mezquite (Prosopis Glandulosa Var. Torreyana) En Árboles Podados y No Podados, En Diferentes Etapas de Fructificación*; 1997.
11. Rodríguez Saucedo, E. N.; Rojo Martínez, G. E.; Ramírez Valverde, B.; Martínez Ruiz, R.; Cong Hermida, M. de la C.; Medina Torres, S. M.; Piña Ruiz, H. H. *Análisis Técnico Del Árbol Del Mezquite (Prosopis Laevigata Humb. & Bonpl. Ex Willd.) En México. Ra Ximhai* **2014**, 173–194. <https://doi.org/10.35197/rx.10.01.e.2014.13.er>.
12. Pasiecznik, N. M.; Felker, P.; Harris, P. J. C.; Harsh, L. N.; Cruz, G.; Tewari, J. C.; Cadoret, K.; Maldonado, L. J. *The Prosopis Juliflora - Prosopis Pallida Complex: A Monograph.*; 2001.
13. Díaz-Batalla, L.; Hernández-Urbe, J. P.; Gutiérrez-Dorado, R.; Téllez-Jurado, A.; Castro-Rosas, J.; Pérez-Cadena, R.; Gómez-Aldapa, C. A. *Foods* **2018**, *7* (8), 1–9. <https://doi.org/10.3390/foods7080124>.

14. Miller, G. L. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. *Anal. Chem.* **1959**, *31* (3), 426–428. <https://doi.org/10.1021/ac60147a030>.
15. Kong-Win Chang, J.; Duret, X.; Berberi, V.; Zahedi-Niaki, H.; Lavoie, J.-M. *Front. Chem.* **2018**, *6* (APR), 1–11. <https://doi.org/10.3389/fchem.2018.00117>.
16. Liu, D.; Tang, W.; Yin, J.; Nie, S.; Xie, M. *Food Hydrocoll.* **2021**, *116* (November 2020), 106641. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106641>.
17. Ramos M., L. F. Análisis Morfológico Del Aire Incorporado En Matrices Agitados Orbitalmente, UNAM, 2014.

CISQM-PN-CE04

Análisis comparativo de dos métodos cuantitativos en la extracción tánica de la corteza de *Quercus*

Adan Rene Pérez García, Miriam Sedano Mendoza, Nancy Eloísa Rodríguez Olalde
Facultad de Ingeniería en Tecnología de la Madera. Unidad Profesional de Ciudad Hidalgo perteneciente a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Av. Universidad #1000 Temendao, Municipio de Ciudad Hidalgo, Michoacán, México.
miriam.sedano@umich.mx

RESUMEN

Los taninos son compuestos fenólicos muy importantes a nivel comercial ya que son utilizados en la industria vinícola, farmacéutica y de curtido de pieles. El método de extracción industrial más común es en medio acuoso. El objetivo de esta investigación es comparar dos métodos cuantitativos en medio acuoso para la obtención de taninos en la corteza de *Quercus sp.*: método gravimétrico y método volumétrico (método de Lowenthal). En el estudio experimental se utilizó corteza de *Quercus sp* con un tamaño de partícula de 846 μ . Se realizaron 9 réplicas para cada método y los cálculos se realizaron en base al peso anhidro del material. Los resultados de las extracciones mostraron que el método volumétrico obtuvo un valor mayor de 21.41 %, que el método gravimétrico cuyo valor fue de 13.51 %. Los resultados del estudio estadístico mostraron que sí existe diferencia significativa por el método utilizado ($P < 0,05$).

CISQM-PN-CP01

Combinación de Linezolid y *Larrea tridentata* contra SARM

Eduardo Lozano Guzmán*, José Ángel Núñez Ortiz, Maribel Cervantes Flores, María Guadalupe Nieto

Pescador, Sergio Uriel Escobar Gutiérrez, David Alejandro Ortega Martínez

Universidad Juárez del Estado de Durango, Facultad de Ciencias Químicas, Av. Veterinaria s/n Col. Valle del Sur,
Durango, Dgo. C.P. 34120.

elozano@ujed.mx

RESUMEN

Staphylococcus aureus sigue afectando gran parte de la población debido a su gran adaptabilidad y desarrollo de resistencias. Linezolid ha sido una buena opción, pero las resistencias a este antibiótico no han tardado en surgir. Una estrategia que ha venido desarrollándose es la combinación con otros medicamentos o con sustancias de origen natural, como extractos de gobernadora (*Larrea tridentata*).

El presente estudio estuvo enfocado a evaluar las inhibiciones de *L. tridentata* y de Linezolid por separado y en combinación. Nuestros resultados muestran que la combinación es más potente que la administración de cada sustancia de forma individual. Se sugiere que, en un futuro, se haga un "screening" con concentraciones en un rango de trabajo más amplio y escalado para determinar la CE50 exacta y corroborar los resultados obtenidos.

INTRODUCCIÓN

Staphylococcus aureus resistente a meticilina (SARM) es una de las mayores causas de hospitalizaciones debido a las infecciones severas que provoca. Las primeras resistencias datan de 1959 a penicilina. Frente a este hecho se desarrolló una opción para combatirlo, la meticilina. Pero en tan solo dos años (1961) se tuvieron los primeros reportes de SARM en el Reino Unido. Desde entonces se ha venido desarrollando una carrera que parece no tener fin [1]. En la actualidad SARM ha adquirido multiresistencia siendo susceptible a pocos antibióticos, entre ellos alguno glucopéptidos [1]. Otras de las opciones que fueron muy promisorias en su momento fue el uso de quinolonas, entre ellas se siguen usando cirpofloxacino y levofloxacino. Una opción más ha sido el uso de derivados de quinolonas los cuales parecen tener buen efecto presentando concentraciones mínimas inhibitorias muy pequeñas [2].

Linezolid es considerado como el primer miembro de la clase de oxazolidinonas, las cuales fueron introducidas en 1978 y en la actualidad está recomendado por la FDA como un buen tratamiento contra neumonías que requiere de hospitalización y son causadas por SARM, también se recomienda para *Streptococcus pneumoniae* y *Enterococcus faecium* [3], aunque se recomienda su uso solo en aquellos casos donde otros antibióticos han fracasado. La vancomicina, teicoplanin y linezolid son considerados como las mejores opciones para SARM. Sin embargo, se ha reportado desde 2008 a la fecha un progresivo incremento en la concentración mínima inhibitoria [4-5].

En los últimos 20 años se ha dado una explosión en la investigación de plantas y métodos ancestrales para atención a diversas enfermedades. Los científicos hoy en día han vuelto la mirada a la herbolaria tradicional en busca de nuevas moléculas, tratamientos y para dar sustento científico a lo que quizá muchos ancianos ya conocían. Existen numerosos reportes de diversas plantas para combatir SARM, por ejemplo, los aceites esenciales de *Listea cubeba* o laurel de la China [6], extractos de propóleos [7].

Ante este panorama, se han buscado otras estrategias como es el uso de sustancias combinadas, cuyo efecto se conoce como sinergismo. Se han reportado buenas combinaciones contra SARM, por ejemplo, de propóleos y orégano [8], propóleos con ajo [9], etc. Una de las plantas más promisorias en este sentido es *Larrea tridentata* conocida como "gobernadora". Esta es una planta originaria del semidesierto de América del Norte, esencialmente regiones desérticas de México (San Luis Potosí, Durango, Chihuahua) y del sur de USA (Texas y Nuevo México)

El objetivo del presente trabajo fue ensayar diversas concentraciones de extractos de *L. tridentata* y Linezolid de forma separada y combinada y comparar los efectos inhibitorios contra SARM.

METODOLOGÍA

Se usaron cepas SARM provenientes del cepario del laboratorio de Farmacognosia de la Facultad de Ciencias Químicas – UJED. Linezolid solución (2mg/ml) Zyvomax® elaborado por Pfizer con fecha de caducidad enero 2024. Una muestra de la planta usada fue llevada al herbario del CIIDIR-Dgo donde fue identificada por especialistas y catalogada como "*Larrea tridentata*" con voucher de referencia 53139. Los extractos se obtuvieron previamente por extracción mediante asistencia de fluidos supercríticos en un equipo TharSCF. Para determinar el rendimiento, una alícuota de estos se llevaron a rotoevaporador hasta sequedad en equipo Speedvac a 1000RPM a 35 °C.

Las concentraciones seriadas usadas en el ensayo de cada antimicrobiano fueron: para *L. tridentata* 16, 8, 4, 2, 1, 0.5, 0.25 mg/ml y para Linezolid 0.5, 0.25, 0.012, 0.06, 0.03, 0.015, 0.007 mg/ml. Cada concentración se ensayó por triplicado. Se preparó un inóculo en 100 ml de caldo MH y se añadió un ml de inóculo a cada tubo. Una alícuota de cada tubo fue sembrada en agar Muller Hinton e incubadas a 37 °C por 24 horas. Las colonias fueron contabilizadas y comparadas con la población inicial del inóculo. Por diferencia se determinó la cantidad de células muertas y con ello se determinó el efecto bactericida expresado como porcentaje.

Los resultados obtenidos sirvieron para determinar las concentraciones a ensayar. Cada combinación también se ensayó por triplicado y se siguió la misma metodología. Para determinar si hubo sinergismo se comparó el crecimiento de los cultivos de forma aislada como la combinación.

RESULTADOS Y DISCUSIONES

La Fig. 1 muestra los conteos de colonia (UFC/ml) en cada ensayo. En la primera parte se puede apreciar como en las concentraciones más altas de *L. tridentata* (16, 8, 4, y 2 mg/ml) no hay crecimiento.

		<i>L. tridentata</i> (mg/ml)						
		16	8	4	2	1	0.5	0.25
Réplica 1		0	0	0	0	3,800	8,800	28,200
Réplica 2		0	0	0	0	100	18,800	28,200
Réplica 3		0	0	0	0	0	28,200	28,200
Promedio		0	0	0	0	1,300	18,600	28,200

		Linezolid (mg/ml)						
		0.5	0.25	0.125	0.0625	0.0312	0.015	0.0007
Réplica 1		0	0	0	0	14,000	27,000	31,500
Réplica 2		0	0	0	0	15,000	28,000	42,600
Réplica 3		0	0	0	0	19,200	26,000	30,700
Promedio		0	0	0	0	16,067	27,000	34,933

		Combinación <i>L. tridentata</i> + linezolid (mg/ml)						
		2 + 0.06	1 + 0.03	0.5 + 0.015	0.25 + 0.0075	0.125 + 0.003	0.06 + 0.0015	0.03 + 0.0007
Réplica 1		0	0	6,300	9,000	20,100	*	*
Réplica 2		0	0	5,800	15,000	20,000	*	*
Réplica 3		0	0	10,000	20,000	19,800	*	*
Promedio		0	0	7,367	14,667	19,967	*	*

Fig. 1. Conteos de UFC en los diversos ensayos y combinaciones.

La inhibición empieza a desaparecer cuando la concentración de descende a 1 mg/ml. Como puede apreciarse, el promedio del crecimiento va en aumento a medida que el extracto se diluye. Resultados similares se pueden apreciar tratándose de Linezolid donde la inhibición se mantiene desde 0.5 hasta 0.0625 mg/ml. Es de llamar la atención que en la cepa ensayada se tiene crecimiento a concentraciones 0.015 y 0.03 mg/ml, siendo que los

estándares marcados por el CLSI para Linezolid cataloga como resistente a *S. aureus* si hay crecimiento a concentraciones mayores de 0.0008 mg/ml. Eso es indicativo de una gran resistencia a este antibiótico.

Para ensayar las combinaciones se tomó como punto de partida las concentraciones mínimas inhibitorias de cada antimicrobiano, así, como puede apreciarse en la tercera parte de la figura, la primera combinación fue 2 mg/ml de *L. tridentata* con 0.06 mg/ml de Linezolid. La siguiente combinación fue del 50 % de esta, y la siguiente el 25 %, etc.

La columna señalada con rosa en las tres partes de la imagen indica el nulo crecimiento de las cepas. En la siguiente columna, señalada en azul, se puede apreciar que hay crecimiento bacteriano a 1 mg/ml de *L. tridentata* y a 0.0312 mg/ml de Linezolid, pero, al combinar ambas concentraciones el efecto es totalmente inhibitorio. Igual comportamiento se puede apreciar en la siguiente columna resaltada en naranja, donde el crecimiento promedio para *L. tridentata* es de 18,600 ufc/ml y de 27,000 ufc/ml para Linezolid, sin embargo, en la combinación, la población decrece sustancialmente a tan solo 7,367 ufc/ml en promedio. Similar comportamiento se tiene en la subsiguiente combinación hasta que la inhibición desaparece y las colonias resultaron incontables (celdas marcadas con asterisco).

CONCLUSIONES

A pesar de que la cepa SARM ensayada muestra una gran resistencia a Linezolid, la combinación con los extractos de *L. tridentata* parecen tener una respuesta fuerte de inhibición, por lo que estudios más detallados pueden llevarse a cabo más adelante.

BIBLIOGRAFÍA

1. Enright, M. C., Robinson, D. A., Randle, G., Feil, E. J., Grundmann, H., Spratt, B. G. Proceedings of the National Academy of Sciences, 2002, 99(11), 7687-7692.
2. Gao, C., Fan, Y. L., Zhao, F., Ren, Q. C., Wu, X., Chang, L., & Gao, F. (2018). Quinolone derivatives and their activities against methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA). *Eur. J. Med. Chem.* 2018, 157, 1081-1095.
3. Hashemian, S. M. R., Farhadi, T., & Ganjparvar, M. Linezolid: a review of its properties, function, and use in critical care. *Drug Des Devel Ther*, 2018, 12, 1759.
4. Jian, Y., Lv, H., Liu, J., Huang, Q., Liu, Y., Liu, Q., & Li, M. (2020). Dynamic changes of *Staphylococcus aureus* susceptibility to vancomycin, teicoplanin, and linezolid in a central teaching hospital in Shanghai, China, 2008–2018. *Front. microbiol.* 2020, 11, 908.
5. Sadowy, E. Linezolid resistance genes and genetic elements enhancing their dissemination in enterococci and streptococci. *Plasmid*, 2018, 99, 89-98.
6. Hu, W., Li, C., Dai, J., Cui, H., & Lin, L. Antibacterial activity and mechanism of *Litsea cubeba* essential oil against methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA). *Ind Crops Prod.* 2019, 130, 34-41.
7. Fera, E. F., Peraza, G. T. T., Martínez, R. E. V., Rodríguez, L. E. R., Núñez, B. B., & Gil, A. B. Actividad antimicrobiana del Propol-5, un extracto etanólico de propóleos cubano. *Rev. Cuba. Farm.* 2021, 54(4).
8. Lozano-Guzmán, E., López-Guzmán, O. D., Bocanegra-Salazar, M., Davis-Figueroa, L. C., Cruz Flores, L. B. D. L., & Cervantes Flores, M. (2013). Interacción sinérgica de propóleo (Propolis) y orégano (*Lippia graveolens* Kunth s.l) contra *Staphylococcus aureus*. *Revista mexicana de ciencias farmacéuticas.* 2013, 44(4), 73-78.
9. Grajales-Conesa, J., Elías-Chirino, J., Lozano-Guzmán, E., Moreno-Cruz, F., Albores-Flores, V., & López-García, A. Actividad antimicrobiana de propóleos de abejas sin aguijón en combinación con ajo, *Allium sativum* (Amaryllidaceae). *Rev. Biol. Trop.* 2021, 69(1), 22-35.
10. CLSI (2014). Clinical and Laboratory Standards Institute, M100-S24, Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing; Twenty-Fourth Informational Supplement, 75.

CISQM-PN-CP02

La chaya aminora el daño provocado por la exposición a Arsénico

Eduardo Lozano Guzmán^{1*}, Francisco Javier Moreno Cruz¹, María Guadalupe Nieto Pescador¹, Ángel Antonio Vértiz Hernández², Adolfo Padilla Mendiola¹, Maribel Cervantes Flores¹

¹Facultad de Ciencias Químicas – Universidad Juárez del Estado de Durango.

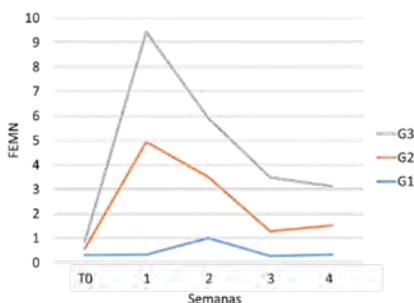
²Coordinación Académica Región Altiplano – Universidad Autónoma de San Luis Potosí

* Av. Veterinaria S/N, Col Valle del Sur, C.P. 34,000. Durango, Dgo.

elozano@ujed.mx

RESUMEN

El agua potable de la ciudad de Durango presenta altos contenidos de Arsénico (As) por lo que resulta un problema de salud pública. En este trabajo se propone como alternativa, para disminuir los daños genotóxicos, el consumo cotidiano de extractos de chaya. En el ensayo se expusieron a As a dos grupos de ratas Long Evans durante un mes y luego se le administraron, por un mes más, extractos de chaya acuosos (G2) y metanólicos (G3). Otro grupo sirvió como control (G1) y no se expuso a As. El daño por exposición se midió mediante el conteo de eritrocitos micronucleados. Los resultados muestran que durante el periodo de exposición hay un daño genotóxico manifestado en el aumento de eritrocitos micronucleados, pero al final del tratamiento el conteo disminuyó en un 70 % en promedio en ambos grupos tratados. En conclusión, el uso cotidiano de chaya como infusión puede ayudar a disminuir el daño por exposición a As.



INTRODUCCIÓN

Desde hace años se ha establecido el potencial genotóxico del Arsénico con daños severos que derivan en desarrollo de diabetes, taras genéticas o cáncer [1]. Una de las principales fuentes de exposición es el agua potable y, a pesar de que el cuerpo cuenta con mecanismos para combatir las especies que provocan estos daños, al parecer ya no son suficientes debido a las altas concentraciones que ingiere parte de la población, por tanto, se deben buscar otras alternativas que complementen nuestro sistema.

Desde hace décadas se ha visto que plantas, vegetales y frutos, poseen una gran cantidad de compuestos antioxidantes y protectores contra este tipo de daños. Uno de los lugares que enfrenta esta situación es Durango, donde los niveles de Arsénico en agua potable presentan hasta más del 500% de los niveles permitidos por las normas internacionales [2].

Por otro lado, la chaya (*Cnidoscolus aconitifolius*) ha sido estudiada por muchos años principalmente por sus efectos antidiabetogénicos [3-4], sin embargo, la información acerca de sus propiedades protectoras contra daño genotóxico y protección a arsenicismo es incipiente pero promisoria. En el presente estudio se evaluaron extractos de chaya, tanto acuosos como metanólicos, para verificar el efecto protector contra daño genotóxico por exposición a Arsénico en agua potable de la ciudad de Durango en un modelo murino.

METODOLOGÍA

Se usaron hojas de chaya secadas a la sombra por convección natural. Para el extracto acuoso se pesaron 2 gr y se hirvieron por 2 minutos en 300 ml de agua. Luego, el extracto se filtró y se aforó a un litro. Para el extracto metanólico, 2 gr de hoja seca fueron sonicados a 14 KHz por 15 min en 100 ml de metanol grado HPLC a 60 °C. Luego el extracto se filtró y se sometió a evaporación en rotoevaporador a vacío y 60 °C hasta sequedad. El residuo fue reconstituido en 1 L de agua. Se usaron también ratas Long Evans divididas en tres grupos. El grupo 1 sirvió como control, no recibió ningún extracto y no estuvo expuesto a As. Los grupos 2 y 3 fueron expuestos, previo al ensayo, a As en el agua de bebida (que es la misma que usa la población en general) por espacio de un mes. Estudios previos [5] han mostrado que el contenido de As en el agua de la ciudad de Durango es de hasta 50 ug/L, lo que equivale a cinco veces más la concentración permitida por las normas internacionales (OMS). Al final de este tiempo se suministraron los extractos por espacio de un mes más. Los extractos fueron reconstituidos en esta misma agua.

Para evaluar el daño genotóxico se tomaron muestras de sangre periférica antes de la exposición a As (t0). Luego, al iniciar el tratamiento, se tomaron muestras cada semana durante el mes tratamiento (t1, t2, etc.), para realizar el análisis de micronúcleos, el cual se cataloga como el ensayo más confiable para evaluar la inducción de aberraciones cromosómicas [6-7]. Los resultados se expresan como frecuencias de eritrocitos micro-nucleados por cada 10,000 eritrocitos contabilizados (FEMN). Con el fin de comparar los efectos se aplicaron pruebas ANOVA usando el paquete estadístico IBM-SPSS statistics v.22.

RESULTADOS

Como puede observarse en la Fig. 1, desde el tiempo cero (T0) hasta la semana 1, la FEMN en los grupos G2 y G3 fue en aumento debido a la exposición a As. Esto lo podemos deducir dado que el G1 no presenta este comportamiento debido a que se le suministro agua sin As.

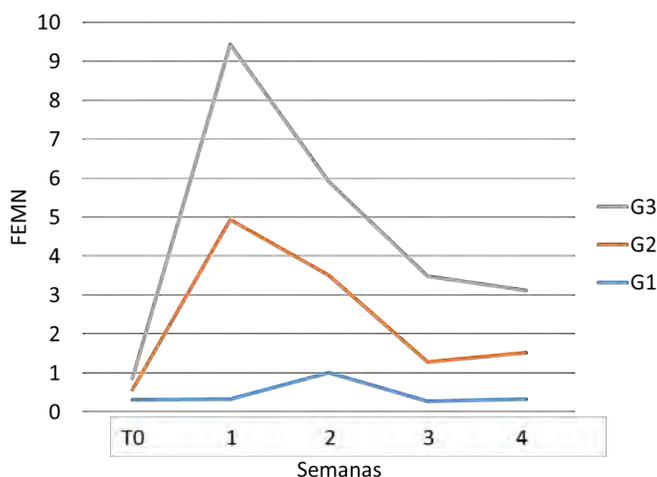


Fig. 1. Frecuencias de eritrocitos micronucleados por cada 10,000 (FEMN).

Sin embargo, hacia el final del estudio, la FEMN disminuyó aproximadamente en un 78 % en el extracto acuoso (G2) y un 64 % para el extracto metanólico (G3). Si bien la FEMN no llegó a ser la del conteo del grupo control es claro el efecto protector de ambos extractos. El análisis estadístico y prueba *post hoc* no arrojó diferencias significativas entre ambos extractos al final del estudio ($p > 0.05$).

Debido a la escasa información en este sentido es difícil explicar las causas y mecanismos que sustenten nuestros hallazgos. Sin embargo, se puede atribuir a la presencia de antioxidantes y polifenoles reportados en la chaya. En este sentido, [8] explica que los polifenoles pueden ejercer un efecto protector antioxidante por medio de la neutralización directa de radicales libres y de la quelación de metales, inhibiendo su efecto. Señalamientos similares en torno al uso de polifenoles hace [9]. Con todo, resta aun un buen campo de investigación para describir los mecanismos.

CONCLUSIÓN

El consumo de chaya, principalmente como bebida, puede proveer protección a daños genotóxico provocados por la exposición a Arsénico.

BIBLIOGRAFÍA

1. Hei, T. K., & Filipic, M. Role of oxidative damage in the genotoxicity of arsenic. *Free Radic. Biol. Med.* 2004,37(5), 574-581.
2. Armando Martínez-Cruz, D., Teresa Alarcón-Herrera, M., Reynoso-Cuevas, L., & Arturo Torres-Castañón, L. (2020). Variación espacio-temporal de arsénico y flúor en el agua subterránea de la ciudad de Durango, México. *Tecnología y ciencias del agua*, 2020,11(2).
3. Loarca Piña, G., Mendoza, S., Ramos Gómez, M. & Reynoso, R. Antioxidant, Antimutagenic, and Antidiabetic Activities of Edible Leaves from *Cnidosculus chayamansa* Mc Vaugh. *J. Food. Sci.* 2010, 75(2).
4. Guzmán, E. L., González, J. C. C., Flores, M. C., Carrillo, A. S., Pescador, M. G. N., & Cruz, F. J. M. Effect on hyperglycemia and pancreas cells of chaya aqueous extracts from two different regions in streptozotocin-induced diabetes rats. *Braz. J. Pharm. Sci.* 2021, 56.
5. Lozano GE., Salazar, M. B., Flores, M. C., Amador, D. R., Cruz, F. J. M., & Guzmán, O. D. L. Evaluación de daño genotóxico y neurotóxico en población expuesta a Fluor y Arsénico. *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas.* 2016, 47(2), 45-50.
6. Hayashi, M. The micronucleus test—most widely used in vivo genotoxicity test—. *Genes Environ.* 2016, 38(1), 18.
7. Carranza-López Liliana Patricia, cuantificación de micronúcleos en células de sangre periférica de mototaxistas que trabajan en la ciudad de Cartagena de Indias. Universidad Nacional de Colombia 2011. [Tesis on line], disponible en <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/7863>.
8. Rodríguez Ramiro, I. Mecanismos moleculares implicados en el efecto protector de los polifenoles de la dieta frente al estrés oxidativo y la inflamación: estudio en células intestinales y animales de experimentación. 2012. [Tesis on line], disponible en <https://eprints.ucm.es/id/eprint/19969/>.
9. Simón, G. P. Inducción de apoptosis por los agentes antitumorales mitocondriotóxicos trióxido de arsénico y Ionidamina y su modulación por agentes fenólicos naturales. 2013. [Tesis on line] disponible en <https://digital.csic.es/handle/10261/123539>.

CISQM-PN-CP03

Síntesis y caracterización de nanopartículas de oro preparadas con extracto de *Eucalyptus globulus* como antioxidantes naturales

Lidia Meléndez Balbuena, Franchescoli Didier Velázquez Herrera, Ismael Soto López, Mónica Cruz Hernández
Benemérita Universidad Autónoma de Puebla
Imbalbuena@hotmail.com

RESUMEN

En el presente trabajo se describe una ruta de síntesis eco-amigable para la preparación de nanopartículas de oro, con el empleo de un extracto de hojas de *Eucalyptus globulus*, que actúa como agente reductor del oro. Se prepararon y analizaron las nanopartículas de oro a diferentes valores de pH: 5, 7, 8 y 9, con la finalidad de estudiar el efecto que tiene este, en la forma y tamaño de las partículas. Las nanopartículas obtenidas se caracterizaron a través de mediciones de espectroscopia UV-Vis. Los espectros mostraron bandas intensas de absorción de un solo hombro alrededor de 540 nm, banda característica del plasmón de resonancia de nanopartículas de oro esféricas. La espectroscopia de Fuerza Atómica reveló la presencia de aglomerados de nanopartículas de plata semiesféricas con tamaños alrededor de 54 nm, según los datos arrojados de este estudio.

INTRODUCCIÓN

El oro ha sido uno de los materiales más preciados por el hombre desde la antigüedad por sus excelentes propiedades, entre las que destaca su hermoso color y brillo, su maleabilidad y su estabilidad química. En las últimas décadas, el interés por este material se ha incrementado, al encontrar que el oro en forma de nanopartículas presenta fenómenos físicos nuevos que incrementan su potencial tecnológico [1], por lo que la síntesis de nanopartículas de metales nobles, como el oro, ha cobrado gran importancia hoy en día, debido a sus múltiples aplicaciones como en planos médicos y tecnológicos. Esto se debe a que, en escalas nanométricas, las propiedades físicas y químicas, como la conductividad eléctrica, la reactividad, etc., de los nanomateriales, cambian con respecto a los materiales en bulto, magnificando sus propiedades. Además, sus propiedades ópticas son las responsables de los diferentes colores que son característicos del metal, su tamaño y su forma [2].

Debido a su gran importancia, en la actualidad han surgido diversos métodos para la síntesis de estos materiales a escala nanométrica, con un control sobre la forma y tamaño de las nanopartículas suficientemente bueno para ser empleadas en diversas aplicaciones, sin embargo, la mayoría de los métodos de síntesis son costosos y/o agresivos con el medio ambiente, por lo que se han buscado su síntesis con agentes reductores eco-amigables, como los extractos vegetales [3, 4]. Es por lo que, el objetivo de este trabajo es la síntesis de nanopartículas de oro empleando, como agente reductor del oro, el extracto de hojas de *Eucalyptus globulus*, como una alternativa de síntesis económica, sencilla y amigable con el medio ambiente, ya que no requiere de agentes reductores fuertes y tóxicos, ni de disolventes orgánicos.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Los reactivos químicos usados y sus concentraciones para la preparación de las nanopartículas de oro AuNPs fueron: $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a 1×10^{-3} M (Sigma-Aldrich), agua desionizada ($18 \text{ M}\Omega \text{ cm}^{-1}$) y extracto de hojas *Eucalyptus globulus*. Para el ajuste de pH, se adicionó al extracto, gotas de una disolución de hidróxido de sodio (NaOH) (J. T. Baker) 0.5 M.

Preparación de los extractos acuosos de *Eucalyptus globulus*

Se utilizaron las hojas eucalipto secas y trituradas, se procedió con la extracción mediante una metodología tradicional denominada infusión que consiste en una simple extracción sólido-líquido. Se tomaron 1.0 g del material vegetal molido y se pusieron en contacto con 100 mL de agua desionizada a 80 °C hasta obtener un volumen de 70 mL, se procedió con el filtrado con papel de poro fino.

Síntesis de Nanopartículas AuNPs

Para la síntesis de las nanopartículas de plata, la reacción se llevó a cabo a temperatura ambiente, adicionando 10 mL de la solución de $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a $1 \times 10^{-3} \text{ M}$ a una dilución preparada de agua/ extracto en una proporción de 29.5:5 (30 mL) a un pH = 5, 7, 8 y 9, las soluciones se mantuvieron a temperatura ambiente y bajo agitación constante por 15 minutos.

Caracterización de las nanopartículas de AuNPs

La síntesis de nanopartículas de oro se verificó mediante el análisis de cambio de color de la solución (lo cual se debe al fenómeno de resonancia de plasmones superficiales) [5] y mediante mediciones de espectrofotometría UV-Visible [6]. Para confirmar el tamaño y distribución de las nanopartículas metálicas obtenidas se caracterizaron por Microscopía de Fuerza Atómica AFM (Equipo JSPM-5200). El estudio topográfico realizado a las muestras permite a partir de imágenes determinar la presencia de las nanopartículas en forma de agregados, así como su morfología y sus intervalos de distribución de tamaño.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

De la adición de la sal de oro $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ al extracto de Eucalipto, se obtuvieron diluciones de diferentes colores dependiendo, fuertemente, del pH. Para el caso de pH = 5 adquiere un color rosa tenue, pH = 7 morada, pH = 8 morada azulosa y pH = 9 azul. Estos colores han sido reportados en la bibliografía como evidencia de la reducción del ion Au^{3+} a oro metálico Au^0 y la consecuente formación de las nanopartículas de oro AuNPs [7]. El color se presenta después de unos minutos de haber agregado el extracto de Eucalipto. Los diferentes colores obtenidos ponen de manifiesto que los tamaños de las nanopartículas de AuNPs obtenidas, son diferentes y que es afectado por la variación del pH.

En la Fig. 1, se aprecian los diferentes colores de las disoluciones obtenidas a diferentes pHs.



Fig. 1. Disoluciones de nanopartículas de oro obtenidas a pH 5, 7, 8 y 9.

Las mediciones de la espectroscopia UV-Vis de la disolución acuosa del oro después de entrar en contacto con el extracto vegetal de *Eucalyptus globulus* a pH = 5, 7, 8 y 9, revelan bandas intensas de absorción características de la resonancia del plasmón de nanopartículas de oro alrededor de 500 nm y 600 nm, atribuidas a su probable formación. En la Fig. 2, se aprecia el espectro de UV-Vis de las soluciones de nanopartículas de oro AuNps

preparadas a diferentes pH. Las bandas de absorbancia aparecen a diferentes longitudes de onda dependiendo del pH así, para la disolución a pH = 5 se observa la absorbancia a una longitud de 533 nm, para el pH = 7 de 543 nm, para pH = 8 de 555 nm y pH = 9 de 554 nm. Se aprecia que, a medida que el pH se incrementa, la longitud de onda en la que aparece el pico del plasmón es más grande, lo que significa que el tamaño de las nanopartículas va aumentando, siendo las nanopartículas de oro preparadas a pH = 5 las de menor tamaño.

Por otro lado, la forma de las bandas del plasmón de resonancia obtenidas, en todos los casos, presenta un solo hombro, por lo que se puede inferir que su morfología es esférica [8], de tamaño, probablemente, menor a los 100 nm. Mientras que, el ancho de las bandas revela que las nanopartículas de oro obtenidas son polidispersas, siendo menor esta polidispersidad para las disoluciones de las nanopartículas de oro preparadas a pH = 5.

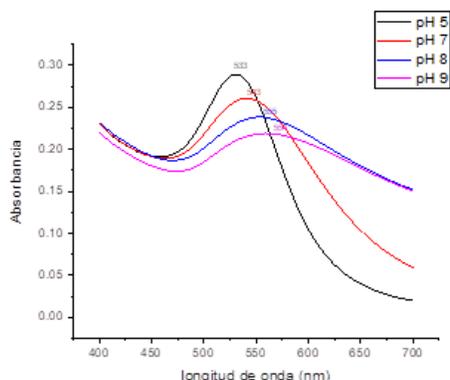


Fig. 2. Espectros UV-Vis de las disoluciones de AuNPs obtenidas con extracto de *Eucalyptus globulus* a diferentes pHs.

En la tabla 1, se precisan los datos obtenidos de los espectros de UV-Vis.

Tabla 1. Longitudes de onda correspondientes al pico del plasmón de las nanopartículas de oro AuNPs obtenidas a diferentes pHs con el extracto de *Eucalyptus globulus* como agente reductor del oro.

Extracto de <i>Eucalyptus globulus</i> a diferentes pH	Longitud de onda correspondiente al pico del plasmón. λ (nm)	Forma estimada de las nanopartículas
pH = 5	533	Esférica
pH = 7	543	Esférica
pH = 8	555	Esférica
pH = 9	554	Esférica

Para confirmar el tamaño, morfología y distribución de las nanopartículas de oro obtenidas, se caracterizaron por Microscopía de Fuerza Atómica AFM (Equipo JEOL JSPM-5200). En la Fig. 3, se observa la imagen AFM topográfica (2.18 μm x 2.18 μm x 43.4 nm) en modo "shaded" de las nanopartículas de oro obtenidas a pH = 8. En esta figura se aprecian partículas semiesféricas, diseminadas sobre la superficie de la oblea de silicio. Se observan zonas con agregados de nanopartículas que abarcan la parte central de la imagen, aunque también presenta zonas donde hay mayor dispersión de los agregados, con tamaños de nanopartículas semiesféricas del orden de 50 a 15 nm. El análisis de polidispersidad mostró por su parte que las partículas obtenidas con dicha disolución mostraron alta dispersión.

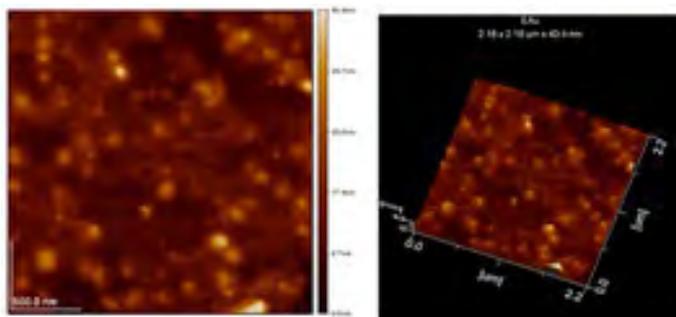


Fig. 3. Imágenes AFM topográfica (2.18 μm x 2.18 μm x 43.4 nm) en modo "shaded" de las nanopartículas de oro obtenidas a pH = 8.

En la Fig. 4 se muestra una ampliación de la misma zona de la película (1.03.0 μm x 1.03 μm x 31.7 nm), en la que se observa con mayor detalle la morfología semiesférica de las partículas, consistente con los resultados de los espectros de absorción electrónica en la región visible. Por otra parte, se confirma que son polidispersas, es decir, con tamaños diferentes, los cuales se aprecian en la imagen, y se confirma que hay diámetros de 15 nm hasta 50 nm, todas estas partículas se encuentran en un conglomerado.

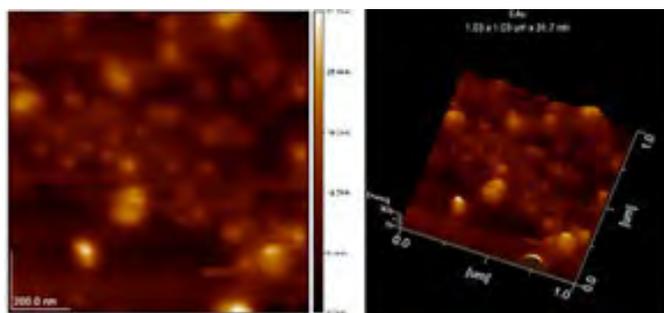


Fig. 4. Imágenes AFM topográfica (2.18 μm x 2.18 μm x 43.4 nm) en modo "shaded" de las nanopartículas de oro obtenidas a pH = 8.

CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos se puede concluir que es viable sintetizar nanopartículas a partir del extracto de *Eucalyptus globulus*, reduciendo los costos de manufactura y el impacto negativo al medio ambiente debido a que el agente reductor usado es de carácter natural.

Se obtuvieron nanopartículas de oro de morfología esférica a diferentes pHs, poniendo en evidencia el efecto del cambio del pH.

Cabe resaltar la necesidad de un estudio posterior por Microscopía de Fuerza Atómica AFM donde se evalúen de manera más exhaustiva el tamaño y forma de las nanopartículas de oro preparadas a pH 5, 7 y 9, ya que solo fue posible realizar el estudio a las preparadas a pH = 8. Cabe mencionar que nos encontramos realizando estudios que nos proporcionen información sobre su capacidad antimicrobiana de las nanopartículas obtenidas, así como el impacto del tamaño y forma de ellas.

REFERENCIAS

1. Ghosh, S.; Patil S.; Ahire M.; Kitture R.; Kale S.; Pardesi K, et al. *Int. J. Nanomed.* **2012**, 7, 483–96.

2. Jain, P.K.; Huang, X.; El-Sayed, I.H.; El-Sayed, M.A. *Acc. Chem. Res.* **2008**, *41*, 1578-1586.
3. García, L.V.; Rojo D. M.; Sánchez E. *Rev. Cubana Invest. Biom.* **2001**, *20*, 231-235.
4. Naczki, M.; Shahidi, F. *J. Pharm Biomed.* **2006**, *41*, 1523-1542.
5. Monge, M. *An. Quim.* **2009**, *105*, 33-41.
6. Cruz, D. A.; Rodríguez M.; López J, Herrera V. *Av. Cienc. Ing.* **2012**, *3*, 67-78.
7. Cornejo, L. Resonancia del plasmón de la superficie (RPS). 2015b. Consultado el 30 enero 2019, Disponible en: <https://nuevatecnologiasymateriales.com/resonancia-del-plasmon-de-la-superficie-rps-propiedades-optoelectronicas/>
8. Sosa, I. O.; Noguet†, C and Barrera R. G. *J. Phys. Chem.* **2003**, *26*, 6269–6275.

CISQM-PN-CP06

Aprovechamiento de las ondas ultrasónicas en la preparación de derivados tipo éster del ácido 2 α -hidroxieperuico

Francisco Juárez-Carrillo*, Julio C. Ontiveros-Rodríguez, Rosa E. del Río, Judit Aviña-Verduzco, Hugo A. García-Gutiérrez*

Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, UMSNH, Av. Universidad s/n, Edif. B-1, Ciudad Universitaria, Morelia 58030, Mich.

1419583d@umich.mx; hgarcia@umich.mx

RESUMEN

Ageratina petiolaris es una planta endémica de México con diferentes usos en la medicina tradicional, destacando su actividad para tratar trastornos estomacales, dolores musculares y como antidiabético. Dentro de los metabolitos secundarios más abundantes de esta planta se encuentran algunos ésteres del ácido 2 α -hidroxieperuico (**5**), un diterpeno tipo *ent*-labdano, el cual posee grupos funcionales que pueden explotarse mediante diferentes reacciones químicas que conduzcan a diversos derivados de este diterpeno. Una vez obtenido **5**, se procedió a la preparación de derivados esterificados a partir de la activación del grupo carbonilo mediante acoplamiento con *N,N'*-carbonildiimidazol (CDI), para generar el intermediario acil-imidazol, utilizando THF como disolvente. Posteriormente se agregó el alcohol, en este caso se utilizó fenol, alcohol de cinamilo y 4-bromofenol, con el objetivo de obtener los ésteres respectivos. Todo el proceso se llevó a cabo empleando ondas ultrasónicas. Los productos de reacción se purificaron por cromatografía en columna y se elucidaron con base en sus datos espectroscópicos de Resonancia Magnética Nuclear (RMN).

INTRODUCCIÓN

Un producto natural es todo compuesto de origen orgánico o inorgánico, que se encuentre en la naturaleza y que pueda ser procesado por el hombre. Considerando que provienen principalmente de plantas, hongos, bacterias y organismos marinos. Las plantas con atributos medicinales fueron las primeras medicinas utilizadas en forma empírica para la cura de enfermedades que padecía el hombre. A partir de las observaciones de los efectos terapéuticos de estos organismos vivos, se han empleado diversos procedimientos experimentales para la extracción, aislamiento y caracterización de diversos compuestos orgánicos que han demostrado efectos en el alivio de un amplio espectro de enfermedades. [1]

Por lo anterior resulta importante aislar los metabolitos secundarios de las diferentes partes de la planta, así como también llevar a cabo la obtención de nuevos derivados mediante diferentes modificaciones químicas, a partir de los cuales se pueden preparar compuestos que pueden resultar con interés biológico.

Datos bibliográficos han establecido que existe una infinita variedad de compuestos químicos en la naturaleza, y no todos poseen la misma función ni importancia en los organismos vivos. Paralelamente al aislamiento y determinación estructural de este tipo de diterpenos, productos del metabolismo secundario de las plantas, se han desarrollado numerosas investigaciones orientadas a determinar la actividad biológica y/o farmacológica que dichos productos pudieran exhibir. En la actualidad se conoce una amplia gama de actividades farmacológicas de los terpenos, como antimicrobiana, antifúngica, antiparasitaria, antiviral, antialérgicas, antidiabético, antiinflamatorio, antioxidante, quimioterapéutico, anticancerosas, antihiperlipidémicas, e inmunomoduladoras. [2]

Un ejemplo de ellos es el estudio realizado a *Gymnosperma glutinosum* de la cual se obtuvieron los extractos hexánico y metanólico de sus partes aéreas, los cuales fueron activos contra bacterias y hongos micelizados. En un estudio posterior se confirmó la actividad fungicida del extracto hexánico en el cual se reportó la presencia del (+)-(8S,13S,14R,15)-*ent*-labdanotetrol (**1**). [3] Así mismo, en los estudios fitoquímicos realizados a *Potamogeton pectinatus*, se identificaron diversas estructuras de las que destaca el 15,16-epoxi-12 oxo(17),13(16),14-*ent*-

labdatrien-19-oato de metilo (**2**), [4] un diterpeno ent-labdano con actividad alguicida efectivo contra *Raphidocelis subcapitata* (Fig. 1).

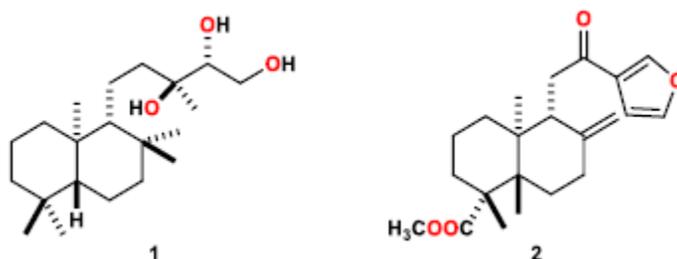


Fig. 1. Estructura de diterpenos con actividad biológica.

Las actividades biológicas que estos fármacos presentan se atribuyen principalmente a los diferentes grupos funcionales que tiene dentro de su estructura, de los cuales podemos mencionar el grupo éster, el cual también se encuentra presente en una gran cantidad de fármacos que hoy están comercialmente disponibles en el mercado. Debido a que existe una gran complejidad para llevar a cabo la formación de este tipo de grupos funcionales, se ha optado por la activación *in situ* mediante reactivos de acoplamiento tales como el *N,N'*-carbonildiimidazol (CDI) con el objetivo de lograr una conversión en grupos funcionales más reactivos, como lo es el intermediario acilimidazol que por ser una especie más reactiva favorece el ataque nucleofílico sobre el grupo carbonilo por parte de un alcohol obteniendo así los compuestos correspondientes (Fig.2). [5]

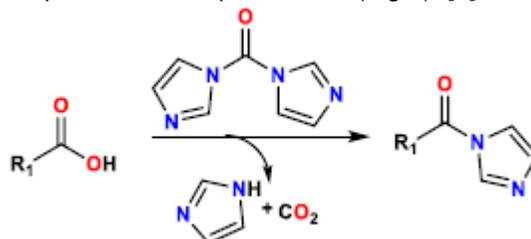


Fig. 2. Reacción del *N,N'*-carbonildiimidazol (CDI) con un ácido carboxílico.

Reportes en la literatura describen diferentes metodologías para la obtención de derivados esterificados, siendo la sonoquímica una de ellas. El aprovechamiento de las ondas ultrasónicas en reacciones químicas en solución proporciona una activación específica basada en el fenómeno de cavitación acústica la cual permite vencer las fuerzas de cohesión y adhesión dentro de un líquido, lo que conducirá a un aumento de la velocidad de reacción y por supuesto aumento del rendimiento de la misma.[6]

Algunos estudios fitoquímicos a los que ha sido objeto *Ageratina petiolaris*, han demostrado que los extractos menos polares poseen una gran variedad de compuestos, principalmente derivados de timol, lactonas sesquiterpénicas, cromenos, triterpenos y derivados de *ent*-labdano, como los ácidos diterpénicos 2 α -isovaleroxieperuico (**3**) y el 2 α -tigloiloxieperuico (**4**). Mediante hidrólisis alcalina (Fig. 3) de estos compuestos se puede obtener al ácido 2 α -hidroxieperuico (**5**), el cual es la materia de partida para la realización de este proyecto. [7]

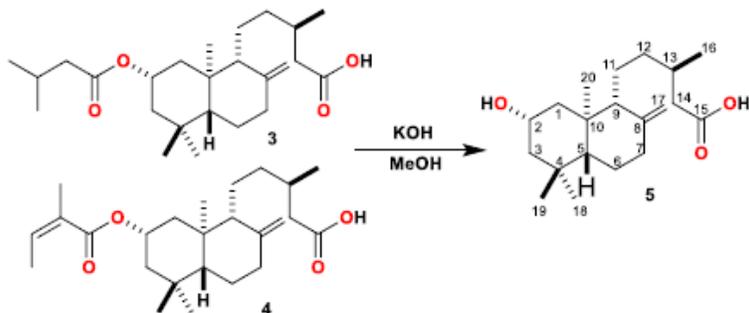


Fig. 3. Reacción de hidrólisis al extracto hexánico.

EXPERIMENTAL (MATERIALES Y MÉTODOS)

Para dar inicio a la presente investigación se colectaron las flores de *A. petiolaris* en el estado de Michoacán cuando esta se encontraba en etapa de floración. Se dejó secar a la sombra para su posterior procesamiento. Posteriormente, se obtuvo el extracto sometiendo a maceración las flores secas con 3 litros de hexano durante 7 días. El extracto hexánico se sometió a una hidrólisis alcalina obteniéndose el ácido 2 α -hidroxieperuico (5), como cristales incoloros en forma de aguja (Fig.4).



Fig. 4. Proceso de obtención del ácido 5.

La preparación de derivados esterificados 6, 7 y 8 se realizó en dos etapas. En un inicio se trató el ácido 5 con un agente activador como lo es el CDI en THF en atmosfera inerte de nitrógeno y se llevó a un baño de ondas ultrasónicas por un periodo de 90 minutos obteniendo así el intermediario acil-imidazol en el carbonilo de la posición C-15 del ácido. En una segunda etapa, en el mismo medio de reacción, se agregó el alcohol correspondiente, en este caso: fenol, alcohol de cinamilo y 4-bromofenol, dejando nuevamente en baño de ondas ultrasónicas por un periodo de 90 minutos. Los crudos de reacción se extrajeron con acetato de etilo y se purificaron mediante cromatografía en columna abierta (Fig. 5).

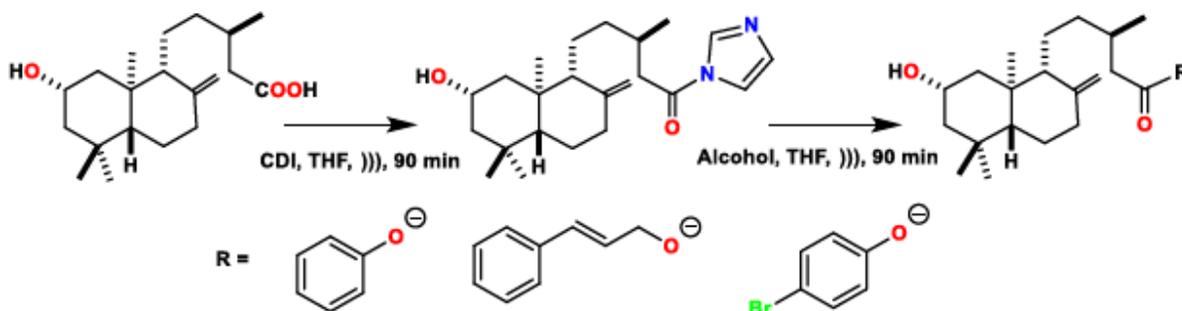


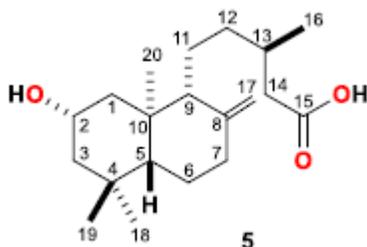
Fig. 5. Esquema general para la obtención de derivados tipo éster.

Así mismo, todos los productos de reacción se purificaron por cromatografía en columna abierta utilizando disolventes en orden ascendentes de polaridad hexanos:acetato de etilo, monitoreado mediante cromatografía en capa fina y se elucidaron con base en sus datos espectroscópicos de Resonancia Magnética Nuclear (RMN).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

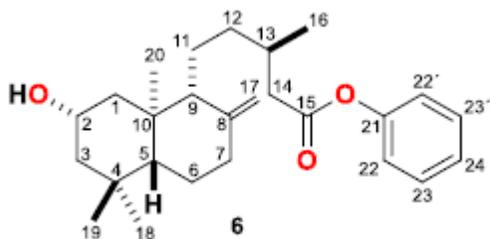
En el presente trabajo, describimos el aislamiento y caracterización del ácido 2 α -hidroxieperuico (**5**) y su uso en la preparación de nuevos derivados de tipo éster, mediante el aprovechamiento de las ondas ultrasónicas en atmosfera reducida de humedad obteniendo rendimientos moderados.

El compuesto **5** se obtuvo en forma de cúmulo de agujas incoloras con un punto de fusión de 127-128 °C, a partir de una hidrólisis básica sobre el enlace tipo éster de los ácidos diterpenicos **3** y **4**, que se encontraban en el extracto hexánico de flores de la especie vegetal *A. petiolaris*. El crudo de reacción se purificó mediante cromatografía en columna abierta, usando una fase estacionaria gel de sílice de 230-400 mallas y como fase móvil se utilizaron mezclas de hexano-acetato de etilo, en orden ascendente de polaridad. De las fracciones eluidas con hexano-acetato de etilo (6:4) se obtuvo al ácido 2 α -hidroxieperuico con 23 % de rendimiento, el cual se confirmó mediante sus datos espectroscópicos de ^1H y ^{13}C .

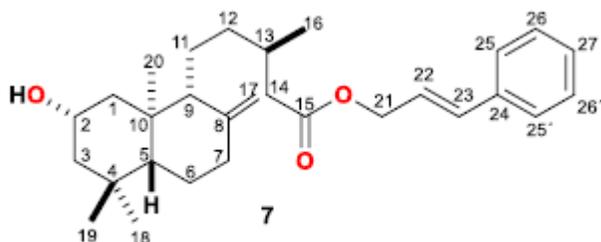


Agujas incoloras, p.f. 127-128 °C. RMN de ^1H (400 MHz, CDCl_3): δ 4.84 (1H, s, H-17a), 4.50 (1H, s, H-17b), 4.17 (1H, m, H-2), 2.39 (1H, m, H-7) 2.39 (1H, dd, $J = 14.7, 5.4$ Hz, H-14), 2.12 (1H, dd, $J = 14.7, 8.4$ Hz, H-14'), 1.95 (1H, m, H-7'), 1.94 (1H, m, H-13), 1.77 (1H, m, H-1), 1.71 (1H, m, H-6), 1.64 (1H, m, H-3), 1.61 (1H, m, H-1'), 1.57 (1H, m, H-9), 1.51 (1H, m, H-12), 1.49 (1H, m, H-3'), 1.48 (1H, m, H-11), 1.42 (1H, m, H-6'), 1.15 (1H, dd, $J = 12.5, 2.8$ Hz, H-5), 1.03 (1H, m, H-12'), 0.99 (3H, s, Me-18), 0.98 (3H, d, $J = 6.2$ Hz, Me-16), 0.92 (3H, s, Me-19), 0.91 (3H, s, Me-20); RMN de ^{13}C (100 MHz, CDCl_3): δ 178.9 (C=O, C-15), 148.0 (C, C-8), 107.0 (CH₂, C-17), 67.8 (CH, C-2), 57.6 (CH, C-9), 53.1 (CH, C-5), 46.4 (CH₂, C-3), 45.7 (CH₂, C-1), 41.3 (CH₂, C-14), 39.7 (C, C-10), 38.1 (CH₂, C-7), 36.0 (CH₂, C-12), 33.3 (CH₃, C-19), 33.0 (C, C-4), 30.9 (CH, C-13), 24.6 (CH₃, C-18), 24.5 (CH₂, C-6), 21.5 (CH₂, C-11), 19.9 (CH₃, C-16), 17.3 (CH₃, C-20).

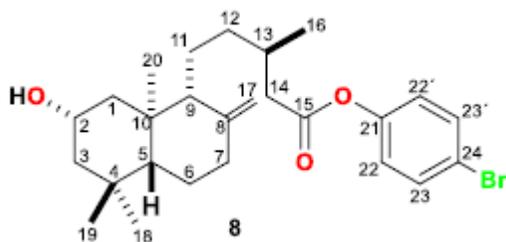
Se buscó una metodología en la que se involucraran menores etapas y tiempos de reacción, concluyendo que las mejores condiciones de reacción son las que se describen a continuación: Para la obtención de los derivados **6-8** se realizó en dos etapas. En la primera se partió de **5** colocándolo en un matraz balón de 5 ml, se adicionó 1.5 equivalentes de CDI y 2 mL de THF, la reacción se llevó a cabo en baño ultrasónico durante 90 min. Posteriormente en una segunda etapa en el mismo medio de reacción se adicionaron 3.0 equivalentes de fenol, alcohol de cinamilo o 4-bromofenol según corresponda, y se mantuvo en baño ultrasónico durante 90 min, todo el proceso se llevó a cabo en atmosfera inerte. Obteniendo rendimientos de 82, 70 y 67 % para **6**, **7** y **8**.



Miel color ámbar, RMN de ^1H (400 MHz, CDCl_3): δ 7.38 (2H, m, H-23 y H-23'), 7.22 (1H, m, H-24), 7.06 (2H, m, H-22 y H-22'), 4.87 (1H, s, H-17a), 4.54 (1H, s, H-17b), 4.15 (1H, m, Hz, H-2), 2.56 (1H, dd, $J = 14.6, 6.2$ Hz, H-14), 2.39 (1H, m, H-7), 2.36 (1H, dd, $J = 14.6, 8.2$ Hz, H14'), 2.07 (1H, m, H-13), 1.96 (1H, m, H-7'), 1.79 (1H, m, H-1), 1.72 (1H, m, H-6), 1.64 (1H, m, H-3), 1.59 (1H, m, H-1'), 1.59 (1H, m, H-11), 1.59 (1H, m, H-12), 1.58 (1H, m, H-9), 1.48 (1H, m, H-3'), 1.36 (1H, m, H-6'), 1.32 (1H, m, H-11'), 1.16 (1H, dd, $J = 12.3, 2.9$ Hz, H-5), 1.08 (1H, m, H-12'), 1.06 (3H, d, $J = 6.7$ Hz, H-16), 1.00 (3H, s, H-18), 0.93 (3H, s, H-19), 0.92 (3H, s, H-20); RMN de ^{13}C (100 MHz, CDCl_3) δ 171.7 (C-15), 150.7 (C-21), 148.0 (C-8), 129.4 (C-23 y C-25), 125.7 (C-24), 121.6 (C-22 y C-26), 107.0 (C-17), 67.8 (C-2), 57.7 (C-9), 53.2 (C-5), 46.6 (C-3), 45.8 (C-1), 41.7 (C-14), 39.7 (C-10), 38.1 (C-7), 36.0 (C-12), 33.3 (C-19), 33.0 (C-4), 31.3 (C-13), 24.6 (C-18), 24.5 (C-6), 21.5 (C-11), 19.9 (C-16), 17.3 (C-20).



Miel incolora, RMN de ^1H (400 MHz, CDCl_3) δ 7.39 (2H, m, H-25 y H-25'), 7.32 (2H, m, H-26 y H-26'), 7.27 (1H, m, H-27), 6.65 (1H, d, $J = 15.8$ Hz, H-23), 6.29 (1H, dt, $J = 15.8, 6.5$ Hz, H-22), 4.83 (1H, s, H-17a), 4.73 (2H, d, $J = 6.5$ Hz, H-21), 4.50 (1H, s, H-17b), 4.13 (1H, m, H-2), 2.37 (1H, m, H-7), 2.36 (1H, m, H-14), 2.15 (1H, dd, $J = 14.7, 7.9$ Hz, H-14'), 1.97 (1H, m, H-13), 1.92 (1H, m, H-7'), 1.77 (1H, dd, $J = 14.8, 5.3$ Hz, H1), 1.69 (1H, m, H-6), 1.62 (1H, m, H-3), 1.56 (1H, m, H-1'), 1.53 (1H, m, H-9), 1.51 (1H, m, H-11), 1.50 (1H, m, H-12), 1.44 (1H, m, H-3'), 1.39 (1H, m, H-6'), 1.35 (1H, m, H-11'), 1.14 (1H, dd, $J = 12.5, 2.8$ Hz, H-5), 0.99 (1H, m, H-12'), 0.99 (3H, s, H-18), 0.96 (3H, d, $J = 6.5$ Hz, H-16), 0.91 (3H, s, H-19), 0.9 (3H, s, H-20); RMN de ^{13}C (100 MHz, CDCl_3) δ 173.0 (C15), 148.0 (C-8), 136.2 (C-24), 134.1 (C-23), 128.5 (C-26 y C-28), 128.0 (C-27), 126.6 (25 y C29), 123.3 (C-22), 106.9 (C-17), 67.8 (C-2), 64.8 (C-21), 57.6 (C-9), 53.1 (C-5), 46.5 (C-3), 45.8 (C-1), 41.6 (C-14), 39.7 (C-10), 38.1 (C-7), 35.9 (C-12), 33.3 (C-19), 33.0 (C-4), 31.1 (C-13), 24.6 (C-18), 24.5 (C-6), 21.4 (C-11), 19.9 (C-16), 17.3 (C-20).



Miel incolora, RMN de ^1H (400 MHz, CDCl_3) δ 7.47 (2H, m, H-23 y H-23'), 6.96 (2H, m, Hz, H-22 y H-22'), 4.85 (1H, s, H-17a), 4.52 (1H, s, H-17b), 4.15 (1H, m, H-2), 2.54 (1H, dd, $J = 14.7, 6.0$ Hz, H-14), 2.39 (1H, m, H-7), 2.34 (1H, m, H-14'), 2.05 (1H, m, H-13), 1.95 (1H, m, H-7'), 1.78 (1H, m, H-1), 1.70 (1H, m, H-6), 1.63 (1H, m, H-3), 1.57 (1H, m, H-1'), 1.57 (1H, m, H-9), 1.57 (1H, m, H-12'), 1.55 (1H, m, H-11), 1.45 (1H, dt, $J = 12.9, 3.8$ Hz, H-3'), 1.40 (1H, m, H-6'), 1.38 (1H, m, H-11'), 1.15 (1H, dd, $J = 12.6, 3.8$ Hz, H-5), 1.05 (1H, m, H-12'), 1.04 (3H, d, $J = 6.7$ Hz, H-16), 0.99 (3H, s, H-18), 0.92 (3H, s, H-19), 0.92 (3H, s, H-20); RMN de ^{13}C (100 MHz, CDCl_3) δ 171.3 (C-15), 149.7 (C-21), 148.0 (C-8), 132.4 (C-23 y C-25), 123.4 (C-22 y C-26), 118.7 (C-24), 106.9 (C-17), 67.8 (C-2), 57.6 (C-9), 53.1 (C-5), 46.6 (C-3), 45.8 (C-1), 41.6 (C-14), 39.7 (C-10), 38.1 (C-7), 35.9 (C-12), 33.3 (C-19), 33.0 (C-4), 31.2 (C-13), 24.6 (C-18), 24.5 (C-6), 21.5 (C-11), 19.9 (C-16), 17.3 (C-20).

CONCLUSIONES

El empleo de una fuente de energía no convencional como lo son las ondas ultrasónicas, así como el uso de un agente activante como el CDI, resultan en una metodología eficaz para la obtención de los derivados tipo éster, ya que estos se obtuvieron con un aumento de rendimiento y en menores tiempos de reacción. Logrando obtener rendimientos del 67-82 % que considerablemente aumentaron en comparación con metodologías anteriormente propuestas para la obtención de dichos compuestos. La preparación de estos derivados aporta a la química de productos naturales nuevas estructuras además de que podrían tener importancia farmacológica la cual será interesante explorar *in silico* como primera aproximación, permitiendo anticipar la magnitud de las respuestas del sistema en estudio ante los derivados obtenidos que estarían en estudio.

AGRADECIMIENTOS

Proyecto realizado con el apoyo otorgado por CIC-UMSNH (6790306) y CONACYT Ciencia Básica (A1-S-47325).

REFERENCIAS

1. Firn, R. D.; Jones, C. G. *Nat. Prod. Rep.* **2003**, *20*, 382-391.
2. Aharoni, A.; Galili, G. *Curr. Opin. Biotechnol.* Wiley. **2011**, *22*, 239-244.
3. Hernández, T.; García-Bores, A. M.; Serrano, R.; Ávila, G.; Dávila, P.; Cervantes, H.; Peñalosa, I.; Flores-Ortiz, C. M.; Lira, R. *Rev. Espec. Cienc. Quím.-Biol.* **2015**, *18*, 116-121.
4. Waridel, P.; Wolfender, J-L.; Lachavanne, J-B.; Hostettmann, K. *Phytochemistry.* **2003**, *64*, 1309-1317
5. Verma, S. K.; Ghorpade, R.; Pratap, A.; Kaushik, M. P. *Tetrahedron Lett.* **2012**, *53*, 2373-2376.
6. Suslick, K. S.; Didenko, Y.; Fang, M. M.; Hyeon, T.; Kolbeck, K. J.; McNamara, W. B. III; Mdeleleni, M. M.; Wong, M. *Philos. Trans. R. Soc., A.* **1999**, *357*, 335-353.
7. Bustos-Brito, C.; Andrade-Cetto, A.; Giraldo-Aguirre, J.D.; Moreno-Vargas, A. D.; Quijano, L. J. *Ethnopharmacol.* **2016**, *185*, 341-346.

CISQM-PN-CP08

Comparación del potencial nutracéutico en hojas de kiwi bajo diferentes condiciones de secado

Jhusua David Reina-García¹, Diana Guerra-Ramírez², Juan Guillermo Cruz-Castillo³, Gustavo Almaguer-Vargas¹, Álvaro Castañeda-Vildozola⁴

¹Universidad Autónoma Chapingo (UACH), Departamento de Fitotecnia, Chapingo, Estado de México, México.

²Laboratorio de Productos Naturales, Departamento de Preparatoria Agrícola, UACH, Chapingo, Estado de México, México.

³UACH, Centro Regional Universitario Oriente, Huatusco, Veracruz, México.

⁴Universidad Autónoma del Estado de México (UAEM), Facultad de Ciencias Agrícolas, Toluca, Estado de México, México.

jhosuadavid11@hotmail.com

RESUMEN

El kiwi (*Actinidia chinensis*), especie nativa de China, es cada vez más popular debido que sus frutos tienen propiedades nutricionales y beneficiosas para la salud, Además, sus hojas se utilizan principalmente como alimento o aditivo en productos alimenticios y la medicina popular en China. El objetivo de este trabajo fue valorar el uso de hojas de kiwi, colectadas en el municipio de Huatusco, Veracruz, México, como una fuente de compuestos bioactivos, para proponer su uso en la preparación de infusiones. Los extractos polares de hojas de kiwi previamente deshidratadas por liofilización y secado convectivo fueron analizados para determinar la concentración total de compuestos fenólicos y flavonoides, así como las propiedades antioxidantes por los ensayos ABTS y FRAP. Los resultados evidenciaron que el contenido de compuestos bioactivos, no presentaron diferencias estadísticas significativas, lo que indica que ambos métodos de secado no infieren sobre las propiedades nutracéuticas en las hojas. Además, las hojas tienen cantidades similares de fenoles totales y capacidad antioxidante (ensayo ABTS) a las reportadas en hojas de té verde, negro entre otros procedentes de china y valores superiores en contenido de fenoles totales en hojas de uvas silvestres de Veracruz-México, convirtiéndose en una alterativa nutracéutica y posibilita el uso de sus hojas en el campo de la industria farmacéutica como una nueva fuente de antioxidantes.

CISQM-PN-PO01

Actividad anticancerígena *in vitro* de análogos del ácido meso-dihidroguaiarético

José Antonio Domínguez Chavarría¹, Karen Y. Reyes-Melo¹, Karen Chávez-Villareal¹, Ana L. Vásquez-Ramírez¹, Abraham García¹, Claudio Cabral-Romero², Francisco G. Ávalos-Alanís¹, **María del Rayo Camacho-Corona**^{1*}

¹Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Nuevo León. Av. Universidad S/N, Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, N.L. C.P. 66455.

²Facultad de Odontología, Universidad Autónoma de Nuevo León. Av. Universidad S/N, Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, N.L. C.P. 66455.

maracamcor@uanl.edu.mx

RESUMEN

El ácido meso-dihidroguaiarético, un lignano aislado de *Larrea tridentata*, tiene propiedades antitumorales. Se han obtenido y evaluado diferentes análogos en cuanto a su efecto antitumoral "*in vitro*", así como determinado índice de selectividad para obtener nuevos agentes quimioterapéuticos más efectivos y seguros. Se probaron 16 análogos frente a cinco líneas de células tumorales. Hasta ahora, un derivado del tipo éster ha mostrado una actividad similar a la doxorubicina positiva contra las células cancerosas de mama MCF-7. Además, un aminoéter fue más activo que la doxorubicina contra las células de cáncer de pulmón A549. Por lo tanto, se procederá a determinar su posible mecanismo de acción.

CISQM-PN-PO03

Platillos tradicionales preparados a base de begonias

Diana Guerra Ramirez¹, Alejandra Ramírez Gonzalez², Ernestina Cedillo Portugal¹, José María Cunill Flores³, Daniela González Castillo³, Jesús Ricardo de Santiago Gómez⁴, Paola Díaz Barrios⁴, Irma Salgado Escobar⁵, Guillermina Hernández Rodríguez¹

¹Departamento de Preparatoria Agrícola Universidad Autónoma de Chapingo.

²Tecnológico de Estudios Superiores de Chimalhuacán.

³Universidad Politécnica Metropolitana de Puebla.

⁴Universidad Nacional Autónoma de México.

⁵Departamento de Ciencias, Tecnológico de Monterrey, Campus Ciudad de México.

dguerrar@chapingo.mx; correoescolar@gmail.com

RESUMEN

En muchas comunidades indígenas de México, el uso de plantas silvestres comestibles es una práctica vigente. La falta de conocimientos sobre los beneficios del consumo de estos recursos podría ocasionar una pérdida de identidad cultural y desapego a las tradiciones gastronómicas. El objetivo de este trabajo fue analizar platillos tradicionales elaborados a base de peciolos de las plantas del género *Begonia*, por miembros de la comunidad de Ecatlán, Municipio de Jonotla, Puebla. Para cada platillo se evaluaron: contenido de proteína, capacidad antioxidante y perfil de ácidos grasos. Los porcentajes de proteínas, en base seca, se encontraron entre 15.18-31.40 %, respectivamente. El intervalo del contenido fenólico total fue 1.11-2,25 mg g⁻¹, todos los platillos mostraron capacidad antioxidante por los ensayos FRAP y ABTS. Los porcentajes de ácidos grasos insaturados fueron superiores al 30 % y predominó el ácido oleico. Los platillos analizados, tienen propiedades nutricionales importantes y compuestos fenólicos que podrían estar relacionados con sus propiedades antioxidantes.

INTRODUCCIÓN

Las plantas comestibles silvestres, constituyen una fuente de alimentación para muchas comunidades indígenas. El conocimiento sobre el uso de diversas especies presentes en sus ecosistemas se ha transmitido de generación en generación. En general, los recursos fitogenéticos son conservados y valorados por sus poseedores. Sin embargo, el deterioro de la biodiversidad por factores como el uso de sustancias químicas para la producción intensiva de alimentos, la urbanización y el cambio climático, han llevado a la pérdida del conocimiento tradicional asociado al uso de plantas silvestres para la elaboración de las dietas de muchos pueblos indígenas y rurales [1]. Las distintas afectaciones han llevado a que la población rural e indígena cambie su dieta variada a una dieta y un estilo de vida monótonos y de pobre calidad nutricional, mismos que se refleja en los altos índices de desnutrición [2].

El presente estudio tiene la intención de aportar información sobre la calidad nutricional y el potencial nutraceutico del platillo tradicional elaborado a base de los peciolos de diferentes especies de begonias, elaborados por cuatro diferentes familias de la comunidad de Santiago Ecatlán, Municipio de Jonotla, Puebla. La información generada podría contribuir a la valoración y conservación del conocimiento tradicional sobre el uso de las distintas plantas utilizadas en la preparación de dicho alimento.

MATERIALES Y MÉTODOS

Preparación de las muestras

Los platillos de Xocoyol fueron obtenidos de cuatro diferentes familias de la comunidad de Ecatlán, Jonotla, Puebla, quienes estuvieron de acuerdo en ser entrevistados durante la elaboración de dicho alimento. En la preparación se

utilizaron ingredientes básicos como frijol, manteca o aceite vegetal, los peciols de begonias de diferentes especies y cebollina. Otros ingredientes que variaron dependiendo de cada persona fueron: cilantro o cilantro exytranjero (*Eringium foetidum*), tequelite pequeño o grande (*Peperomia peltimba* o *Peperomina maculosa*). De cada guiso se tomó una muestra de aproximadamente un cuarto de kilo. Las muestras se conservaron en congelación y posteriormente se liofilizaron.

Reactivos e Instrumentación

Los reactivos Folin-Ciocalteu carbonato de sodio anhidro, 2,2-difenil-1-picrilhidrazilo (DPPH), acetato de sodio trohidratado, 2,4,6-tris(2-pyridil)-s-triazina (TPTZ), cloruro férrico hexahidratado, quecetina persulfato de potasio y los ácidos 6-hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcromane-2-carboxílico (Trolox), gálico y 2,2-azino-bis(3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico) (ABTS) fueron comprados de Sigma-Aldrich (St. Louis, Missouri, USA). Cloruro de aluminio y aceto de potasio fueron adquiridos de Fermont S.A. de C.V. and Meyer S.A. de C.V., Mexico, respectivamente.

Para la medición de las absorbancias se utilizó un equipo lector de microplacas (software Gen5, Biotek Instruments Inc., Winooski, Vermont, USA). Los ésteres metílicos de ácidos grasos se analizaron en un cromatógrafo de gases (6890, Agilent, Santa Clara, California, USA) con una columna ATSilar (0.25 mm i.d. x 30 m x 0.25 µm, Croydon, England), y un detector de ionización de flama.

El contenido de proteínas se determinó en las muestras liofilizadas y molidas según el método 2001.11 (usando N x 6.25), de la AOAC [3]

Propiedades antioxidantes

Para evaluar las propiedades antioxidantes, las muestras previamente liofilizadas y molidas se mezclaron con metanol al 80 % y se siguió el método de extracción propuesto por Hernández-Rodríguez et al. [4]. A partir de cada extracto se cuantificaron las concentraciones de fenoles y flavonoides totales y la capacidad antioxidante. Cada muestra se analizó por triplicado.

Los fenoles totales se cuantificaron por el método de Folin-Ciocalteu adaptado a microplacas [5, 4]. La curva de calibración de ácido gálico se preparó en un rango de concentraciones de 0.005 a 0.027 mg/mL. Los resultados se expresados en miligramos equivalentes a ácido gálico por gramo de muestra en base seca.

Los flavonoides totales se determinarán de acuerdo con el procedimiento Kubola and Siriamornpun [6] y se midieron las absorbancias a 510 nm. Los resultados se expresaron como miligramos equivalentes de catequina por gramo de muestra en base seca. El intervalo de la curva de calibración de catequina fue de 0.7 a 34.5.

La capacidad antioxidante (CA) del extracto se determinó mediante los ensayos del ácido 2,2-azino-bis(3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico) (ABTS), Re et al. [7] y el poder antioxidante reductor férrico (FRAP) [8], adaptados a las microplacas. Los resultados se expresaron en micromoles equivalentes de trolox por gramo de muestra en base seca.

Perfil de ácidos grasos

Una muestra de cada platillo, previamente liofilizada y molida (3 g) fue macerada (48 h) con hexano. Después, el hexano fue eliminado a presión reducida en un evaporador rotatorio (R-300, Büchi, Flawil, Suiza) para obtener el aceite. Los ésteres metílicos de los ácidos grasos fueron obtenidos por esterificación y transesterificación del aceite [9]. Las condiciones del cromatógrafo de gases y analizados por cromatografía de gases fueron las siguientes: temperatura inicial del horno fue de 170 °C con rampas de 10 °C por min hasta una temperatura final de 240 °C. Las temperaturas del inyector y del detector se fijaron en 250 °C y se utilizó gas hidrógeno a un flujo de 1,8 mL min⁻¹. Los resultados se expresaron como porcentaje del área (% área).

Análisis estadístico

Los resultados presentados corresponden al valor promedio de tres repeticiones \pm desviación estándar y se analizaron mediante ANOVA. Para la comparación de medias se utilizó la prueba de Tukey y las diferencias se consideraron significativas a $p \leq 0,05$. Se utilizó el programa SAS 2005 (Instituto SAS, Cary, Carolina del Norte, EE. UU.).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la Tabla 1 se muestran los resultados sobre el contenido de proteínas y las propiedades antioxidantes de los platillos tradicionales preparados a base de los peciolos de Begonias. Como se muestra, el platillo 2 se muestra una diferencia estadísticamente significativa ($P \leq 0.05$) mayor en el caso del contenido de proteínas. De acuerdo con la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO) el consumo de 100 g del alimento bajo estudio aporta alrededor de un 46 % de los requerimientos diarios de proteínas. Por otro lado, el contenido de compuestos bioactivos, como los compuestos fenólicos, están relacionados con la prevención de enfermedades cardiovasculares e inmunológicas, cáncer, diabetes, entre muchas otras [11]. La presencia de fenólicos, en especial flavonoides podrían estar asociada al uso de las plantas aromáticas utilizadas para mejorar el sabor de este alimento.

Tabla 1. Porcentaje de proteínas, Contenido fenólico total (CFT), flavonoides totales (FT), capacidad antioxidante (ABTS, FRAP) de los platillos tradicionales de Ecatlán Puebla a base peciolos de Begonias.

Platillos	Proteína (g 100 g ⁻¹)	CFT (mg EAG g _{bs} ⁻¹)	FT (mg EC g _{bs} ⁻¹)	ABTS (μ mol ET g _{bs} ⁻¹)	FRAP (μ mol ET g _{bs} ⁻¹)
1	15.18 b \pm 0.03	2.25 a \pm 0.00	1.05 a \pm 0.01	97.45 ab \pm 5.79	11.11 b \pm 0.8
2	31.40 a \pm 0.58	1.11 c \pm 0.03	0.75 b \pm 0.04	81.71 b \pm 5.40	0.32 c \pm 0.01
3	16.10 b \pm 0.42	1.14 bc \pm 0.02	0.30 c \pm 0.01	78.17 b \pm 1.62	0.10 c \pm 0.01
4	15.59 b \pm 0.40	1.92 b \pm 0.08	0.66 b \pm 0.11	118.97 a \pm 20.68	23.87 a \pm 1.20

Valores con la misma letra dentro de las columnas son estadísticamente iguales en la prueba de Tukey ($p \leq 0.05$) \pm desviación estándar.

El perfil de ácidos grasos de los alimentos estudiados se muestra en el Tabla 2, como se observa existe un predominio de ácidos grasos insaturados (55.29-84.44 %), de los cuales, el ácido oleico se encuentra en un rango de 38.21 a 55.64 %. También se encuentra presente el ácido linoleico es importante en la dieta humana porque reduce el riesgo de enfermedades cardiovasculares. enfermedades y la incidencia de diabetes tipo II (Abugoch-James, 2009). Como se observa, el platillo número 2 contiene un mayor porcentaje de ácidos grasos insaturados, esto puede deberse a que la preparación de dicho alimento se llevó a cabo utilizando aceite en lugar de manteca.

Tabla 2. Perfil de ácidos grasos de platillos tradicionales conocidos como Xocoyol.

Saturados						Insaturados					
platillos	(C16:0)	(C18:0)	(C18:0)	(C22:0)	Total	(C16:1)	(C18:1)	(C18:2)	(C18:3)	total	NI
% de area						% de area					
1	23.43	15.52	0.30	ND	39.25	1.71	38.21	14.00	1.37	55.29	5.46
2	5.66	2.49	0.80	0.57	8.95	0.24	55.64	19.12	9.44	84.44	6.61
3	22.54	13.30	0.25	ND	36.09	1.54	35.42	18.98	2.43	58.37	5.54
4	23.85	13.46	0.27	ND	37.58	1.78	42.50	10.96	1.57	56.81	5.61

NI: no identificados, ND; no detectado

CONCLUSIONES

Los resultados de este estudio demostraron que el platillo tradicional elaborado a base de peciolos de begonias posee una buena calidad alimenticia y un potencial nutracéutico debido a la presencia de compuestos fenólicos y a su capacidad antioxidante.

Es importante dar a conocer esta información a las comunidades poseedoras de este importante recurso fitogenético para seguir fomentado su conservación y consumo.

REFERENCIAS

- <https://www.biodiversityinternational.org/why-agricultural-biodiversity-matters-traditional-knowledge/>, revisado en Julio de 2022.
- Popkin; B. M.; Adair, L. S.; Ng, S. W. *Nutrition Rev.* **2012**, *70*, 3–21. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1753-4887.2011.00456.x>
- Official methods of analysis of AOAC International *Association of Official Analytical Chemists* **1998**, 16th ed. Gaithersburg, Maryland, USA.
- Hernández-Rodríguez, G.; Espinosa-Solares, T.; Hernández-Eugenio, G.; Villa-García, M.; Reyes-Trejo, B.; Guerra-Ramírez, D. *J. Mex. Chem. Soc.* **2016**, *60*, 73-78. DOI: <https://www.redalyc.org/pdf/475/47546935005.pdf>
- Singleton, V. L.; Rossi, J. A. *Am. J. Enol. Vitic.* **1965**, *16*, 144-158.
- Kubola, J.; Siriamornpun, S. *Food Chem.* **2011**, *127*, 1138-1145. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.01.115>
- Re, R.; Pellegrini, N.; Protegente, A.; Pannala, A.; Yang, M.; Rice-Evans, C *Free Radicals Biol. Med.* **1999**, *26*, 1231-1237. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/s0891-5849(98)00315-3)
- Benzie, I. F.; Strain, J. J. *Anal. Biochem.* **1996**, *239*, 70-76. DOI: <https://doi.org/10.1006/abio.1996.0292>
- López-Yerena, A.; Guerra-Ramírez, D.; Jácome-Rincón, J.; Espinosa-Solares, T.; Reyes-Trejo, B.; Famiani, F.; Cruz-Castillo, J. G. *Food Chem.* **2018**, *245*, 879-884. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.11.088>
- <https://www.fao.org/3/k6050s/k6050s.pdf>, revisado en Julio de 2022.
- Tang, Y.; Tsao, R. *Mol. Nutr. Food Res.* **2017**, *61*, 1600767. DOI: <https://doi.org/10.1002/mnfr.201600767>
- Abugoch-James; L. E. *Adv. Food Nutr. Res.* **2009**, *58*, 1-31. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1043-4526\(09\)58001-1](https://doi.org/10.1016/S1043-4526(09)58001-1)

CISQM-PN-PO05

Análisis de la reactividad de los hidroxilos C-2 y C-3 del ácido alfitólico

Luis J. Calvillo-Carranza*, Adriana Méndez-Ochoa, Rosa E. del Río, Julio C. Ontiveros-Rodríguez, Judit Aviña-Verduzco, Ramón Guzmán-Mejía, Lidia Beiza-Granados, Hugo A. García-Gutiérrez**
Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Edificio B-1
Cd. Universitaria, Morelia, Michoacán, 58030 México.
*0801831k@umich.mx; **hgarcia@umich.mx

RESUMEN

La planta *Ceanothus caeruleus* es una especie vegetal que crece en el bosque de pino y encino en el estado de Michoacán, en la medicina tradicional se ha utilizado como febrífugo, también para tratar infecciones de la garganta y algunas enfermedades de tipo venéreo. Del extracto clorofórmico de las hojas se obtuvo al ácido alfitólico (**1**), un triterpeno pentacíclico de tipo lupano, mismo que se hizo reaccionar con tres diferentes cloruros de ácido, el cloruro de 4-fluorocinamoilo, el cloruro de 2-clorocinamoilo y el cloruro de benzofuran-2-carbonilo en piridina y baño de vapor obteniendo los derivados monosustituídos **2-4**.

INTRODUCCIÓN

Los triterpenos son metabolitos secundarios que presentan actividad biológica relevante como anti-tumorales, anti-VIH, anti-microbianos, así como hepato y cardioprotectores. [1] El ácido alfitólico (**1**) es un triterpeno pentacíclico de tipo lupano, que se aísla de *Ziziphus jujuba* y *C. caeruleus* ambas especies pertenecientes a la familia Rhamnaceae. [2-4] Existen reportes que indican que al modificar la estructura de los derivados del lupano por la incorporación de ciertos fragmentos moleculares, algunos de ellos con anillos aromáticos, mejora su actividad citotóxica frente a líneas celulares de cáncer. [5] Por lo anterior resulta de interés preparar derivados del ácido alfitólico que contengan tanto la parte triterpénica como una parte aromática.



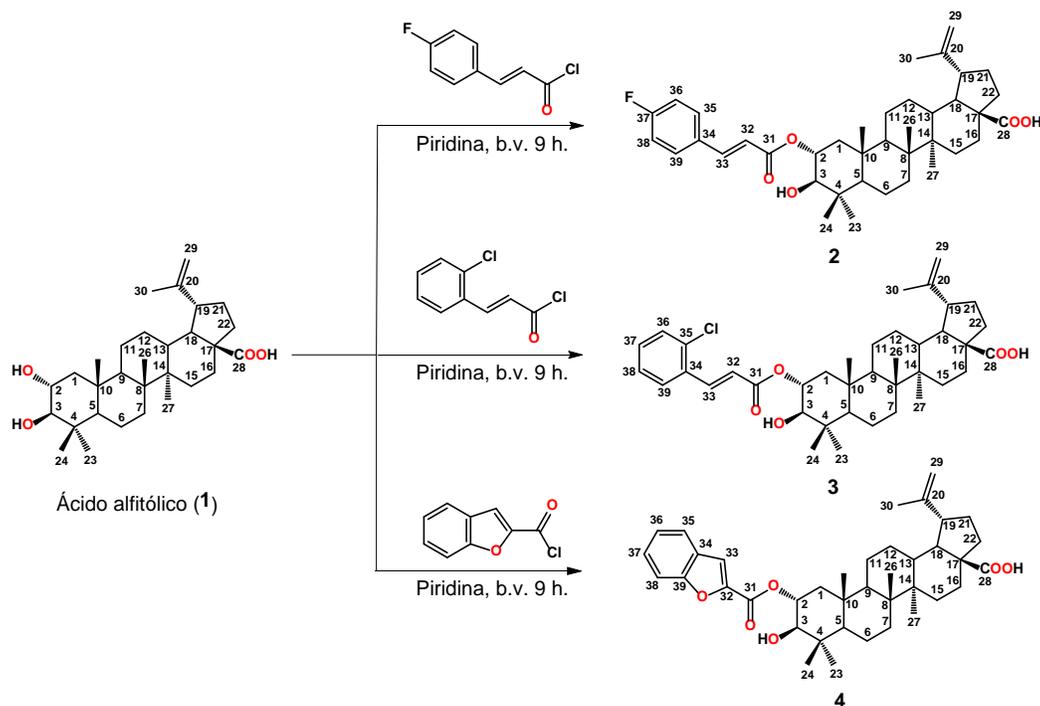
Fig. 1. Floración de *Ceanothus caeruleus*.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Los especímenes de *Ceanothus caeruleus* se colectaron a la orilla de la carretera Pátzcuaro-Apatzingán en el km 29 en el estado de Michoacán. Fueron separados en sus diferentes partes: raíz, tallo, hojas y flores, las cuales se dejaron secar a la sombra. Posteriormente, se obtuvo el extracto clorofórmico de las hojas mediante maceración por siete días. De este mismo extracto, mediante cromatografía en columna abierta empacada con gel de sílice 70-230 mallas, en la polaridad 1:1 Hex-AcOEt se obtuvo el ácido alfitólico (**1**) como un sólido blanco, poco soluble en cloroformo y parcialmente soluble en acetona y metanol. Este fue identificado mediante cromatografía en capa fina y RMN.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La reacción del ácido alfitólico (**1**) con los cloruros de 4-fluorocinamoilo, 4-clorocinamoilo y benzofuran-2-carbonilo, condujo a la esterificación en el hidroxilo de C-2 (Esquema 1). Procedimiento efectuado a través del tratamiento de **1** en piridina y los cloruros en baño de vapor para dar los derivados **2-4**.



Esquema 1. Condiciones de reacción para la formación de los derivados **2-4** a partir del ácido alfitólico (**1**).

En el espectro de RMN de ^1H de **2** se observó en 7.63 ppm una señal doble ($J = 16.0$ Hz) debida al protón del sistema AX H-33. En 7.50 ppm resaltó una señal múltiple para los protones aromáticos H-36 y H-38. En 7.04 ppm se asignó una señal triple ($J = 8.6$ Hz) correspondiente a los protones del sistema bencénico H-35 y H-39. En 6.35 ppm se mostró una señal doble ($J = 16.0$ Hz) también para el protón del sistema AX H-32. En 5.08 ppm se observó una señal múltiple que anteriormente se encontraba aproximadamente por 3.00 ppm debida al hidrógeno H-2. En 4.72 y 4.58 ppm resaltaron dos señales simples para los protones del isopropileno característico de un sistema triterpénico de tipo lupano H-29 y H-29'. En el desplazamiento de 3.26 ppm se asignó una señal doble ($J = 10.0$ Hz) para H-3. En 2.76 ppm se observó una señal múltiple para el hidrógeno H-19. En 1.67 ppm se asignó una señal simple que integró para tres hidrógenos correspondiente al Me-30. Por su parte entre 1.12 y 0.80 ppm se observaron cinco señales simples que integraron para tres hidrógenos cada una, correspondientes a los metilos Me-23 a Me-27.

En el espectro de RMN de ^1H de **3** se observó en 8.10 ppm la señal (d, $J = 16.0$ Hz) debida al protón del sistema AX H-33. En 7.61 ppm resaltó la señal (dd, $J = 7.6, 2.4$ Hz) para el hidrógeno aromático H-36. En 7.42 ppm se asignó la señal (dd, $J = 7.9, 1.6$ Hz) correspondiente al protón bencénico H-39. En el desplazamiento de 7.31 ppm se observaron dos señales traslapadas correspondientes a los protones aromáticos H-37 y H-38. En 6.42 ppm se mostró una señal (d, $J = 16.0$ Hz) también para el protón del sistema AX H-32. En 5.03 ppm se observó una señal múltiple que anteriormente se encontraba aproximadamente por δ 3.00 debida al hidrógeno H-2. En 4.72 y 4.59 ppm resaltaron dos señales simples para los protones del isopropileno característico del esqueleto tipo lupano H-

182

29 y H-29'. En δ 3.28 se observó la señal (d, $J = 10.0$ Hz) para H-3. En 3.00 ppm se asignó una señal múltiple para el hidrógeno H-19. En 1.68 ppm resaltó una señal simple que integró para tres hidrógenos correspondiente al Me-30. Por su parte en 1.06 ppm se encontró una señal simple que integró para tres hidrógenos correspondiente al Me-25. En 0.98 ppm resaltó una señal simple que integró para seis protones correspondiente a los Me-24 y Me-26. En 0.95 y 0.88 ppm se observaron dos señales simples que integraron para tres hidrógenos cada una, correspondientes a los metilos, Me-23 y Me-27, respectivamente.

En el espectro de RMN de ^1H de **4** se observó en 7.68 ppm una señal doble ($J = 8.2$ Hz) debida al protón H-38. En 7.59 ppm resaltó una señal doble ($J = 8.2$ Hz) para el hidrógeno H-35. En 7.52 ppm se asignó una señal simple correspondiente al protón H-33. En los desplazamientos de 7.45 (t, $J = 7.8$ Hz) y 7.31 (t, $J = 7.8$ Hz) ppm se observaron dos señales correspondiente a los protones H-37 y H-36. En 5.25 ppm se observó una señal múltiple que anteriormente se encontraba aproximadamente por 3.00 ppm debida al hidrógeno H-2. En 4.72 ppm y 4.58 ppm resaltaron dos señales simples para los protones del isopropileno característico del esqueleto tipo lupano H-29 y H-29'. En el desplazamiento de 3.39 ppm se observó una señal doble ($J = 10.0$ Hz) para H-3. En 3.00 ppm se asignó una señal múltiple para el hidrógeno H-19. En 1.66 ppm resaltó una señal simple que integró para tres hidrógenos correspondiente al Me-30. Por su parte en 1.08, 1.01, 0.98, 0.95 y 0.91 ppm se encontraron cinco señales simples que integraron para tres hidrógenos correspondiente a los Me-27, Me-23, Me-25, Me-24 y Me-26, respectivamente.

CONCLUSIONES

Los cloruros de ácido utilizados para la derivatización del ácido alfitólico (**1**) reaccionaron únicamente en el hidroxilo con posición en C-2, lo que nos muestra que este hidroxilo es más reactivo que el que se encuentra en C-3, siendo una posición neopentílica tomando en cuenta C-5 y el *gem*-dimetilo, generando solamente los derivados esterificados **2-4**.

AGRADECIMIENTOS

Proyecto realizado con el apoyo otorgado por CIC-UMSNH (6790306) y CONACYT Ciencia Básica (A1-S-47325).

REFERENCIAS

1. Flores, A. C. Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas 2013, 44, 7-16.
2. Ganapaty, S.; Thomas, P. S.; Ramana, K. V.; Karagianis, G.; Waterman, P. G. Naturforsch 2006, 61, 87-92.
3. De Mayo, P.; Satarratt, N. Canadian Journal of Chemistry 1962, 40, 1632-1641.
4. Craig, A. R.; Das, K. C.; Farmer W. J.; Yu-Yin. L.; Wai-Kuan W.; Weinsten, B. Phytochemistry 1971, 10, 908.
5. Cmoch, P.; Korda, A.; Rarová, L.; Oklestková, J.; Strnad, M.; Luboradzki, R.; Pakulski, Z.. Tetrahedron 2014, 70, 2717-2730.

CISQM-PN-QF01

Estudio de interacciones intramoleculares en derivados de damnacantal y su relación con sus propiedades ópticas

D. Cáceres Castillo¹, G. Mirón López¹, M. C. García López², R. Chan Navarro³, R.F. Quijano Quiñones*¹, **F. M. Briceño Vargas**¹, R. Cauich-Kumul⁴, H. Morales Rojas⁵, A. D. Herrera España⁴

¹Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán, C. 43 No. 613, Col. Inalámbrica, C.P. 97069, Mérida, Yucatán, México.

²CONACYT-Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Químicas, Cd. Universitaria, Av. Universidad s/n, C.P. 66451, Nuevo León, México.

³Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Químicas, Pedro de Alba s/n, Ciudad Universitaria, C.P. 66451, San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México.

⁴División de Ciencias de la Salud, Universidad Autónoma del Estado de Quintana Roo. Av. Erick Paolo Martínez S/N. Esquina Av. 4 de marzo, Col. Magisterial, C.P. 77039, Chetumal, Quintana Roo, México.

⁵Centro de Investigaciones Químicas, Instituto de Investigación en Ciencias Básicas y Aplicadas (IICBA), Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Av. Universidad 1001, C.P. 62209, Cuernavaca, Morelos, México.
A15001548@alumnos.uady.mx; *ramiro.quijano@correo.uady.mx

RESUMEN

El damnacantal es una antraquinona de origen natural que fue utilizada como bloque de construcción de cinco derivados boronatos fluorescentes (**1a-1e**). Los nuevos compuestos obtenidos se estudiaron empleando la teoría del funcional de la densidad (DFT), la teoría cuántica de átomos en moléculas (QTAIM) con propósito de analizar las geometrías moleculares, sus propiedades electrónicas y las interacciones no covalentes intramoleculares existentes en estos derivados. Los resultados revelan que la presencia de interacciones no covalentes en el derivado fluorado 1d impacta en el rendimiento cuántico de este compuesto al inhibir las pérdidas no radiativas.

INTRODUCCIÓN

Los compuestos de organoboro fluorescentes han sido estudiados intensivamente debido a sus propiedades optoelectrónicas y potenciales aplicaciones como sensores [1,2], diodos emisores de luz orgánicos (OLED) [3], materiales de bioimagen [4], entre otras. En particular, los compuestos borodipirrometeno (BODIPY) representan a la familia de colorantes fluorescentes más estudiados. [5] Además de los colorantes BODIPY, los organoboranos luminiscentes derivados de bases de Schiff son particularmente interesantes, gracias a sus propiedades ópticas lineales y no lineales, a sus aplicaciones en bioimagen, además de su sencilla preparación. [6,7]

En contraste, las antraquinonas son parte de un extenso grupo de colorantes naturales con cerca de 700 compuestos descritos en la literatura [8]. Añadido a su potencial farmacológico, [9,10] las antraquinonas y sus correspondientes derivados han captado la atención de múltiples grupos de investigación, debido a sus propiedades fotofísicas, las cuales han propiciado el desarrollo de sensores fluorescentes [11,12]. El damnacantal es una antraquinona, aislada por primera vez de *Damnacanthus major* [13], que se encuentra ampliamente presente en las especies del género *Morinda*, que han mostrado propiedades biológicas de interés, como lo son la actividad anticáncer y antiinflamatoria, entre otras [14–16]. A pesar de su extensa distribución y relevancia farmacológica, son escasos los estudios enfocados en las propiedades fotofísicas del damnacantal y sus derivados. [17]

Este estudio se analizarán las propiedades electrónicas, geometrías moleculares e interacciones no covalentes intramoleculares de 5 derivados del damnacantal (**1a-1e**), haciendo uso de la teoría del funcional de la densidad

(DFT) y la teoría cuántica de átomos en moléculas (QTAIM) con fines de estimar sus propiedades fotofísicas y estructurales.

METODOLOGÍA

Las estructuras moleculares de 1a-1e fueron optimizadas usando la teoría del funcional de la densidad (DFT) al nivel de teoría B3LYP/6-31G(d), empleando el paquete de software Spartan'10 [18]. El análisis de **1c** y **1d** se realizó con el nivel de teoría ω B97X-D/6-31+G(d,p), implementado en Gaussian 09 [19]. Para el estudio de las interacciones débiles, se llevó a cabo del cálculo de las interacciones no covalentes (NCI) basado en el gradiente reducido de la densidad electrónica (s(r) o RDG). El cálculo de las NCI se realizó usando el programa NCIPLOT4 [20], las isosuperficies resultantes se visualizaron usando Visual Molecular Dynamics (VMD) [21] siguiendo el siguiente código de colores: azul para las interacciones atractivas, verde para las interacciones de dispersión (atractivas o repulsivas) y rojo para las interacciones repulsivas. El análisis QTAIM se empleó para identificar puntos críticos a través del cálculo del laplaciano de la densidad electrónica (ρ), usando el programa Multiwfn. [22]

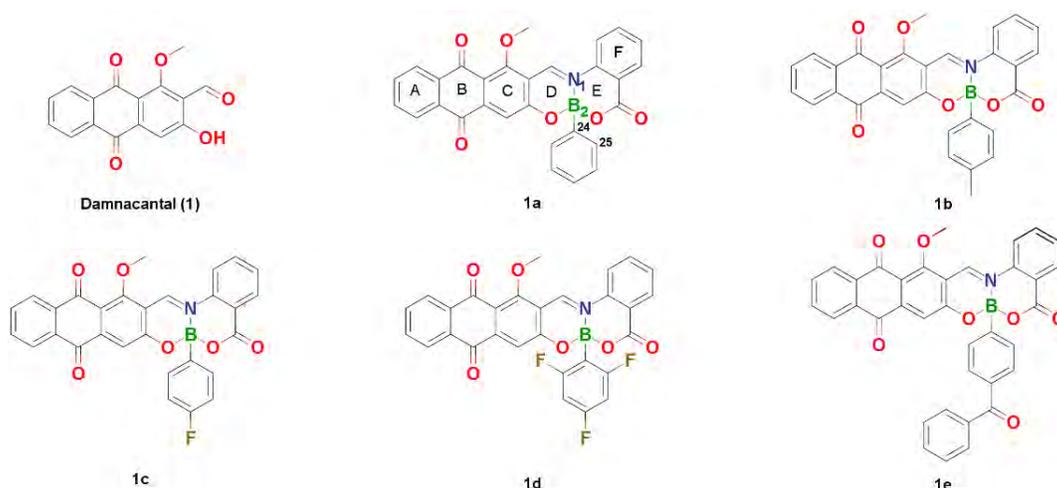


Fig. 1. Estructuras del damnacantal (**1**) y sus correspondientes derivados (**1a-1e**) estudiados.

RESULTADOS Y DISCUSIONES

Los LUMOs de los nuevos derivados optimizados se encuentran mayormente localizados en el esqueleto de antraquinona, mientras que los HOMOs de **1b**, **1c** y **1e** se localizan sobre el sustituyente fenilo. La distribución no superpuesta de los HOMO y LUMO permite la transferencia de carga intramolecular, reduciendo la fluorescencia. Por el contrario, los HOMOs de **1a** y **1d** se distribuyen sobre el grupo fenilo, el anillo de carbono de la antraquinona y el fragmento correspondiente al ácido antranílico. La diferencia energética entre los HOMO y LUMO incrementa en el orden: **1b** (2.89 eV) < **1c** (2.96 eV) < **1e** (3.04 eV) < **1a** (3.08 eV) < **1d** (3.32 eV).

La reducción de la rotación intramolecular puede obstaculizar las vías no radiativas, incrementando el rendimiento cuántico de fluorescencia en materiales fotoactivos. Asimismo, algunos derivados de boronato han mostrado la modulación potencial de sus propiedades electrónicas mediante la rotación intramolecular, por lo tanto, para determinar el efecto del flúor en los compuestos **1d** y **1c** sobre la rotación del ángulo diedro (ω) definido por los átomos N1/B1/C24/C25 (Fig. 2), se obtuvo la superficie de energía potencial de **1c** y **1d** usando el nivel de teoría ω B97X-D/6-31+G(d,p). La rotación del ángulo diedro se consideró en intervalos de 15°.

El perfil energético del derivado **1d** exhibe un único mínimo (I) y un máximo (II) en el ángulo de 179°. La altura de la barrera energética rotacional para la interconversión entre los conformeros equivalentes fue de 3.33

kcal/mol. En la barrera rotacional del compuesto **1c**, en el cual los átomos F1 y F2 presentes en **1d** son reemplazados por átomos de hidrógeno, el perfil energético muestra un mínimo y máximo. Ambos puntos estacionarios presentan similitudes estructurales con su contraparte en **1d**, con un mínimo a 176° relacionado con la estructura de equilibrio. La altura de la barrera para **1c** para la interconversión de sus conforméromos equivalentes es de 1.44 kcal/mol, que es menor que la presente en **1d** por 1.89 kcal/mol, indicando una disminución en las interacciones estabilizantes.

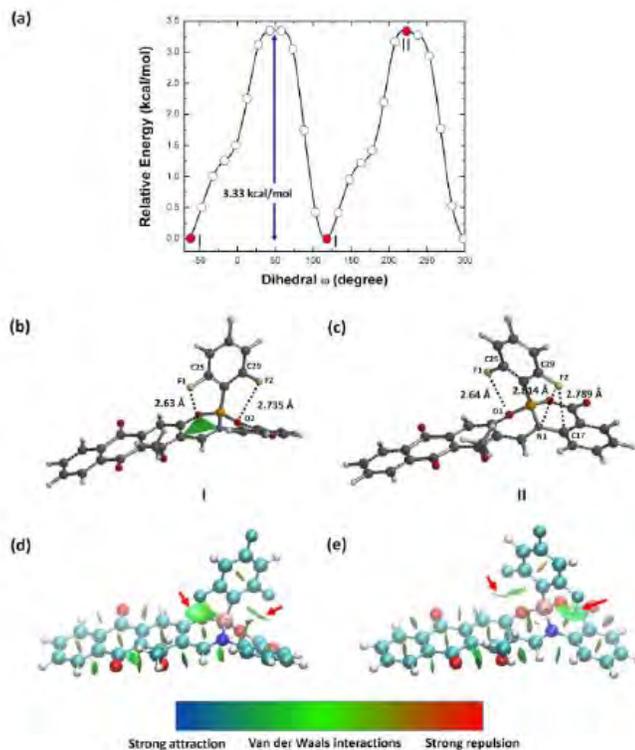


Fig. 2. Barrera energética rotacional correspondiente al compuesto **1d** (a). Estructuras para I (b) y II (c) mostrando las distancias interatómicas de interés, y las isosuperficies correspondientes de gradiente reducido (d) y (e), respectivamente ($s=0.5$ u.a.).

El flúor es un átomo pequeño, con muy baja polarizabilidad, pero un potencial de ionización y electronegatividad altas. Estas cualidades hacen que los compuestos fluorados presenten NCI distintivas, y, por ende, diferentes preferencias conformacionales. Para estudiar las interacciones débiles del flúor presentes en **1d**, se llevó a cabo un análisis topológico de la densidad electrónica para las estructuras I y II. Las isosuperficies de RDG ($s=0.4$) asociadas a las NCI en I y II corroboran la existencia de las interacciones antes mencionadas. Las superficies existentes se asocian a interacciones tipo $F1 \cdots \pi$, dispersas sobre los átomos de carbono, nitrógeno y oxígeno del anillo D, mientras que la interacción $C29-F2 \cdots O2$ presenta una isosuperficie en forma de disco. Las interacciones $F1 \cdots O1$, $F2 \cdots C17$ y $F2 \cdots N1$ poseen una apariencia deformada. En todos los casos, el color de la superficie indica que las NCI ocurren por medio de fuerzas de dispersión débiles a bajos valores de ρ .

Finalmente, se realizó un análisis de la densidad electrónica de las estructuras I (**1d**) e I' (**1c**) con fin de comparar ambos resultados y conocer la fortaleza de las interacciones del flúor presentes en **1d**. En la figura se ilustran dos trayectorias de enlace en 4d, una une los átomos F1 y C2 con un punto crítico de enlace (BCP1), y el otro une los

átomos F2 y O2 mediante BCP2. Para BCP1, los valores calculados de ρ y su laplaciano $\nabla^2(\rho)$ son de 0.008 a. u. y 0.034 u. a., respectivamente. Por otro lado, para BCP2 los valores calculados fueron de 0.0127 a. u. y 0.0524 a. u. Los valores de $\rho(r)$ obtenidos en ambos casos se encuentran dentro del rango propuesto para la caracterización de interacciones débiles. Como se esperaba, la ausencia de puntos críticos en I' revela la importancia de las interacciones generadas por el flúor en la barrera rotacional de **1d**.

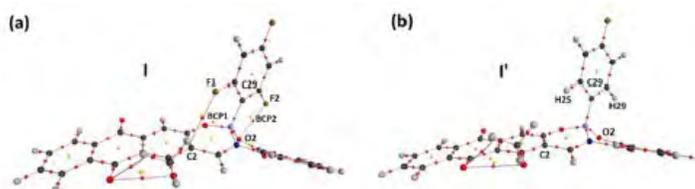


Fig. 3. Gráfica molecular para I (a) e I' (b). Los puntos rojos y amarillos representan los puntos críticos de enlace (BCP) y puntos críticos de anillo (RCP), respectivamente.

CONCLUSIONES

Los cálculos efectuados mostraron una barrera energética rotacional de 3.33 kcal/mol alrededor del enlace C24-B1 del derivado **1d**, la más alta comparado con su análogo **1c**. Esta diferencia es presuntamente debida a la presencia de interacciones $F\cdots\pi$ y $F\cdots O$ que cambian la preferencia conformacional de dicho compuesto e impactan sobre el rendimiento cuántico gracias a la inhibición de las pérdidas no radiativas.

REFERENCIAS

1. Wade, C. R.; Broomsgrove, A. E. J.; Aldridge, S.; Gabbai, F. P. *Chem. Rev.* **2010**, *110*, 3958–3984. DOI: <https://doi.org/10.1021/cr900401a>
2. Maeda, H.; Bando, Y.; Shimomura, K.; Yamada, I.; Naito, M.; Nobusawa, K.; Tsumatori, H.; Kawai, T. *J. Am. Chem. Soc.* **2011**, *133*, 9266–9269. DOI: <https://doi.org/10.1021/ja203206g>
3. Li, D.; Zhang, H.; Wang, Y. *Chem. Soc. Rev.* **2013**, *42*, 8416. DOI: <https://doi.org/10.1039/c3cs60170f>
4. Yang, L.; Liu, Y.; Zhou, X.; Wu, Y.; Ma, C.; Liu, W.; Zhang, C. *Dye. Pigment.* **2016**, *126*, 232–238. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2015.11.028>
5. Gurubasavaraj, P. M.; Sajjan, V. P.; Muñoz-Flores, B. M.; Jiménez Pérez, V. M.; Hosmane, N. S. *Molecules* **2022**, *27*, 1877. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27061877>
6. Romero-Servin, S.; Villa, M.; Carriles, R.; Ramos-Ortíz, G.; Maldonado, J.-L.; Rodríguez, M.; Güizado-Rodríguez, M. *Materials (Basel)*. **2015**, *8*, 4258–4272. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma8074258>
7. Ibarra-Rodríguez, M.; Muñoz-Flores, B. M.; Gómez-Treviño, A.; Chan-Navarro, R.; Berrones-Reyes, J. C.; Chávez-Reyes, A.; Dias, H. V. R.; Sánchez Vázquez, M.; Jiménez-Pérez, V. M. *Appl. Organomet. Chem.* **2019**, *33*, e4718. DOI: <https://doi.org/10.1002/aoc.4718>
8. Duval, J.; Pecher, V.; Poujol, M.; Lesellier, E. *Ind. Crops Prod.* **2016**, *94*, 812–833. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.09.056>
9. Baqi, Y. *Drug Discov. Today* **2016**, *21*, 1571–1577. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.drudis.2016.06.027>
10. Wang, D.; Wang, X. H.; Yu, X.; Cao, F.; Cai, X.; Chen, P.; Li, M.; Feng, Y.; Li, H.; Wang, X. *Front. Pharmacol.* **2021**, *12*. DOI: <https://doi.org/10.3389/fphar.2021.638993>
11. Zhao, C.; Kong, X.; Shuang, S.; Wang, Y.; Dong, C. *Analyst* **2020**, *145*, 3029–3037. DOI: <https://doi.org/10.1039/D0AN00164C>
12. Ma, Z.; Zhang, D.; Guo, J.; Li, M.; Wang, T.; Yin, H.; Wang, H.; Liu, J. *Inorg. Chem. Commun.* **2021**, *130*, 108753. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2021.108753>

13. Hirose, Y. *Chem. Pharm. Bull.* **1960**, *8*, 417–426. DOI: <https://doi.org/10.1248/cpb.8.417>
14. Shaghayegh, G.; Alabsi, A. M.; Ali-Saeed, R.; Ali, A. M.; Vincent-Chong, V. K.; Ismail, N. H.; Choon, Y. F.; Zain, R. *BAsian Pacific J. Cancer Prev.* **2017**, *18*, 3333–3341. DOI: <https://doi.org/10.22034/APJCP.2017.18.12.3333>
15. Abu, N.; Ali, N.; Ho, W.; Yeap, S.; Aziz, M. Y.; Alitheen, N. *Agents Med. Chem.* **2014**, *14*, 750–755. DOI: <https://doi.org/10.2174/18715206113136660366>
16. Günay, E.; Celik, S.; Sarinc-Ulasli, S.; Özyürek, A.; Hazman, Ö.; Günay, S.; Özdemir, M.; Ünlü, M. *Inflammation* **2016**, *39* (2), 744–751. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10753-015-0301-3>
17. Comini, L. R.; Núñez Montoya, S. C.; Sarmiento, M.; Cabrera, J. L.; Argüello, G. A. *J. Photochem. Photobiol. A Chem.* **2007**, *188*, 185–191. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2006.12.011>
18. Wavefunction Inc. Spartan'10. Irvine, CA. 2010.
19. Frisch, M. J.; Trucks, G. W.; Schlegel, H. B.; Scuseria, G. E.; Robb, M. A.; Cheeseman, J. R.; *et al.* Gaussian 09, Revision B.01. *Gaussian Inc.* 2010, p Wallingford CT.
20. Boto, R. A.; Peccati, F.; Laplaza, R.; Quan, C.; Carbone, A.; Piquemal, J.-P.; Maday, Y.; Contreras-García, J. *J. Chem. Theory Comput.* **2020**, *16*, 4150–4158. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.jctc.0c00063>
21. Humphrey, W.; Dalke, A.; Schulten, K. *J. Mol. Graph.* **1996**, *14*, 33–38. DOI: [https://doi.org/10.1016/0263-7855\(96\)00018-5](https://doi.org/10.1016/0263-7855(96)00018-5)
22. Lu, T.; Chen, F. *J. Comput. Chem.* **2012**, *33*, 580–592. DOI: <https://doi.org/10.1002/jcc.22885>

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



**MEDIO AMBIENTE.
PROTEGIENDO AL
PLANETA - PP**

CISQM-PP-CE05

Determinación de la abundancia de emisores gamma en ladrillos producidos en el municipio de Guadalupe, Zacatecas, México

Julián Eduardo Rivera Pérez, Carlos Ríos Martínez, Daniel Hernández Ramírez, Fernando Mireles García, Edmundo Escareño Juárez, José Luis Pinedo Vega
Unidad Académica de Estudios Nucleares, Universidad Autónoma de Zacatecas.
julianeduardorp@gmail.com

RESUMEN

Utilizando espectrometría gamma con detectores de germanio hiperpuro para estimar la presencia de radionúclidos naturales y artificiales emisores gamma en muestras de arcilla y ladrillo producidos en el municipio de Guadalupe, Zacatecas, se determinaron los índices de exposición a la radiación gamma producida por estos radionúclidos. Se encontró que la abundancia promedio en ladrillos (Bq/Kg) fue de 18.74 ± 0.11 (serie 4n, ^{232}Th), 21.63 ± 0.3 (serie 4n+2, ^{238}U) y 603.14 ± 1.4 (^{40}K). En arcillas se encontraron 18 ± 0.1 (serie 4n), 17.3 ± 0.2 (serie 4n+2) y 529 ± 1.2 (^{40}K). Igualmente, se encontraron abundancias poco significativas de ^{137}Cs ; con un promedio de 0.8 ± 0.02 y 0.58 ± 0.02 para arcilla y ladrillo, respectivamente. La dosis de exposición producida por estas concentraciones se encuentra por debajo del promedio reportado por la UNSCEAR-2000 de 55 nGy/h, descartándose posibles riesgos radiológicos por el uso de estos materiales de construcción.

INTRODUCCIÓN

El ser humano se expone día a día a radiación que proviene del sol y del espacio interestelar, misma que por reacciones nucleares con elementos químicos de la capa atmosférica forman los radioisótopos de vida media corta, llamados de origen cósmico (^7Be , ^{24}Na , ^{28}Mg , ^{32}P , ^{33}P , ^{39}Cl), así como producen a los radioisótopos de vida media larga (^{14}C y ^3H), también se está expuesto a la radiación proveniente de los radionúclidos primordiales (^{40}K , ^{40}V , ^{87}Rb , ^{115}In , ^{123}Te , ^{138}La , entre otros) y a la originada por la presencia de las series naturales de decaimiento radioactivas (^{238}U , ^{235}U y ^{232}Th). Así como a la radiación que desprenden radioisótopos artificiales emitidos al medio ambiente por diversos tipos de eventos como; ensayos nucleares, uso de radioisótopos y accidentes nucleares. Una matriz con contenido de estos radionúclidos son los materiales utilizados en la construcción, por lo que son una fuente constante de emisiones radioactivas [1]. La Fig. 1 muestra el comportamiento de las radiaciones en presencia de campos magnéticos y eléctricos (izq) y su poder de penetración en diversos materiales (der).

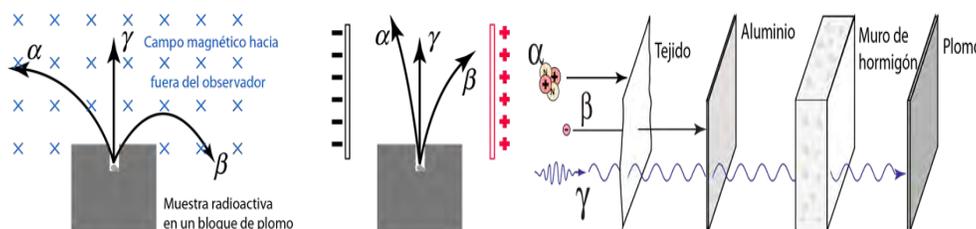


Fig. 1. Comportamiento de las radiaciones en un campo magnético y eléctrico (izq). Poder de penetración de las radiaciones (der).

El uso de la espectrometría gamma nos ayuda a obtener información acerca de algunos emisores gamma tanto naturales como artificiales que pudieran estar presentes en cualquier material. La información a nivel local y

nacional es escasa en este tema ya que existen pocos trabajos de investigación reportados. De ahí la necesidad de realizar estudios de esta naturaleza en los materiales de construcción que se usan comúnmente y así tener un panorama de la razón de dosis recibida por el uso de estos materiales y de esta manera poder establecer el nivel de riesgo desde el punto de vista radiológico para el ser humano. debido al uso de este tipo de materiales [2].

El estado de Zacatecas es un sitio del que no se tiene conocimiento de algún incidente relacionado con contaminación radiológica, por lo tanto, inferimos que no hay contaminación y lo que se encuentra sólo son radioisótopos naturales, lo que no sabemos, es en qué proporción se encuentran y si contribuyen con una razón de dosis superior a la norma. En búsqueda de información tanto en bases de datos locales, nacionales o mediante revistas científicas en este tema es escasa y es insuficiente la información sobre radiación en la región del estado de Zacatecas, por esta razón es de importancia determinar las razones de dosis que provienen de los materiales utilizados en la construcción de espacios habitacionales, de trabajo y esparcimiento en todo el país.

La radioactividad a la que se expone el ser humano en su mayoría es la que proviene de las cadenas de decaimiento $4n$, ^{232}Th , $4n+2$, ^{238}U y la presencia de ^{40}K . Estas cadenas radioactivas se ilustran en la Fig. 2.

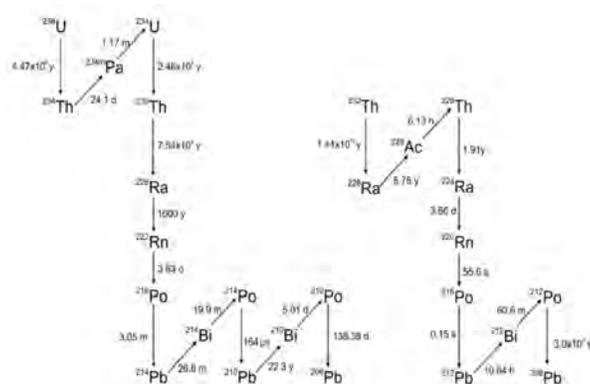


Fig. 2. Cadenas de decaimiento ^{238}U y ^{232}Th .

MÉTODOS EXPERIMENTALES

De acuerdo a la base de datos del Directorio Estadístico Nacional de Unidades (DENUE) del INEGI (<https://www.inegi.org.mx/app/mapa/denue/default.aspx>) se realizó una búsqueda de la ubicación de las ladrilleras en el municipio de Guadalupe encontrando que 58 ladrilleras están actualmente en operación, se seleccionaron varios lugares de acuerdo al mapa, Fig. 3 se puede observar que muchas de las ladrilleras se encuentran en lugares cercanos, lo tomamos como un clúster, donde escogeremos una ladrillera para representar ese lugar, se tomarán 10 lugares como mínimo para toma de muestra.



Fig. 3. Localización de ladrilleras.

De cada una de las ladrilleras seleccionadas se tomó una muestra correspondiente a 2 kg de arcilla y de ladrillo dos a tres piezas para también poner a conteo Marinellis que representan a las piezas terminadas de ladrillo artesanal.

Al momento de realizar este trabajo, se debe tener en cuenta la selección de muestras, donde se llevó a cabo la visita a distintos lugares donde se produce el ladrillo artesanal, tomándose una muestra de arcilla, lo suficientemente grande para completar el volumen de dos recipientes Marinelli, los cuales tienen una capacidad de 500 mL.

Las muestras se sometieron a un proceso de secado en estufa a una temperatura de aproximadamente 80° C por 24 horas con el propósito de eliminar humedad y algunos componentes volátiles, para las piezas de ladrillo, se necesita realizar la molienda, tamizado y su posterior secado por 24 horas después de secadas la muestra en la estufa, se colocó en una probeta de plástico de 500 mL de capacidad aplicando presión para la compactación de la muestra y tener el volumen aforado a los 500 mL. Una vez hecho lo anterior se toma un recipiente marinelli de una capacidad de 500 mL, se tara en una balanza y posteriormente se le agrega la muestra contenida en la probeta, una vez hecho lo anterior el marinelli se cierra y se sella herméticamente para a continuación pesarlo en la balanza y tener el peso real de la muestra.

Una vez que se tienen las muestras en las condiciones detalladas en el punto anterior, el marinelli conteniendo la muestra se deja en reposo por un lapso mínimo de 4 semanas antes de realizar su análisis por espectrometría gamma de alta resolución, esto para permitir que los radioisótopos correspondientes a la serie natural de decaimiento radioactivo de ^{238}U alcancen su equilibrio radioactivo de tipo secular y el análisis sea más puntual.

Una vez transcurrido este tiempo los marinellis se colocan en el sistema de espectrometría gamma y se procede a su análisis dando un tiempo de conteo de 80000 segundos por muestra. Previamente se realizaron lecturas de fondo dando tiempos de conteo de 2 días.

El sistema de espectrometría gamma se integra por una fuente alimentadora de energía CANBERRA, modelo 2000, el detector GeRe-3522, un amplificador ORTEC, Modelo 673, una fuente de alto voltaje Canberra Modelo 3106D, una tarjeta MCA 8k y 32kb de memoria con ADC AccuSpec-A y un equipo de cómputo, como se muestra en la Fig. 4.

En espectrometría gamma de emisores ambientales es muy importante determinar cuando la medición obtenida no es un falso positivo o un falso negativo, por lo que sólo aquellas actividades mayores a la Actividad Mínima Detectable (AMD) son consideradas para ser reportadas. La AMD se calcula de acuerdo con [5]:

$$AMD = 2.71 + \frac{3.29 * \sqrt{(2)(Continuocomptonbajofotopico)}}{Abundancia * tiempoconteo * eficiencia * pesomuestra}$$

Las actividades específicas (Bq/Kg) de las arcillas se muestran en forma gráfica en la Fig. 6 (izq.). Como se puede observar, la presencia del ¹³⁷Cs es mínima, mientras que la del ⁴⁰K es la predominante. Se utilizó la etiqueta ²²⁶Ra para referirse a la serie del ²³⁸U, debido a que la literatura considera que no es del todo representativa la actividad de los radionúclidos hijos en términos de la del padre.

La Fig. 6 (der.) ilustra las actividades específicas encontradas en muestras de ladrillo. Aunque se encuentran en el mismo rango de valores que las muestras de arcilla, la actividad específica de la serie del ²³²Th es menor que las correspondientes a las demás, sin incluir al ¹³⁷Cs, que sigue siendo marginal.

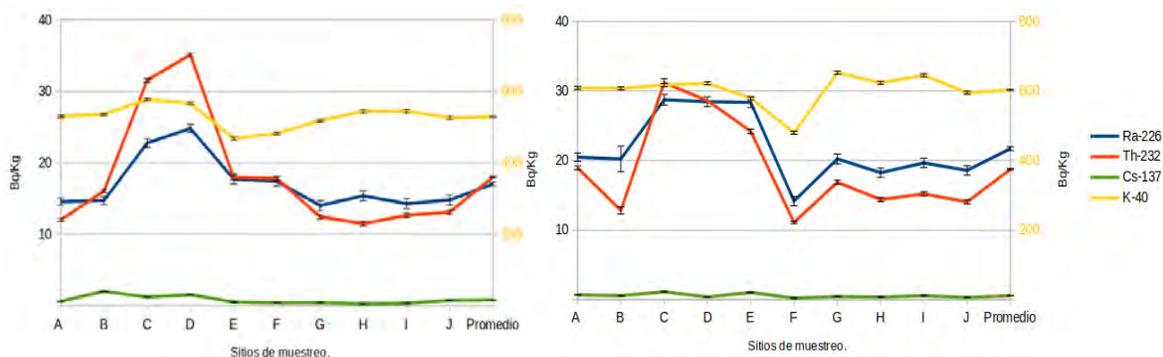


Fig. 6. Actividades específicas en muestras de arcilla (izq) y actividades específicas en muestras de ladrillo (der).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La abundancia promedio en ladrillos (Bq/Kg) fue de 18.74 ± 0.11 (serie 4n, ²³²Th), 21.63 ± 0.3 (serie 4n+2, ²³⁸U) y 603.14 ± 1.4 (⁴⁰K). En arcillas se encontraron 18 ± 0.1 (serie 4n), 17.3 ± 0.2 (serie 4n+2) y 529 ± 1.2 (⁴⁰K). Por otro lado, las abundancias de ¹³⁷Cs son poco significativas; con un promedio de 0.8 ± 0.02 y 0.58 ± 0.02 para arcilla y ladrillo, respectivamente.

Transformando las abundancias anteriores a dosis de exposición de acuerdo con la UNSCEAR-2000⁶; promedio de los valores en arcilla 40.8 con un máximo de 56.28 nGy/h y un mínimo de 35.58 nGy/h, y para ladrillo, promedio de 46.51 nGy/h, con un máximo de 57.85 nGy/h y un mínimo de 33.26 nGy/h se observa que la dosis ambiental producida por las muestras de arcilla como de ladrillo es menor que con la dosis ambiental mundial promedio reportada por la UNSCEAR 2000, 55 nGy/h.

CONCLUSIONES

Las muestras de arcillas y ladrillos del municipio de Guadalupe, Zacatecas para determinar mediante espectrometría gamma la dosis de exposición de los radionúclidos emisores gamma presentes en las mismas. Los valores encontrados son equivalentes a los reportados en la literatura. Los niveles de exposición gamma correspondientes son menores a la media mundial reportada por el Comité Científico Sobre los Efectos de

Radiación Atómica de las Naciones Unidas (UNSCEAR), por lo que estos materiales de construcción no representan riesgo radiológico para la población.

Las actividades específicas encontradas del ^{137}Cs son producto de la dispersión global del radionúclido.

REFERENCIAS

1. Choppin, G. R.; Liljenzin, J.-O.; Rydberg, J. CHAPTER 1 - *Origin of Nuclear Science*. In *Radiochemistry and Nuclear Chemistry* (Third Edition), Ed. Butterworth-Heinemann: Woburn, **2002**.
2. Kölbel, L.; Kölbel, T.; Maier, U.; Sauter, M.; Schäfer, T.; Wiegand, B. *Geotherm. Energy*. **2020**, *8*, 1–33. DOI: <https://doi.org/10.1186/s40517-020-00179-4>.
3. Gilmore, G. *Interactions of Gamma Radiation with Matter*. In *Practical Gamma-Ray Spectrometry*; Ed. John Wiley & Sons, Ltd, **2008**, 25–38.
4. Amador Valenzuela, P. Caracterización y Optimización Del Sistema de Espectroscopía Gamma GeRe3522 Del CREN, Universidad Autónoma de Zacatecas, Zacatecas, Zac., México.
5. Currie, L. A. *Anal. Chem.* **1968**, *40*, 586–593. DOI: <https://doi.org/10.1021/ac60259a007>.
6. Sources and Effects of Ionizing Radiation: United Nations Scientific Committee on the Effects of Atomic Radiation: UNSCEAR 2000 Report to the General Assembly, with Scientific Annexes; United Nations, Ed. United Nations: New York, **2000**.

CISQM-PP-CE06

Evaluación de las tendencias tecnológicas orientadas a la biodegradación de polímeros persistentes a partir de la inteligencia tecnológica

Valeria Román Ayala¹, Karla Elizabeth Ramírez Gualito²

¹Universidad Anáhuac México Campus Norte, Av. Universidad Anáhuac 46, Lomas Anahuac, 52786 Naucalpan de Juárez, Méx., Estado de México.

²Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías, Instituto Politécnico Nacional, Av. Luis Enrique Erro S/N, Unidad Profesional Adolfo López Mateos, Zacatenco, Delegación Gustavo A. Madero, 07738, Ciudad de México, México.

valeria.roman@anahuac.mx

RESUMEN

El gran potencial de los microorganismos como un elemento clave para la investigación y el desarrollo de tecnologías para la biodegradación de plásticos, el cual se conoce desde hace más de 40 años, es de gran importancia ante el uso y la sobreexplotación del plástico en el mundo, debido a que empresas, gobiernos y centros de investigación siguen en busca de una solución a la necesidad emergente de controlar la acumulación del plástico, y por lo tanto su contaminación. Conocer las tendencias actuales en la investigación científica y la tecnología implicadas en este campo permiten continuar con la generación de soluciones a este problema global. El vínculo que existe entre los datos de patentes y las tecnologías de tendencia convierte a la inteligencia tecnológica en un indicador de información relevante al proponer un estudio de investigación rigurosa sobre métodos microbiológicos y enzimáticos que hoy en día se usan para la eliminación de compuestos poliméricos.

CISQM-PP-CP02

Análisis Físicoquímico de aguas residuales emitidos desde la Zona Industrial del distrito de Paramonga-Perú al Océano Pacífico

Miguel Ángel, Castillo Corzo^{1,2}, Ana Contreras Contreras², Claudia Liliana Felles Isidro^{2,3}, Pascual Sarmiento Maza¹, Adriana María Castillo Corzo³, Nadia Beatriz Rea Dionicio³, Juan de la Cruz Rea Dionicio³, Jorge Minaya Martínez⁴

¹Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima-Perú, Av. Carlos Germán Amezaga N° 375, Cercado de Lima-Perú.

²Universidad Nacional de Barranca, Barranca-Perú. Av Toribio de Luzuriaga N° 376 Mz. M Lote J – Urb La Florida – Barranca.

³Universidad Nacional José Faustina Sánchez Carrión, Huacho-Perú. Av. Mercedes Indacochea N° 600 Huacho-Perú.

⁴Universidad Cesar Vallejo, Lima-Perú. Av. Alfredo Mendiola N° 6232, Los Olivos, Lima-Perú.
mcastilloc@unmsm.edu.pe

RESUMEN

El presente trabajo de Investigación consiste en analizar agua residual proveniente de una zona industrial ubicado en el distrito de Paramonga, provincia de Barranca y Región Lima; de consumo humano, que son vertidos a corrientes de agua que desembocan en el mar (Océano Pacífico). El objetivo del trabajo de Investigación es analizar parámetros físicoquímicos tales como DBO5, DQO y metales totales, de muestras de agua residual; producto efluente del proceso industrial emitidos desde la zona industrial del distrito de Paramonga, que son vertidos a canales de regadío en plantaciones de cultivo de caña de azúcar y su posterior disposición hacia el mar de la costa del distrito (Océano Pacífico), y para establecer si dichos parámetros se encuentran dentro de los límites permisibles establecidos por los estándares de calidad del agua de las entidades reguladoras. Se han utilizados métodos físicoquímicos e instrumentales utilizando ICP MS para el análisis de metales pesados totales por su especificidad y rango. Se tomó muestras en 3 lugares diferentes o puntos en función al curso y uso del efluente siendo estos identificados como: PM1, PM2 y PM3, teniendo cuidado en los protocolos para este caso de muestras y su disposición a custodia. Los resultados obtenidos fueron procesados y analizados, demuestran la presencia de valores relativamente altos en el punto de muestreo PM2, el cual es el efluente proveniente del tratamiento en laguna de estabilización muy cerca de la zona industrial, con valores obtenidos de DBO5 de 1903 mg/L hasta DQO de 2638 O₂ mg/L, siendo valores que no cumplen con la normatividad vigente para efluentes industriales, considerado el caso excesivo.

CISQM-PP-CP09

Uso de tensoactivos para el estudio de retención de contaminantes

Hector Dominguez*, Ana Beatriz Salazar-Arriaga, Edith Cedillo-Cruz, Edwin Chávez-Martínez
Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México. Cd, Mx.
04510.
hectordc@unam.mx

RESUMEN

Mediante simulaciones de dinámica molecular se muestra la eficiencia de moléculas tensoactivas para usarlos como agentes retenedores de contaminantes. Debido a la naturaleza dual de las moléculas tensoactivas, hidrofóbica e hidrofílica, estas pueden interactuar con diferentes tipos de contaminantes (orgánicos e inorgánicos) y ser capturados en los agregados moleculares que se forman. Se hace un estudio de la agregación de tensoactivos a diferentes concentraciones y se observa que los contaminantes pueden ser retenidos por la parte polar o por las colas hidrocarbonadas de las moléculas. Se hacen estudios para remover contaminantes (metálicos) en medios acuosos y de contaminantes orgánicos (hidrocarburos) de superficies sólidas usando tensoactivos aniónicos (como el dodecil sulfato de sodio).

CISQM-PP-CP10

Aplicación de campos eléctricos en la fisicoquímica de la desorción de una mezcla de hidrocarburos y tensoactivos: dodecilsulfato de sodio (SDS), sobre grafito: un estudio por dinámica molecular

Ana Beatriz Salazar-Arriaga, Héctor Domínguez

Instituto de Investigaciones en Materiales IIM, UNAM, Ciudad Universitaria, 04510 Mexico, Cd.Mx.

betyann775@comunidad.unam.mx

RESUMEN

Usando la metodología de Dinámica Molecular, investigamos la absorción de moléculas tensoactivo en una superficie de grafito para estudiar la remoción de una mezcla de alcanos sobre la superficie sólida. Las simulaciones se realizaron con moléculas de tensoactivos: dodecilsulfato de sodio (SDS) a diferentes concentraciones. En todos los casos las moléculas de hidrocarburos se adsorbieron sobre la superficie solida en una estructura de capas formando dos o tres capas (sugeridas por los perfiles de densidad). Para mejorar la desorción de los alcanos en la superficie, se introdujo un campo eléctrico y obteniendo buenos resultados.

CISQM-PP-PO03

Perfil proteico por SDS-PAGE 1D de extractos celulares de *Selenastrum capricornutum* con actividad para degradar benzo(a)pireno

Manuel Méndez García, Martha Patricia García Camacho

Facultad de Química, Departamento de Química Analítica, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, 04510 Ciudad de México, México.

m.mendezgarcia@quimica.unam.mx; pgcllas@unam.mx*

RESUMEN

En el presente trabajo se analizaron los perfiles proteicos por SDS-PAGE 1D de *S. capricornutum* en cultivos con diferentes tiempos de exposición a BaP. Se observó una disminución en el contenido de proteínas celulares totales con el aumento del tiempo de exposición a BaP. Se estimó el peso molecular de bandas electroforéticas presentes que aumentan en intensidad (20, 30, 39 y 61 kDa), lo que podría sugerir, que en estos rangos de peso se encuentran presentes las enzimas y/o subunidades enzimáticas relacionadas con la biodegradación de BaP. En este sentido, un enfoque proteómico y complementado con la información de los metabolitos identificados, permitiría comprender mejor las vías metabólicas y el mecanismo de biodegradación de BaP. Además, las enzimas que degradan este tipo de contaminantes son elementos clave para el futuro desarrollo de procedimientos ecológicos de biorremediación.

INTRODUCCIÓN

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAPs) de alto peso molecular (APM) son contaminantes medioambientales formados por 4 o más anillos aromáticos fusionados. Los HAPs incrementan su hidrofobicidad y estabilidad con el aumento de su PM [1]. Estos factores contribuyen a la persistencia, bioacumulación y toxicidad de los HAPs [2]. Entre los HAPs APM más estudiados, benzo(a)pireno (BaP) presenta alta carcinogenicidad y está clasificado como un contaminante prioritario por la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (USEPA, por sus siglas en inglés) [3]. Recientemente, las estrategias de biorremediación basadas en el uso de enzimas involucradas en las rutas metabólicas microbianas de degradación de los HAPs han resultado ser las más ecológicas con el medioambiente [4]. En general, las bacterias y hongos pueden degradar HAPs APM a través de las dioxigenasas y las monooxigenasas del citocromo P-450 [4,5]. Sin embargo, los estudios de identificación de enzimas en microalgas son limitados en términos de degradación de HAPs APM [4], aún cuando estos microorganismos muestran un gran potencial para la degradación de HAPs APM. De acuerdo con la bibliografía reportada, el BaP puede ser oxidado por las microalgas formando metabolitos tipo dihidrodiol, lo que podría indicar que su biotransformación se realiza por acción de las dioxigenasas, de manera similar a como ocurre en las bacterias [6]. Asimismo, la identificación de metabolitos monohidroxilados y dihidroxilados en las microalgas sugiere que la degradación de HAPs APM se produce por acción de las monooxigenasas. Sin embargo, estas enzimas no han sido completamente caracterizadas en las microalgas [4]. Por lo tanto, el objetivo principal de este trabajo fue caracterizar el perfil proteico de extractos celulares (Ec) de la microalga *Selenastrum capricornutum* obtenida de cultivos preparados para la degradación de BaP. Inicialmente, se monitorearon metabolitos del BaP de tipo dihidrodiol en Ec provenientes de células incubadas con BaP en intervalos de 24, 48 y 72 h. Enseguida, se realizó la extracción y purificación de las proteínas totales de los Ec. Finalmente, se analizó el perfil proteico de las proteínas por medio electroforesis en gel de poliacrilamida con dodecil sulfato de sodio en una dimensión (SDS-PAGE 1D) con la finalidad de determinar el rango de peso molecular de las proteínas de *S. capricornutum* presentes en la degradación del BaP y las posibles enzimas responsables.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Manejo de cultivos de microalgas

Se trabajó con la microalga *Selenastrum capricornutum* debido a su gran potencial de biodegradación reportado para BaP [4]. Esta microalga fue adquirida de una colección de cultivos de algas de la Universidad de Austin, Texas (UTEX, EUA). *S. capricornutum* fue cultivada, en condiciones axénicas, en medio Bristol con Proteosa-Peptona (1 mg mL⁻¹). Los cultivos se mantuvieron a temperatura ambiente, agitación constante (100 rpm durante 2 h al día en un agitador orbital), iluminados con luz blanca fluorescente de 14 W en ciclos de luz y oscuridad de 16 h y 8 h. Se monitoreo el crecimiento de los cultivos realizando mediciones espectrofotométricas a 685 nm (λ_{max} de la clorofila). Se utilizaron 500 mL de medio de cultivo Bristol-Proteosa-Peptona con la microalga *Selenastrum capricornutum* en condiciones de crecimiento exponencial (5×10^6 células mL⁻¹, absorbancia de 1 en ~30 d). De este cultivo, se tomaron alícuotas de 15 mL, las cuales se colocaron en matraces de 50 mL para realizar los bioensayos de exposición con el BaP. Se utilizó BaP de Chem Service (pureza > 99 %).

Cultivos de S. capricornutum activados para la degradación de BaP

Estudios previos realizados por García de Llasera et al. (2016) y García-Cicouriel (2015), permitieron establecer las condiciones de activación de las microalgas: i) 266 $\mu\text{g BaP L}^{-1}$ en 15 mL de medio de cultivos ; ii) tiempos de incubación, entre 24 – 72 h; iii) obtención de la biomasa para monitorear la aparición de metabolitos tipo dihidrodiol; la extracción e identificación de estos metabolitos, sirvieron como un parámetro confirmatorio de la presencia de enzimas y/o proteínas de *S. capricornutum* relacionadas con la biotransformación de BaP [6, 7].

Preparación de muestras con cultivos concentrados de S. capricornutum activados para degradar BaP

Se prepararon muestras con cultivos de *S. capricornutum*, activados mediante su exposición a BaP en tiempos de 24 h, 48 h y 72 h respectivamente. Por muestra se emplearon 6 matraces con 15 mL de cultivo (total 90 mL) para lograr obtener una cantidad de proteína celular suficiente para su caracterización electroforética. A cada cultivo de 15 mL se le adicionó BaP (266 $\mu\text{g BaP L}^{-1}$) para realizar los ensayos de exposición, los cuales se mantuvieron en agitación orbital continua (50 rpm), bajo luz amarilla (20 W) y temperatura controlada de 34 °C. Estos ensayos de exposición junto a un control sin BaP se realizaron de manera escalonada, permitiendo finalizar estos experimentos al mismo tiempo. Cada cultivo activado y su control se transfirieron a tubos falcón de 15 mL y mediante su centrifugación (2,900 rpm x 15 min) se obtuvo la biomasa eliminando el sobrenadante. La biomasa para cada muestra y control se colectó en tubos falcón de 50 mL e inmediatamente se realizó el procedimiento de extracción y purificación de proteínas de *S. capricornutum*.

Extracción y purificación de proteínas de cultivos de S. capricornutum activados para degradar BaP.

La biomasa obtenida de cada muestra y control se puso en contacto con 5 mL de fenol pH 8.8 y 5 mL de buffer de extracción (100 mM Tris-HCl, pH 8.8, 10 mM EDTA, 900 mM sacarosa y 0.4 % de 2-betamercaptoetanol) y se aplicaron 3 pulsos de 1 min en politrón alternados por 1 min en hielo (se realizaron duplicados para cada muestra y control), después se mantuvo en hielo 10 min más y se centrifugó a 4,000 rpm por 30 min, se tomó la fase orgánica y se depositó en un tubo de 50 mL nuevo y se agregaron 25 mL de acetato de amonio 100 mM en metanol se agitó y se dejó reposar 16 h a -20 °C. Posteriormente se centrifugo a 4 000 rpm durante 30 min para obtener una pastilla de precipitado, eliminando el sobrenadante. La pastilla se lavó con 5mL de acetato de amonio en metanol 2 veces, y se centrifugó a 4,000 rpm por 10 min después de cada lavado. Enseguida se lavó de igual manera la pastilla con acetona al 80 % 2 veces, y se realizó un último lavado con etanol al 70 %. Finalmente, la pastilla se re-suspendió en 350 μL de buffer IEF (Urea 8 M, tiourea 2 M, 3-[(3-colamidopropil)dimetilamonio]propanisulfato (CHAPS) 4%, triton X100 2% y ditrioteitol 50 mM) [8].

Electroforesis SDS-PAGE 1D de proteínas celulares de cultivos de S. capricornutum activados para degradar BaP

La evaluación de la integridad de proteínas celulares se realizó por electroforesis mediante el empleo de un *gel concentrador* SDS-PAGE al 4 % que al contar con un menor grado de entrecruzamiento apila las proteínas antes de entrar al siguiente gel; *gel de resolución* SDS-PAGE 1D al 12 % con un grado mayor de entrecruzamiento que limita el libre paso de las proteínas y genera diferencias en su elución, separándolas por su peso molecular. La composición de ambos geles se describe en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición de los geles empleados para la concentración y resolución de las proteínas.

Componente	Gel de resolución	Gel concentrador		Acrilamida 29.2 g
Porcentaje de gel	12%	4%	Solución I:	Bis-acrilamida 0.8 g
Solución I	4.6 mL	0.83 mL	Solución II:	0.75 M TRIS HCl pH 8.8
Solución II	5.4 mL	-		SDS 0.2 %
Solución III	-	2.5 mL	Solución III:	0.25 M TRIS HCl PH 6.8
Agua destilada	0.9 mL	1.6 mL		SDS 0.2%
TEMED	10 µL	10 µL	TEMED = Tetrametiletildiamina	
APS	100 µL	100 µL	APS = Persulfato amónico	

Para la formación de los geles las disoluciones se colocaron en fresco entre dos placas de vidrio, para ello en primer lugar se adicionó por capilaridad entre las placas de vidrio la disolución del gel de resolución, posteriormente y tras dejar polimerizar, la disolución del gel concentrador recién preparado fue adicionada y se colocó un peine para que se formaran los pozos de depósito de las muestras. Los µg de cada muestra y control (5 -15 µL de muestra + 5 µL de buffer de carga) se resolvieron en un gel SDS-PAGE al 12 % de acrilamida de una dimensión con un estándar de marcador molecular Precision Plus de Biorad como referencia de peso molecular y 1 µg de lisozima sigma #L6876-1G como referencia de cantidad de proteína. Se corrió el gel de poli-acrilamida al 12 % a 110 V por 2.5 h. Posteriormente se desmontó el gel y con mucho cuidado se colocó en solución de tinción (sulfato de amonio 8 %, ácido fosfórico 2 %, metanol 20 % y azul de coomassie G-250 0.1 %) durante 16 h a temperatura ambiente. Finalmente, se destiñó el gel con agua bidestilada por 24 h para alcanzar el contraste adecuado para la identificación de bandas electroforéticas.

Captura de imágenes y análisis de bandas electroforéticas

El gel SDS-PAGE 1D obtenido, se escaneó con un densitómetro Bio-Rad GS-900 y se observó la distribución de proteínas en cada muestra, enseguida se realizó la calibración de pesos moleculares empleando como referencia las bandas del marcador molecular Precision Plus. Asimismo, se realizó la cuantificación individual de la distribución de bandas electroforéticas asociadas al perfil proteico de cada muestra en la corrida electroforética, utilizando el software Image Lab del densitómetro Bio-Rad y la banda electroforética de la lisozima (1 µg LYZ) como referencia de cuantificación.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Identificación de metabolitos tipo dihidrodiol de BaP

Mediante las condiciones experimentales establecidas por García de Llasera et al. (2016) se analizaron cultivos de *S. capricornutum* expuestos a BaP (15 mL de cultivo con 266 µg BaP L⁻¹; tiempos de incubación de 24, 48 y 72 h), y utilizando como referencia la metodología reportada por García-Cicouriel (2015), se realizó análisis cromatográfico de los metabolitos del BaP en la biomasa de estos cultivos.^{6,7} En la Fig 1, se puede observar la presencia de metabolitos tipo dihidrodiol provenientes de la biodegradación del BaP por la acción de enzimas presentes en *S. capricornutum*. Estos resultados confirman que los tiempos de exposición a BaP elegidos, son adecuados para realizar estudios del perfil de las proteínas celulares de *S. capricornutum* relacionadas con la degradación de BaP.

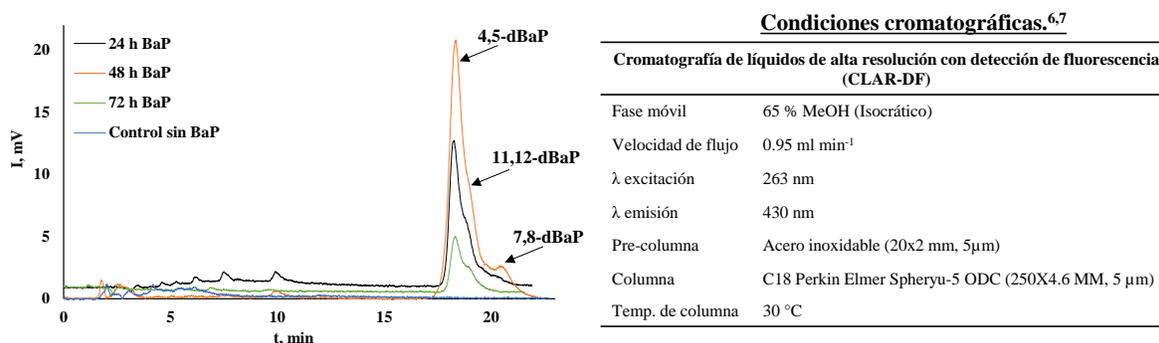


Fig 1. Cromatogramas de los metabolitos de BaP en cultivos de *S. capricornutum*.

Caracterización del perfil proteico por electroforesis en gel SDS-PAGE 1D

El perfil proteico de *S. capricornutum* con diferentes tiempos de exposición a BaP, se caracterizó mediante las proteínas extraídas y purificada de estos cultivos, por electroforesis en gel SDS-PAGE 1D. En una primera instancia, se evaluó el efecto del contenido proteico a dos diferentes concentraciones de proteína total cargada al gel (Fig. 2(A) y 2(B)), la alta concentración con el objetivo de una visualización detallada que permitiera observar así hasta las bandas electroforéticas poco intensas. Es importante mencionar, que se sospecha que algunas de las subunidades enzimáticas relacionadas con la degradación del BaP se encuentran en muy baja cantidad, por lo cual una mayor carga electroforética sí ayudó a mejorar su observación en el gel. En la Fig. 2(A) se observa que el patrón electroforético entre el control y la muestra de 24 h con BaP son muy similares, y los cambios relevantes en el perfil proteico aparecen hasta 48 h y 72 h con la exposición a BaP. En las Fig. 2(A) y 2(B) puede observarse claramente que bandas electroforéticas con pesos moleculares (25, 28, 31, 36, 77, 105 y 125 kDa) del control sin BaP, disminuyen en intensidad o desaparece en las muestras de 48 h y 72 h con BaP. Asimismo, hay bandas electroforéticas en las muestras de 48h y 72 h con pesos moleculares aproximados (15, 20, 30 y 65 kDa) que aumentan en intensidad respecto al control sin BaP. Es importante discutir, que la banda electroforética más intensa, entre 40 kDa – 46 kDa, varía en su contenido proteico entre muestras; siendo la de mayor cantidad la del control sin BaP y la del menor contenido proteico, la muestra de 24 h con BaP, lo cual se explica que durante las primeras 24 h la microalga está sufriendo estrés por la presencia de BaP en su medio de cultivo, lo que puede inhibir la producción de varias proteínas. Sin embargo, después de 24 h se llega a una adaptabilidad al estrés causado por este contaminante (48 h y 72 h) el cual es biodegradado por *S. capricornutum* [6].

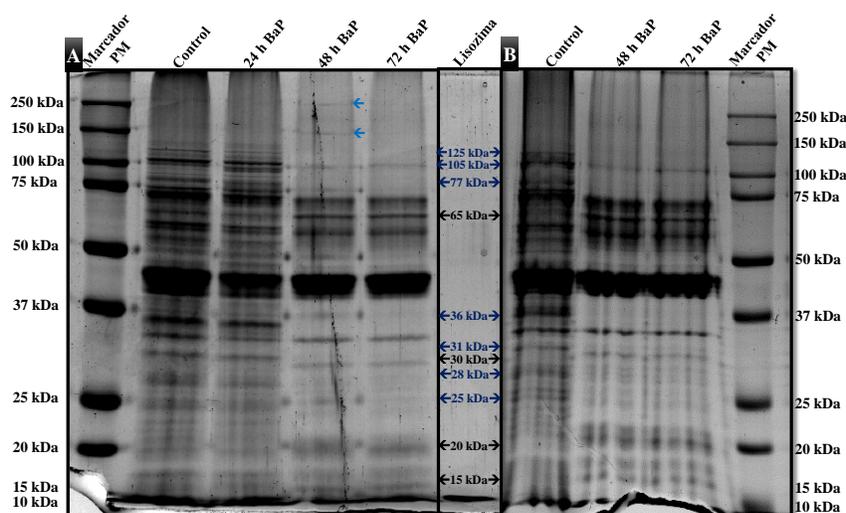


Fig 2. Comparación de geles SDS-PAGE 1D del perfil proteico de proteínas celulares (Pc) con distintas relaciones de carga electroforética: **(A)** 5 μ L Pi + 5 μ L buffer de carga y **(B)** 15 μ L Pi + 5 μ L buffer de carga.

Distribución de pesos moleculares en función de la cantidad de proteína

Para un adecuado análisis del perfil proteico, se realizó inicialmente la cuantificación total de proteínas midiendo los valores de área e intensidad del total de las bandas electroforéticas de cada muestra, utilizando como referencia de cuantificación la banda electroforética de la lisozima (1 μ g).

En la Fig. 3 se puede observar cómo disminuye la cantidad de proteína total, con respecto al control, en función del tiempo de exposición de los cultivos de *S. capricornutum* al BaP. Empleando la misma estrategia se realizó la cuantificación individual de la distribución de proteínas observadas en cada banda electroforética del gel SDS-PAGE 1D, y se comparó en un gráfico de distribución de pesos moleculares en función de la cantidad de proteína. En este gráfico puede observarse como varía la cantidad de proteína entre muestras de diferentes tiempos de incubación, y el control, confirmando lo que visualmente en el gel ya se había discutido. En este sentido, las enzimas y/o subunidades proteicas relacionadas con la biodegradación de BaP podrían tener un rango de peso molecular aproximado de: 20 kDa, 30 kDa, 39 kDa y 65 kDa. Además, la zona de pesos moleculares entre 39 kDa – 46 kDa podría contener alguna enzima de interés, sin embargo, por electroforesis unidimensional no se logra resolver, por lo cual como perspectiva podría utilizarse geles de electroforesis en 2 dimensiones para su análisis. Finalmente, es importante mencionar que bandas electroforéticas de altos pesos moleculares, 145 kDa y 247 kDa, solo se observan en la muestra de 48 h con BaP, pudiéndose tratar de algún complejo proteico poco desnaturalizado.

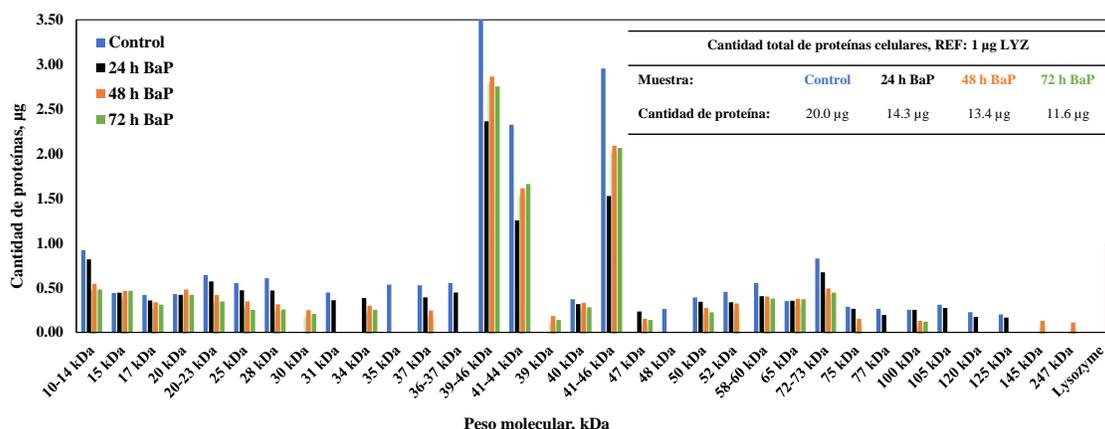


Fig 3. Distribución de pesos moleculares en función del contenido proteico del gel SDS-PAGE1D de la Fig 2(A).

CONCLUSIONES

Los resultados preliminares de este trabajo han demostrado que un enfoque proteómico podría ser de suma importancia en la identificación de enzimas y/o proteínas, relacionadas con los principales metabolitos de BaP producidos durante su biodegradación en cultivos de *Selenastrum capricornutum*. En este sentido, se logró obtener valiosa información sobre los rangos de peso molecular (20, 30, 39 y 65 kDa) de posibles subunidades enzimáticas involucradas en la biodegradación de BaP. Es importante mencionar, que las enzimas que degradan este tipo de contaminantes persistentes parecen ser la clave para el futuro del desarrollo de procedimientos ecológicos de biorremediación. Por esta razón, se deben realizar más estudios de identificación de enzimas en microalgas para investigar los mecanismos involucrados en la degradación de los HAP APM.

PERSPECTIVAS A FUTURO

Aplicar procedimientos de electroforesis en dos dimensiones a estas muestras y realizar una posible identificación de enzimas relacionadas con la biodegradación de BaP por espectrometría de masas.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el proyecto CB 283377 y a la Dirección General de Asuntos de Personal Académico de la Universidad Nacional Autónoma de México DGAPA-UNAM, por la beca posdoctoral otorgada a Manuel Méndez García.

REFERENCIAS

1. Ali, D. C.; Wang, Z. *Microbial Biosurfactants*. **2021**, *17*, 117-146. https://doi.org/10.1007/978-981-15-6607-3_6.
2. Mojiri, A.; Zhou, J. L.; Ohashi, A.; Ozaki, N.; Kindaichi, T. *Sci.Total Environ*. **2019**, *696*, 1-14. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.133971>.
3. USEPA. Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs). United States Environmental Protection Agency. <https://doi.org/https://archive.epa.gov/epawaste/hazard/wastemin/web/pdf/pahs.pdf>.
4. Méndez García, M; García de Llasera, M. P. *Sci. Total Environ*. **2021**, *797*, 1-24.
5. Kadri, T.; Rouissi, T.; Kaur Brar, S.; Cledon, M.; Sarma, S.; Verma, M. *J. Environ Sci*. **2017**, *51*, 52-74. <https://doi.org/10.1016/j.jes.2016.08.023>.

6. García de Llasera, M. P.; Olmos-Espejel, J.; Díaz-Flores, G.; Montaña-Montial, A. *Environ. Sci. Pollut. Res.* **2016**, 23, 3365-3375. <https://doi.org/10.1007/s11356-015-5576-2>.
7. Garcia-Cicouriel, A. Caracterización cromatográfica y espectral de compuestos de degradación provenientes de los HAPs con aplicación a su monitoreo en cultivos de microalgas. Tesis de Maestría. **2015**, UNAM. <http://132.248.9.195/ptd2015/junio/0730799/0730799.pdf>.
8. Görg, A. *Trends in Biotechnol.* **2000**, 18, 3-6. [https://doi.org/10.1016/S0167-7799\(00\)00011-1](https://doi.org/10.1016/S0167-7799(00)00011-1).

CISQM-PP-PO04

Efecto de la fuerza iónica y co-iones sobre la biosorción de níquel divalente a partir de soluciones acuosas por la cáscara de la bellota de encino *Quercus crassipes* Humb. & Bonpl.

Erick Aranda-García, Griselda Ma. Chávez-Camarillo, Eliseo Cristiani-Urbina

Instituto Politécnico Nacional, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Departamento de Ingeniería Bioquímica. Avenida Wilfrido Massieu s/n, Col. Nueva Industrial Vallejo. Unidad Profesional Adolfo López Mateos. Ciudad de México, México.

ecristianiu@yahoo.com.mx; aranda241@hotmail.com

RESUMEN

Uno de los metales pesados tóxicos de mayor presencia en diversos efluentes industriales es el níquel divalente. El objetivo del presente trabajo fue determinar el efecto de la fuerza iónica y la presencia de diversos iones sobre la biosorción de níquel (II) a partir de soluciones acuosas utilizando la cáscara de la bellota de encino *Quercus crassipes* Humb. & Bonpl. como biosorbente. Se evaluó el efecto de la fuerza iónica con concentraciones de NaCl de 0.2 a 2000 mM. Se observó que la capacidad de biosorción de níquel disminuyó a medida que se incrementó la fuerza iónica desde 2 hasta 2000 mM. Por otra parte, se evaluó el efecto de la presencia de KCl, NaNO₃, Na₂SO₄, CaCl₂, MgSO₄ y MgCl₂ a tres niveles de concentración. Los resultados mostraron que a 2 y 20 mM los cationes divalentes provocaron mayor disminución en la capacidad de remoción que los cationes monovalentes. Adicionalmente, los modelos matemáticos de pseudo-segundo orden, Elovich y potencia fraccionaria describieron adecuadamente el proceso cinético de biosorción. Los resultados mostraron que la cáscara de la bellota es de potencial utilidad para biosorber níquel (II) en presencia de otros contaminantes.

CISQM-PP-PO05

Biosorción de cobre a partir de soluciones acuosas por la cabeza de camarón

Erick Aranda-García, Claudia Carolina Vega-García, Eliseo Cristiani-Urbina

Instituto Politécnico Nacional, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Departamento de Ingeniería Bioquímica.
Avenida Wilfrido Massieu s/n, Col. Nueva Industrial Vallejo. Unidad Profesional Adolfo López Mateos. Ciudad de
México, México.

ecristianiu@yahoo.com.mx; aranda241@hotmail.com

RESUMEN

Uno de los metales pesados tóxicos que frecuentemente afecta la calidad de los cuerpos de agua es el cobre. En el presente estudio se evaluó la capacidad de biosorción de cobre de 12 materiales biológicos inactivos y se determinó que la cabeza de camarón fue la que exhibió la mayor capacidad para remover el metal.

Posteriormente se evaluaron algunas variables que influyen sobre la capacidad de biosorción de cobre. El análisis del efecto del pH mostró que el valor óptimo para la remoción fue 5.0 mientras que la evaluación del efecto del tamaño de partícula evidenció que entre 0.149 y 0.297 mm se obtuvo la mayor remoción. Se determinó que la capacidad de biosorción se incrementó al aumentar la concentración inicial de cobre. El modelado matemático mostró que la ecuación de Elovich describe adecuadamente el proceso cinético de biosorción. Finalmente, se elaboró la isoterma de biosorción la cual fue adecuadamente descrita por el modelo de Freundlich. El valor más alto de capacidad de biosorción obtenido fue 192.23 mg g^{-1} , por lo que la cabeza de camarón se puede considerar un biosorbente con potencial para ser empleado en la remediación de efluentes contaminados con cobre.

CISQM-PP-PO07

Determinación de Hidrocarburos Policíclicos Aromáticos y Carbono Orgánico, Carbono Elemental presentes en partículas PM_{2.5} de dos sitios de la Ciudad de México

Fernando Millán-Vázquez, Brenda Liz Valle-Hernández, Mirella Gutiérrez-Arzaluz, Miguel Torres-Rodríguez, Violeta Mugica-Álvarez
Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco, Av. San Pablo #180, Col. Reynosa Tamaulipas CP:02200 CDMX.
fernandomillan117@gmail.com

RESUMEN

Con el fin de conocer más la química de la atmósfera y poder establecer estrategias gubernamentales enfocadas a la gestión y control de la contaminación, que representa una amenaza tanto para la salud como para la economía, se requiere determinar con detalle los daños que originan contaminantes criterio como las partículas. El presente estudio tiene como finalidad conocer los contaminantes adheridos a partículas con diámetro aerodinámico menor o igual a 2.5 micrómetros (PM_{2.5}) del aire en la Ciudad de México (CDMX), ya que se observó que los niveles de este contaminante no se redujeron como se esperaba durante los meses de confinamiento para enfrentar la pandemia de Covid-19, lo que indica que los inventarios de emisión tienen gran incertidumbre y no están considerando todas las fuentes. Aunque diariamente se determinan las concentraciones de PM_{2.5} en la CDMX, el crecimiento de empresas y flota vehicular, así como de instalaciones de servicio en toda la ciudad, requiere tener un mayor conocimiento de las especies que contienen las partículas atmosféricas y compararlas con las que emiten las fuentes contaminantes.

Por este motivo, se realizó una campaña de monitoreo durante un año con los procedimientos operativos de la Agencia de protección Ambiental de Estados Unidos (EPA por sus siglas en inglés), en 2 puntos de la CDMX, uno en la zona Centro y otro en la zona Norte, registrando las variables meteorológicas para poder conocer la dispersión y trayectoria de dichos contaminantes.

Los muestreos se realizaron con equipos de alto volumen (Hi-Vol), utilizando filtros de cuarzo donde se colectaron las PM_{2.5}; se obtuvo la concentración de las partículas, de las especies carbonáceas Carbono Orgánico (OC por su significado en inglés) y carbono elemental (EC por su significado en inglés) y de 18 Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos (HAP's). Asimismo, se determinó su variación en las tres temporadas que se presentan en la Ciudad Caliente Seca (CS) Fría Seca (FS) y Lluvia (LL). Estas especies tienen particular interés, ya que la OMS ha reportado que la exposición a partículas que contienen carbono negro, también conocido como elemental u hollín, es responsable de 4,2 millones de muertes al año, mientras que los HAP's seleccionados son considerados cancerígenos. Estas especies carbonáceas se generan debido a la combustión incompleta.

Este trabajo tuvo como aportación principal la cuantificación de especies peligrosas para la salud y el medio ambiente contenidas en las partículas y su variación en los últimos años, con ello, la autoridad ambiental tendrá datos certeros sobre la variación temporal de las concentraciones en la CDMX lo que contribuirá a conocer el panorama que se tiene en la ciudad que sigue creciendo e introduciendo diferentes fuentes aportadoras de contaminación.

METODOLOGÍA

Se seleccionaron dos sitios de la Ciudad de México, el primero se encuentra en la zona Centro en la estación Merced de la RAMA (Red Automática de Monitoreo Atmosférico) y Norte Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco (UAM-Azc). La campaña tuvo duración de un año en la UAM-Azc y 6 Meses en la Merced con frecuencia de cada 6 días de acuerdo a los protocolos de la NOM-035-SEMARNAT-1993 y de la EPA como métodos de referencia sobre muestreo manual. Se colectaron las partículas con equipos Hi-Vol, Marca Tish

209

Enviromental con un flujo promedio de 1,130 l/min que separa mediante impactadores las partículas con un diámetro aerodinámico menores o iguales a 2.5 μm .

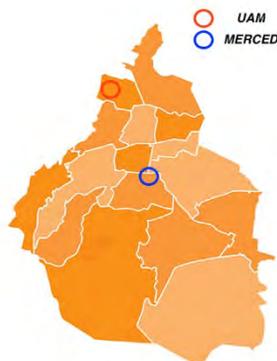


Fig. 1. Sitios de muestreo en la CDMX.

Determinación de la concentración

La concentración de partículas se obtuvo con base en la NOM-035-SEMARNAT-1993, que determina los métodos para reportar la concentración de partículas con base al flujo, tiempo y gravimetría del muestreo.

Determinación de carbono orgánico y elemental

El carbono orgánico y elemental se determinaron por un método termo-óptico mediante el equipo Sunset bajo el método TOT-NIOSH en este método se utilizan las propiedades de refractarias para determinar como parte del método la concentración de EC donde a mayor reflectancia se tiene mayor concentración. El equipo calienta la muestra en una atmósfera de He y oxida el carbono a CO_2 , este se convierte en CH_4 que es detectado mediante el equipo por un detector de ionización de flama, para una primer etapa donde la temperatura se eleva hasta 580 $^\circ\text{C}$ reportando diferentes concentraciones primero de OC a medida que sube la temperatura en el equipo (OC1-120 $^\circ\text{C}$, OC2-280 $^\circ\text{C}$) en ausencia de oxígeno para determinar el carbón orgánico, posteriormente se eleva a 800 $^\circ\text{C}$ en una atmósfera de He al 98 % con O_2 al 5 % para de igual manera oxidar a CO_2 y ser medido en el detector una vez convertido a CH_4 expresado como carbono elemental.

Determinación de Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos (HAP's)

Los HAP's presentes en las partículas se determinaron mediante la técnica utilizada por Valle Hernández et al., (2013), adaptando a la técnica un estándar interno de los 16 HAP's deuterados que la EPA tiene como prioritarios e importantes debido a los estudios que los relacionan con su potencial carcinogénico y mutagénico, además de que HAP's como el Benzo[a]pireno es de los que se tiene mayor información sobre efectos nocivos a la salud por su alta actividad cancerígena. Para medir los HAP's se creó un método donde se identificó cada HAP, esto con ayuda de los iones característicos de cada compuesto y su tiempo de retención en la columna, utilizando una solución isotópica con los 16 HAP's deuterados con concentración de 250 pg/m^3 ; cada HAP nos da como respuesta un área relativa en el equipo, esta se interpreta como la concentración del HAP a esa concentración, después se adicionó la solución isotópica en la mitad del filtro para conocer la eficiencia de la extracción ya que se mide el HAP deuterado al final de la extracción, esta se realiza adicionando en un matraz esmerilado 20 mL de cloruro de metileno, para después sonicar a 60 $^\circ\text{C}$ durante 30 minutos, cada matraz se conectó con un destilador que usaba refrigerante cuidando que la temperatura se mantuviera a -5 $^\circ\text{C}$ para no perder por evaporación los HAP's y así

concentrarlos en el cloruro de metileno una vez expulsados de las partículas. La mezcla de cloruro de metileno y HAP's se vertió en un matraz bola para su posterior reducción, el contenido del matraz bola se llevó hasta 1 mL evaporando el cloruro de metileno con ayuda de un rotavapor a 25 °C y 5 pulgadas de mercurio en vacío.

El concentrado se filtró en un acrodisco con un diámetro de poro de 0.2 µm y se guardó en un vial ámbar. El análisis de los HAP's (y HAP's deuterados) en las muestras de partículas colectado en el vial ámbar se llevó a cabo por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-EM) mediante un CG modelo 6890, acoplado a un EM modelo 5973N, Agilent Technologies, EUA.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las concentraciones de EC y OC para la temporada CS en la Universidad Autónoma Metropolitana se muestran en la Fig. 2, para la UAM-Azcapotzalco se tiene una concentración promedio diaria de PM_{2.5} de 38.3 µg/m³ lo que respeta los valores del límite de la norma, mientras que al comparar con los límites que recomienda la OMS, estos son rebasados en 130% durante este periodo de muestreo, en ningún día se estuvo por debajo de los valores que sugiere la OMS, se presentaron lluvias en distintos días de muestreo, el valor más bajo se presentó el 17 de Abril del 2021 con 21.03 µg/m³ y el valor máximo se tiene para el 12 de Marzo del 2022 con 52.5 µg/m³.

Los aerosoles con OC y EC para todas las temporadas muestran que el OC es hasta 5 veces más alto con respecto al EC, para la UAM-Azcapotzalco el EC se mantiene en concentraciones promedio de 2.6 µg/m³, mientras que el OC se mantiene en 13.3 µg/m³. Para la estación Merced el OC tiene una relación de 5.5 veces más con respecto al EC a concentraciones promedio de 2.4 µg/m³, y 11.8 µg/m³ para OC.

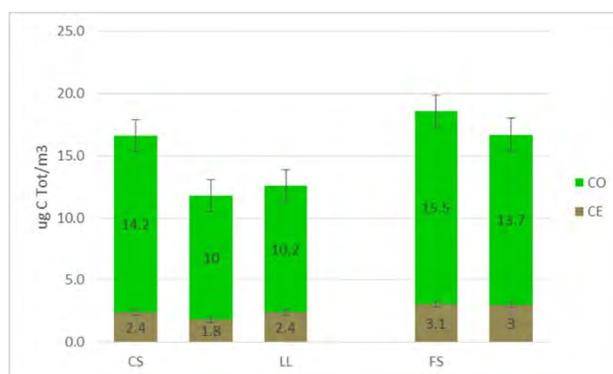


Fig. 2. Concentración de EC y OC en CDMX.

La concentración de los distintos hidrocarburos aromáticos policíclicos es del orden de pg/m³ para la UAM-Azc y se muestran en la Fig. 3, donde se destaca la elevada concentración promedio que tienen los HAP's de mayor peso molecular como el Indeno [1,2,3-cd] pireno y Benzo[a]pireno (1,175 y 850 pg/m³ respectivamente) respecto a las tres temporadas la FS es la temporada con mayor concentración promedio de HAP's seguida de CS y LL, los HAP's para la temporada FS en la Merced fueron los más elevados al igual que la UAM-Azc la concentración de los HAP's aumenta hasta 3 veces con respecto a la temporada FS. Los HAP's de menor peso molecular presentan concentraciones elevadas como el Naftaleno y 2-Metilnaftaleno, estos han sido asociados a emisiones de vehículos a Diésel (Christensen, 2003), también destaca la presencia de HAP's de mayor peso molecular como Indeno[1,2,3-cd]pireno, Benzo[b]fluoranteno y Benzo[k]fluoranteno, Benzo[ghi] Perileno que son asociados a emisiones de vehículos a gasolina, asociados a fuentes industriales y quema de aceites (Ravindra & Van, 2008; Agudo, 2009; Wang et al., 2010), este último puede ser explicado por fugas ocasionadas por desgaste en motores que son quemados en la combustión de los motores, ya que ambos sitios se encuentran cercanos a vías primarias de la CDMX lo que puede originar la presencia de estos HAP's.

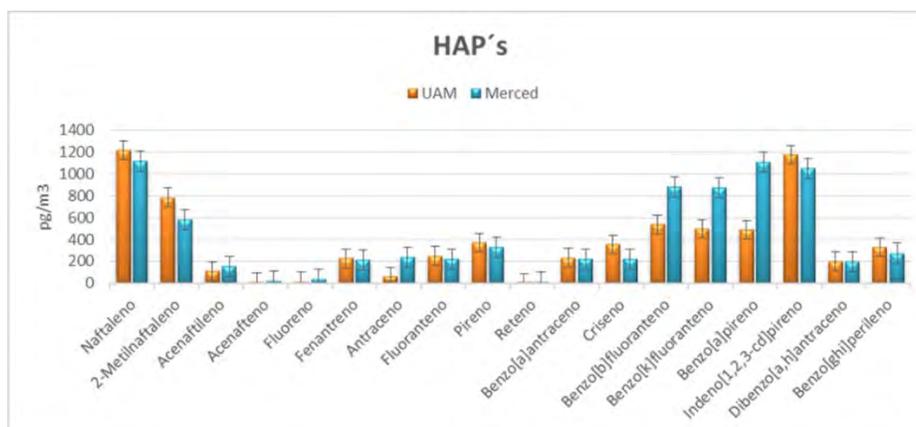


Fig. 3. Promedio anual de la concentración de HAP's en CDMX.

CONCLUSIONES

La temporada FS mantiene una concentración de partículas promedio de $40.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ esta temporada se conoce como "temporada de partículas" debido a que condiciones conocidas como inversión térmica no permiten que las partículas se dispersen en la atmósfera. Se logró identificar los HAP's considerados por la US EPA como prioritarios mediante cromatografía, se destaca la elevada concentración en temporada FS de HAP's de mayor peso molecular como el Indeno[1,2,3-cd]pireno, Benzo[b]fluoranteno, Benzo[k]fluoranteno y Benzo[a]pireno que se mantienen entre los HAP's de mayor concentración todo el año, estos son asociados a emisiones vehiculares (gasolina y diésel), los dos sitios se encuentran cercanos a distintas vialidades primarias en la ciudad lo que indica una aportación por fuentes vehiculares. Las concentraciones de OC en la UAM-Azc y Merced son de gran relevancia debido a que en esta fracción se encuentran compuestos tóxicos como los HAP's que son perjudiciales a la salud y se mantienen 5 a 1 con respecto al EC, este no deja de ser importante debido a que es un contaminante que favorece al calentamiento global del planeta, mientras que la temporada FS mantiene concentraciones más elevadas en ambos sitios ($3.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$), seguida de las temporadas CS y LL. Se recomienda seguir con los muestreos y caracterización de las partículas $\text{PM}_{2.5}$ para monitorear la concentración de los contaminantes adheridos.

REFERENCIAS

1. Valle Hernández B. L., Amador Muñoz O., Jazcilevich Diamant A., Hernández Lopez E. A., Villalobos Pietrini R., Gonzalez Oropeza R. (2013). "Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in particulate matter emitted by the combustion of diesel and biodiesel" *Combust. Sci. Technol.*, 185: 420-434, 2013.
2. Christensen A. (2003). "Polycyclic Aromatic Hidrocarbons in Exhaust Emissions from Mobile Sources". Sampling and determination. Doctoral Thesis. Department of Analytical Chemistry, Stockholm University, Sweden.
3. Ravindra K., Wauters E. & Van G.R. (2008). "Variation in particulate PAHs levels and their relation with the transboundary movement of the air masses". *Science of the Total Environment*. 396, 100-110 DOI: doi.org/10.1016/j.scitotenv.2008.02.018.
4. Agudo A. (2009). "Los Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos (HAP) Acercamiento a su problemática como riesgo laboral". Secretaría de Salud Laboral y Medio Ambiente. MCS-UGT Federación de Industria. Hortaleza, 88 29-31.
5. Wang W, Massey-Simonich SL, Xue M, Zhao J, Zhang N, Wang R, Cao J, Tao S (2010) "Concentrations, sources and spatial distribution of polycyclic aromatic hydrocarbons in soils from Beijing, Tianjin and surrounding areas, North China". *Environmental Pollution* 158: 1245-1251.

CISQM-PP-PO08

Obtención de una Nanoemulsión orgánica basada en aceites esenciales de *Eucalyptus globulus* y *Thymus vulgaris*

Rafael Padilla Palencia, Yamir Bandala Solano, Vianney González López*

Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Campus Estado de México, Departamento de Ciencias, Escuela de Ingeniería y Ciencias, Carretera Lago de Guadalupe Km 3.5, Atizapán de Zaragoza, México.
vianneyg@tec.mx

RESUMEN

Recientemente ha aumentado el interés y el uso de los aceites esenciales en una amplia variedad de aplicaciones, resultado de las diferentes propiedades que presentan. Es de especial interés el elevado potencial que algunos aceites esenciales presentan como biopesticidas tal como es el caso de *Eucalyptus globulus* (eucalipto) y *Thymus vulgaris* (tomillo). Sin embargo, este tipo de sustancias son térmicamente inestables y tienden a sufrir oxidación, por lo que para poder preservar sus propiedades se ha optado por la formación de nanoemulsiones. En el presente trabajo se describen los resultados obtenidos en la formación de nanoemulsiones aceite en agua (o/w) de los aceites esenciales de eucalipto y tomillo utilizando PEG-40 como agente emulsificante mediante el método de ultrasonificación derivando en nanoemulsiones estables con tamaños de partícula que van de 33 a 104 nm.

INTRODUCCIÓN

Las nanoemulsiones (NE) son sistemas coloidales con tamaños de gota que se encuentran en un rango 0.1 a 200 nm, las cuales están compuestas por dos sustancias inmiscibles (líquida y oleosa). Estos productos suelen ser categorizados como agua en aceite (w/o) y como aceite en agua (o/w), en donde uno de los líquidos se dispersa en el otro con ayuda de un emulsificante. Normalmente estas dispersiones suelen tener una apariencia que va de lo turbio a lo transparente dependiendo del tamaño de gota [1]. Los métodos de preparación de NE se clasifican como de baja y de alta energía [2]. Los métodos de baja energía por lo regular requieren de altas concentraciones de surfactante lo cual conduce a formulaciones de toxicidad elevada. Por otro lado, la ultrasonificación es un método de alta energía que resulta sustentable, eficiente y económico puesto que disminuye la cantidad de emulsificante utilizado, así como los tamaños de partícula resultantes.

Los aceites esenciales (EOs) son sustancias aromáticas extraídas de plantas y especias que destacan gracias a sus propiedades antimicrobianas, antifúngicas e insecticidas, como consecuencia de la presencia de metabolitos secundarios con estructura fenólica con la capacidad de destruir la membrana celular de los agentes patógenos [3]. Generalmente, los EOs son reconocidos por la FDA como sustancias seguras por su origen natural [4]. Particularmente, los aceites esenciales de eucalipto (*Eucalyptus globulus*) y tomillo (*Thymus vulgaris*) han mostrado un alto potencial como biopesticidas al ser eficientes inhibidores de microorganismos tales como *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella typhimurium* y *Escherichia coli* entre otros, los cuales contaminan principalmente a los alimentos [5,6]. Debido a que los EOs están formados en su mayoría por compuestos volátiles y por sustancias insolubles en agua, son susceptibles a procesos de oxidación o de degradación térmica, por lo que una posible solución para evitar estos fenómenos es nanoencapsularlos; sin embargo, la obtención de NE estables sigue siendo un reto debido a que los EOs generalmente muestran tendencia al cremado, a la separación de fases y a la floculación [7]. Es por ello que en el presente trabajo se muestran los resultados obtenidos en la obtención de NE estables basadas en EOs de eucalipto y tomillo utilizando ultrasonificación.

MÉTODOS EXPERIMENTALES Y CARACTERIZACIÓN

Las NE conteniendo aceite esencial de eucalipto y tomillo (ETEU) se prepararon mediante ultrasonificación utilizando un equipo Hielscher UP400St. La fase oleosa estaba compuesta por 2.5 % (m/m) de aceite esencial de eucalipto y 2.5 % (m/m) de aceite esencial de tomillo, mientras que la fase acuosa estaba formada por 5 % (m/m) de PEG-40 (aceite de ricino hidrogenado, emulsificante) y 91 % (m/m) de agua destilada. Esta última fase se homogeneizó a baño María a una temperatura entre 40 y 45 °C, observándose un cambio en la disolución de blanca a transparente. Una vez homogénea la fase acuosa, se colocó en el ultrasonificador a una amplitud del 50 % (A) y una frecuencia del 100 % (C) durante 60 segundos. En este lapso tiempo se fue adicionando por goteo la fase oleosa obteniéndose la emulsión resultante con una apariencia blanca y turbia, por lo que se dejó reposar durante 15 min a temperatura ambiente para posteriormente colocar esta mezcla en un baño ultrasónico de baja energía (40 kHz) durante 30, 60, 90, 120 y 180 minutos.

La determinación de la distribución del tamaño de gota, potencial Z y el índice de polidispersidad (PDI) de las NE se realizaron por medio de un equipo Zetasizer Advance Ultra (DLS, Malvern Instruments, UK), siendo el PDI una medida de la homogeneidad y estabilidad en un sistema NE y el potencial Z un indicador de la estabilidad de la NE. Para los ensayos de estabilidad se realizaron pruebas de pH por medio de la adición lenta de NaOH a 0.1M a razón de 0.1 mL donde se registraron los cambios por medio de un potenciómetro FiveEasy (Mettler Toledo, MX). En esta prueba se buscó la precipitación de sólidos y la separación de fases. Por otro parte, se hizo una prueba de centrifugación la cual consistía en someter la NE a 40 minutos de centrifugado a 3500 rpm en dos intervalos de 20 minutos con el objetivo de observar la separación de fases, la precipitación de sólidos y/o cambios en la apariencia de la muestra.

Para la caracterización de las propiedades físicas se utilizaron los equipos de un viscosímetro DVE (Brookfield Ametek, USA) para la medición de la viscosidad, turbidímetro HI-88713 (Hanna Instruments, UK) para la medición de la turbidez y un refractómetro Abbe NAR-1T LIQUID (ATAGO, JP) para la medición de los grados brix.

Para la determinación de la composición del sistema nanoemulsionado de eucalipto y tomillo, el agua destilada y finalmente los aceites esenciales de eucalipto se realizaron espectros de infrarrojo (IR) por medio de espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) utilizando reflectancia total atenuada (ATR) con el equipo IRAffinity-1S (Shimadzu, JP).

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Para la obtención de las NE se realizaron distintas pruebas cambiando la formulación de éstas; de igual manera, se evaluaron distintos procedimientos de emulsificación de baja energía tales como agitación mecánica mediante un homogeneizador, agitación con vórtex y agitación ultrasónica, observando en todos ellos la formación de emulsiones inestables y/o con tamaños de partícula a nivel macro requiriendo además tiempos largos de homogeneización. Los mejores resultados se obtuvieron al utilizar un método de alta energía con ayuda de un ultrasonificador y un tratamiento de sonicación de baja energía. Cabe mencionar que, aunque se optó por un método de alta energía, los tiempos de sonicación se redujeron considerablemente al igual que el tamaño de las gotas que conforman al nanoencapsulado de los aceites esenciales.

La caracterización de las NE se muestra en la Tabla 1 y Fig. 1, en donde es posible observar cómo cambia el tamaño de gota a diferentes tiempos en un baño de sonicación de baja energía posterior a la ultrasonificación en la obtención de la NE de aceite esencial de eucalipto y de tomillo. Los resultados muestran una tendencia en la reducción del tamaño de la gota y el PDI del sistema nanoemulsionado al aumentar el tiempo de 30 a 180 minutos, alcanzando la mayor estabilidad y menor tamaño de partícula al minuto 180 (ver gráfica verde, Fig. 1). Esto se puede corroborar al analizar los datos presentados en la Tabla 1, en donde el tamaño promedio de la nanogota disminuye de 104.4 a 33.01 nm. La misma tendencia se observa al analizar los datos obtenidos del índice de polidispersidad, el cual es una medida de la estabilidad y homogeneidad de los diferentes tamaños de gota que se encuentran en la NE: valores cercanos a cero indican una distribución de tamaño uniforme y una mayor estabilidad

214

de la formulación del sistema nanoestructurado. El PDI calculado para cada una de las muestras en diferentes tiempos de sonicación confirma que la NE más estable se obtiene al minuto 180 mostrando un PDI de 0.1645. El potencial Z de la NE a los 180 de la sonicación de baja energía tuvo un valor de 0.6573 mV, este se puede ver en la Fig. 1 (A).

Tabla 1. Tamaños de gota e índice de polidispersidad a distintos tiempos de sonicación de baja energía posterior a la ultrasonificación (ver Métodos experimentales).

Tiempo de sonicación (min)	PDI	Tamaño Promedio (nm)	Pico 1 (nm)	Pico 2 (nm)
0	0.4526	104.4	203.7	39.49
30	0.5012	96.34	197.1	34.55
60	0.2503	38.38	177.8	38.21
90	0.232	35.38	50.44	24.42
120	0.2014	36.23	177.7	39.98
180	0.1645	33.01	36.17	-

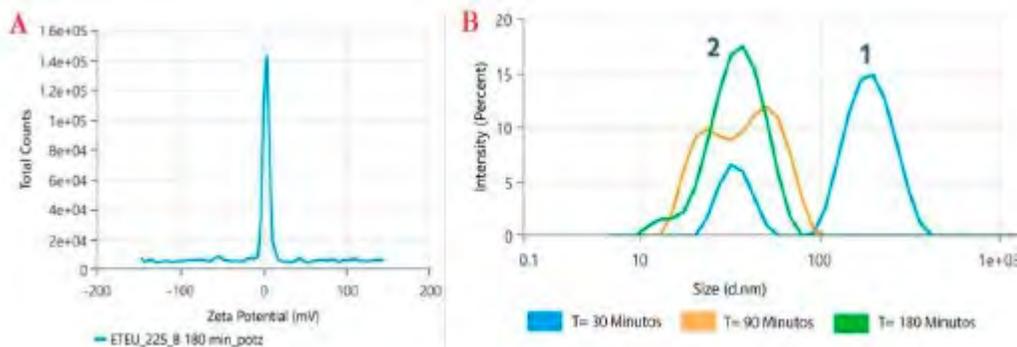


Fig. 1. (A) Gráfica de distribución de potencial Z muestra 180 minutos de baño ultrasónico (0.6573 mV), **(B)** Gráfica de análisis de distribución de tamaños a diferentes tiempos de sonicación de baja energía.

Las propiedades físicas de la NE se pueden ver en la Fig. 2 en donde la medición de la viscosidad se realizó en un tubo de centrifugación y se obtuvo un valor de 5.22 cP. En el caso de la turbidez se obtuvo un valor de 109 NTU y finalmente por medio del uso del refractómetro se determinó que esta tenía 9.2 °Bx.



Fig. 2. (A) Medición de la viscosidad utilizando un viscosímetro. **(B)** Medición de grados brix utilizando un refractómetro. **(C)** Turbidímetro utilizado para la medición de la turbidez en NTU.

Los espectros de IR de las muestras de los aceites esenciales de eucalipto y tomillo, agua destilada y la NE de eucalipto y tomillo (ETEUE) se muestran en la Fig. 3. El espectro (B) corresponde a la muestra de la NE ETEUE la cual tiene dos bandas de absorbancia debidas al estiramiento del O-H en la región de 3300 cm^{-1} y plegamiento tipo tijera H-O-H en 1635 cm^{-1} . Estas bandas se encuentran en la muestra de agua destilada (C) con un porcentaje de transmitancia sumamente similar. Por otro lado, el espectro (D) corresponde a la muestra del aceite esencial de eucalipto con bandas de absorbancia características en 2900 cm^{-1} , 975 cm^{-1} y el espectro (E) corresponde a aquel del aceite esencial de tomillo con una banda semejante a la de eucalipto en 2900 cm^{-1} y una en 1107 cm^{-1} . En la parte (A) se muestran los espectros sobrepuestos de la NE ETEUE, el aceite esencial de eucalipto y el agua destilada, donde se puede notar la enorme similitud entre el agua y la NE ETEUE, sin embargo, se puede notar que existen ligeras diferencias entre estos dos en 2900 cm^{-1} y 1100 cm^{-1} , las cuales pueden ser debidas a la presencia de bandas de baja transmitancia que aparecen en esas regiones específicas de los aceites esenciales de tomillo y eucalipto, sugiriendo que efectivamente se encuentran los aceites esenciales de eucalipto y tomillo encapsulados dentro del sistema.

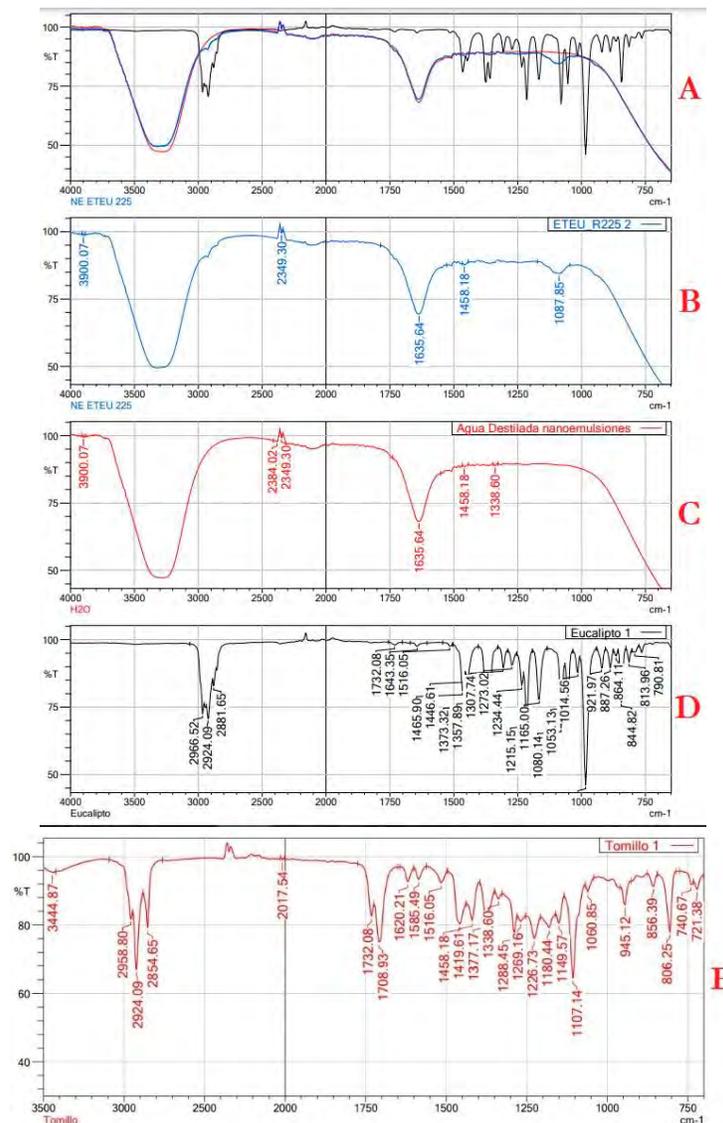


Fig. 3. Espectros IR de las muestras analizadas **(A)** sobreposición de espectros de agua destilada, aceite esencial de eucalipto, NE ETEU, **(B)** NE ETEU, **(C)** Agua destilada, **(D)** Aceite esencial de eucalipto, y **(E)** Aceite esencial de tomillo.

Para la prueba de estabilidad de pH de la NE ETEU se registró un pH inicial ligeramente ácido de 5.2, esto se puede ver reflejado en la Fig. 4(A) y en la Tabla 2, en la cual también se muestran las mediciones de pH a diferentes cantidades de NaOH agregado al sistema. La razón de este pH ligeramente ácido puede ser debido a la presencia de los compuestos 1-8 Cineol y Timol los cuales son algunos de los componentes principales de los aceites esenciales de eucalipto y tomillo respectivamente. Conforme se fue adicionando la solución de NaOH (0.1M) se buscaron cambios en la coloración o la separación de fases en la sustancia, sin embargo, no se pudo notar ningún cambio en la composición de la NE incluso cuando esta estaba en un pH de 12.98. Una vez finalizado el

experimento se pudo ver que la NE ETEU es estable a un pH básico, o que al menos el deterioro de este no es inmediato, sino un proceso periódico.

En la prueba de estabilidad de centrifugación una vez finalizados los primeros 20 minutos, no se pudo notar la precipitación de sólidos o la separación de fases, por lo que se volvió centrifugar por 20 minutos adicionales. Finalizados los 40 minutos del procedimiento se notó la aparición de un sólido blanco en el fondo del tubo de centrifugado tal y como se muestra en la Fig. 4(B), el cual indica que hubo una ligera descomposición, pero cabe recalcar que fuera de esto no se notaron cambios significativos en el sistema.

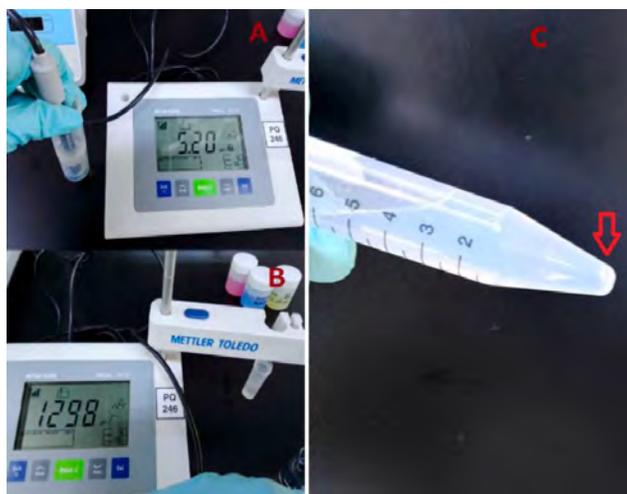


Fig. 4. (A) NE ETEU en un potenciómetro con el pH, (B) pH final de la NE (1 mL de NaOH adicionado), (C) NE después de haber sido expuesta a centrifugación durante 40 minutos a 3500 rpm con la aparición de un ligero sólido de color blanco señalado por la flecha roja.

Tabla 2. Valores de pH con respecto a la cantidad de NaOH 0.1 M adicionado (ver Métodos experimentales)

mL de NaOH	pH
0	5.2
0.1	11.84
0.2	12.24
0.3	12.44
0.4	12.6
0.5	12.7
0.6	12.78
0.7	12.85
0.8	12.9
0.9	12.93
1	12.98

CONCLUSIONES

Se logró obtener una nanoemulsión orgánica estable de tipo aceite-agua (o/w) basada en los aceites esenciales de *Eucalyptus globulus* y *Thymus vulgaris* alcanzando tamaños de nanogota hasta 33.01 nm a través de un método combinado con ultrasonificación y de sonicación de baja energía con PEG-40 como agente emulsificante. Adicionalmente, se pudieron observar los efectos de la homogeneización sónica de baja energía en la reducción de tamaños de gota y polidispersidad, siendo una exposición de 180 minutos la que mostró los mejores resultados de polidispersidad y de tamaño de nanogota, además de mostrar valores de turbidez de 109 NTU, potencial Z de 0.6573 mV, 9.2 °Bx y 5.22 cP de viscosidad. Adicionalmente se pudo demostrar la existencia de bandas de absorbancia características de los compuestos principales de los aceites esenciales de eucalipto y tomillo, confirmando una dispersión exitosa de estos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Campus Estado de México por las facilidades otorgadas para la realización de este proyecto, especialmente al M.C. Jorge Rebollar y al Q. Christian Zaragoza por el apoyo brindado en los laboratorios de Química.

REFERENCIAS

1. Adil, M.; Onaizi, S. A. *Fuel*, **2022**, 319, 123667.
2. Song, R.; Lin, Y.; Li, Z. *Ultrasonics Sonochemistry*, **2022**, 82, 105904.
3. Liu, F.; Jin, P.; Gong, H.; Sun, Z.; Du, L.; Wang, D. *Poultry Science*, **2020**, 99(10), 5127.
4. Trinetta, V.; Morgan, M. T.; Coupland, J. N.; Yucel, U. *Journal of Food Science*, **2017**, 82, 471.
5. Callegaro, M. V.; Filippin, L. C.; Nunes, S. G.; Vianna, R. C. S.; Gündel, A.; Gonzalez, S. M.; Ferreira, A. O. *Natural Product Research*, **2021**, 35(24), 6210.
6. da Silva, S. G.; Nunes, S. G.; Vianna, R. C. S.; Teixeira, J. S.; Borges de Menezes, L. L.; Correa, A. A.; Ferreira, A. O. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, **2020**, 57, 101762.
7. Adak, T.; Barik, N.; Patil, N. B.; Govindharaj, G.; Gadratagi, B. G.; Annamalai, M.; Mukheerji, A. K.; Rath, P. C. *Industrial Crops and Products*, **2020**, 143, 111849.

CISQM-PP-PO09

Base de Datos (1984-2022) de Composición Química de Sargazo: Análisis elemental

Ma. Teresa de J. Rodríguez-Salazar¹, Flora E. Mercader-Trejo², Minerva Monroy –Barreto¹, Raúl Herrera-Basurto^{3,5}, Analaura Skladal-Méndez⁴, Ariana J. Morales-Velázquez⁴, Arlett G. Gómez –Carrasco⁴, Caterin Gutiérrez-Sánchez⁴, Eric D. Delgadillo-Mendoza⁴, Esperanza E. Mendoza-Solís⁴, Ilse P. Bernal-España⁴, Ma. Fernanda Leyvas-Acosta⁴

¹Depto. de Química Analítica, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), Cd. Universitaria, CDMX, México, CP04510.

²Universidad Politécnica de Santa Rosa de Jáuregui (UPSRJ).

³Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI).

⁴Facultad de Química, UNAM.

⁵Total Metrology in Chemistry (TMiC), Querétaro, México, CP 76148.

mtjrs@quimica.unam.mx; mtjrs.papime2020@gmail.com

RESUMEN

Se presenta la Base de Datos organizada por composición química elemental de muestras reales de la macro-alga parda (sargassum) obtenida como resultado de investigación documental especializada a nivel internacional, con el objetivo de brindar una herramienta analítica para la gestión integral (recolección, uso y disposición final) del sargazo. Considerando la extensión de la información correspondiente al período de los años 1984-2002, se desarrollaron dos archivos Excel que se pueden visualizar en el sitio AMyD (Administrador de Manuales y Documentos, repositorio institucional) de la Facultad de Química, UNAM): <https://amyd.quimica.unam.mx/course/view.php?id=662§ion=5>.

INTRODUCCIÓN

El origen y ubicación del sargazo flotante se relaciona con la Región Norte-ecuatorial de Recirculación (NEER), el Mar de los Sargazos y las corrientes principales en el Atlántico Central [15, 24, 27,29]. Los tapetes de sargazo flotante se pueden agrupar debido a las Circulaciones oceánicas de Langmuir [24,37]. La macroalga parda *Sargassum* se clasifica según Puspita, 2017 [28] en: Phylum: OcropHYta, Class: Phaeophyceae, Order: Fucales, Family: Sargassaceae, Genus: Sargassum. Hinds et al, 2016 [29] resalta el valor ecológico de los tapetes flotantes del alga marina, por ser hábitat para gran diversidad de especies marinas como refugio y alimento.

Diversos métodos y técnicas se han utilizado para analizar la composición química de muestras de sargazo recolectadas en diversas ubicaciones geográficas. El tener información reciente y actualizada sobre el tema, permitirá contribuir con la comunidad científica en aportar y difundir el conocimiento para que el fenómeno del sargazo en nuestro país se aborde para una gestión integral con base en la composición química, e identificar aplicaciones potenciales.

El objetivo del presente trabajo es presentar la base de datos de composición química en muestras de sargazo y un breve análisis de años recientes (2019-2022) a nivel internacional, especificando la información reportada de estudios en México (1998-2022). Lo anterior, para brindar una herramienta para la gestión integral (recolección, uso y disposición final) de la macroalga marina, incluyendo la información correspondiente a los procesos de medición analítica.

METODOLOGÍA

La investigación documental especializada se realizó empleando la plataforma www.bidi.unam.mx (Dirección General de Bibliotecas, UNAM). Se localizaron setenta y cuatro referencias abarcando el período 1984-2022,

resaltando: a) Diez artículos de la revista *Journal of Applied Phycology*, b) Tres tesis doctorales y una de maestría, c) Cuatro artículos de la revista *Science of the Total Environment* y d) Cuatro publicaciones de la revista *Algal Research*.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La base de datos se desarrolló en formato Excel, como parte del proyecto PAPIME 210820 (Sitio AMyD, Facultad de Química, UNAM), y contiene los siguientes rubros principales: a) DOI o Link de acceso a la referencia, b) Interés de aplicación del análisis de composición química, c) Sitio y puntos de Muestreo, d) Especies analizadas del género *Sargassum*, e) Tratamiento de muestra físico y químico, f) Metodología analítica (incluyendo la metrología, empleando materiales de referencia certificados) y g) Especies químicas analizadas y su nivel de concentración.

En la tabla 1 se presenta un extracto en años recientes (2019-2022) de la información reportada, en donde se observa el origen de las diversas especies de sargassum: a) *S. fluitans* y *S. natans* se localizan en el Caribe, b) *S. muticum* en la Península Ibérica, c) *S. polycystum* y *S. spp* (especie también reportada en Baja California Sur, México por Carrillo-Domínguez et al, 2002) en el Sudeste Asiático, d) *S. fusiforme*, *S. fulvellum*, *S. wigthii*, *S. crassifolium* y *S. swartzii*, en otras regiones de Asia, e) *S. ilicifolium*, *S. angustifolium* y *S. boveanum* en el Golfo Pérsico, f) *S. elegans Suhr 1840* y *S. vulgare* (especie citada en Costas de Brasil por Marinho-Soriano, et al 2006) en África. Las técnicas analíticas más utilizadas son: a) Espectrometría de Absorción Atómica en las modalidades de Flama y Horno de Grafito (FAAS y HGAAS, respectivamente), b) Espectrometría de Emisión Atómica-Plasma Inductivamente Acoplado y Acoplamiento con Espectrometría de Masas (ICP-AES e ICP-MS, respectivamente) y c) Análisis elemental por combustión empleando detectores de infrarrojo y conductividad térmica para cuantificación de C, H, N, S (y el oxígeno por diferencia). El uso de materiales de referencia certificados (MRC), no es frecuente, al respecto se mencionan: a) Material algal: IAEA-392 e IAEA-446, b) tejido vegetal: BCR-402, y c) Material geológico (Es-2 y Es-4) que se utilizaron para validar la precisión de los resultados mediante Fluorescencia de Rayos X (XRF).

La tabla 2 muestra información de estudios realizados en México, indicando los niveles de concentraciones de los analitos de interés. Las especies analizadas son: 1) *S. fluitans* y *S. natans* en el Caribe Mexicano, 2) *S. vulgare* en el Golfo de México, 3) *S. spp*, *S. horridum*, *S. herporizum* y *S. sinicola* en Baja California Sur.

Tabla 1. Estudios de composición química (2019-2022) elemental en especies del género *Sargassum*.

Especie	Sitio de Muestreo	Analitos	Técnica Analítica	MRC	Referencia
<i>S. fluitans</i> , <i>S. natans</i>	Quintana Roo, México	As	GFAAS	IAEA-392 (Algas)	Ortega-Flores et al, 2022
		Cd, Cu, Fe, Pb, Zn	FAAS		
	Quintana Roo, México	Al, As, Ba, B, Cu, Ni, Pb, Zn, Cd	ICP-AES		Alzate-Gaviria et al, 2021
	Caribe Mexicano	Al, As, Ca, Cl, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, P, Pb, Rb, S, Si, Sr, Th, U, V, Zn	FXL-XRF	Es-2, Es-4 (Materiales geológicos)	Rodríguez- Martínez et al (2020)
Port Royal, Jamaica	Na, Mg, Al, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu,	ICP-MS		Davis et al, 2021	

		Zn, As, Cd, Ba, Pb, U			
	Consey Bay, Barbados	Na, Mg, Al, P, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Cd, Hg, Pb			Thompson et al, 2020
		C, N, O, H, S	Analizador elemental por combustión		
<i>S. muticum</i>	Pontevedra, España	Na, K	AES		Torres et al, 2021
		Ca, Mg, Cu	AAS		
		Cr, Cd, Pb	ICP-MS		
	Figueira da Foz, Portugal	Ca, K, Na, Mg, Cu, Pb, Hg, Cr, Cd			Álvarez-Viñas et al, 2019
		Mo, B, Zn, P, Cd, Co, Ni, Mn, Fe, Mg, Ca, Cu, Na, Al, K	ICP-AES		Rodrigues et al, 2019
	C, H, S	Analizador elemental por combustión			
	N				
<i>S. polycystum</i>	Sebesi Island, Indonesia	Mn, Ba, Zn, Fe, Cu, Se, Mo	FAAS		Sumandiarsa et al, 2020
	Manicani Island, Filipinas	Ni, Cu, Pb	MP-AES		Corales-Ultra et al, 2019
<i>Sargassum spp</i>	Yogyakarta, Indonesia	Cu, Pb, Zn	FAAS		Dewi et al, 2019
		Cd	GFAAS		
		K	FF		
		P	UV-Vis		
		C	Volumetría y UV-Vis		
		N	Volumetría		
Cont. Tabla 1					
Especie	Sitio de Muestreo	Analitos	Técnica Analítica	MRC	Referencia
<i>S. fusiforme</i>	Wenzhou City, China	As, Cr, Cd, Cu, Hg, Pb, Zn	ICP-MS		Su et al, 2021
<i>S. fulvellum</i>	Tongyeong, Korea	As, Ca, Cd, Cl, Cu, F, Fe, Mn, P, Pb, Zn	FAAS		Choi, et al (2020)

		Co, Cr, Na, Mg, S, Se	ICP-AES		
		Hg	FIMS		
<i>S. wigthii</i>	Tamil Nadu, India	C, H, N, S	Analizador elemental por combustión		Ajith et al, 2019
<i>S. wightii</i> , <i>S.</i> <i>crassifolium</i> , <i>S.</i> <i>polycistum</i>	Mannar, Sri Lanka	K, Na, Ca, Mg, Fe, Mn, Zn, Cu, Ni, Co, Cr, Se, Pd, As, Cd	ICP-MS		Thadhani et al, 2019
<i>S. wightii</i> , <i>S.</i> <i>swartzii</i>	Mundapam, India	Na, K, Ca, Mg, P, Fe, Cu, Zn, Mn			Yoganandham, et al 2019
<i>S. ilicifolium</i> , <i>S.</i> <i>angustifolium</i>	Qeshm Island, Persian Gulf	Ca, Mg, Fe, Mn, Cu, Zn	FAAS		Kordjazi et al (2019)
<i>S. boveanum</i>	Northern Gulf, Kuwait	²¹⁰ Po, ²¹⁰ Pb	Espectrometría Alfa	IAEA 446 (alga marina)	Uddin et al, 2019
<i>S. elegans</i> Suhr 1840	Durban, South Africa	As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Se, Zn	ICP-AES	BCR-402 (tejido vegetal, trébol)	Magura et al, 2019
<i>S. vulgare</i>	Monufia Governorate, Egypt	K, Ca, Mg, Fe, S			Mahmoud et al, 2019
<i>Sargassum</i>	Brazilian Coast	C, N	Analizador elemental por combustión		Gouvêa et al, 2020

FF: Fotometría de emisión de flama

FAAS: Absorción Atómica-Flama

GFAAS: Absorción Atómica-Horno de Grafito

ICP-AES: Espectrometría de Emisión Atómica-Plasma Inductivamente Acoplado

ICP-MS: Espectrometría de Emisión Atómica-Plasma Inductivamente Acoplado a Masas

XRF: Fluorescencia de Rayos X

MP-AES: Espectrometría de Emisión Atómica de Plasma por Microondas

FIMS: Analizador de Mercurio por Inyección de Flujo

UV-Vis: E spectrofotometría Ultravioleta-Visible

Tabla 2. Estudios en México de composición química de macroalgas *Sargassum* (1998-2022).

Referencia	Sitio de Muestreo	Especie	Analitos	Niveles de concentración de especies químicas analizadas
Ortega-Flores et al, 2022	Puerto Morelos, Quintana Roo, México	<i>S. fluitans</i> , <i>S. natans</i>	As, Cd, Cu, Fe, Pb, Zn	mg/kg peso seco As 9.5-255.2 Cd < 0.02 -2.6 Cu <0.01 a 2.85

				Fe < 0.07 a 78.2 Pb < 0.05 a 20.7 Zn < 0.02 a 62.8
Alzate-Gaviria et al, 2021		<i>Sargassum spp</i> (<i>S. natans</i> y <i>S. fluitans</i>)	Al, As, Ba, B, Cd, Cu, Ni, Pb, Zn	mg/kg Al 33.81 - 61.88 As 76.49 - 115.66 Ba, 13.73 - 16.7 B 204.36 - 228.83 Cu 3.83 - 4.51 Ni <LD a 2.5 Zn 30.8 - 80.54 Pb < LD Cd 0.44 a 0.47
Rodríguez-Martínez et al, 2020	Caribe Mexicano (Contoy Island, Puerto Morelos, Cozumel, Mahahual, Chinchorro, Xahuayxol, Xcalak	<i>S. fluitans III</i> , <i>S. natans I</i> y <i>S. natans VIII</i>	Al, As, Ca, Cl, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, P, Pb, Rb, S, Si, Sr, Th, U, V, Zn	ppm peso seco Al <LD -500 As 24-172 Ca 23, 273 a 136, 146 Cl 747-53101 Cu < LOD a 540 Fe <LOD a 11 K 1990 - 46002 Mg < LOD - 13662 Mn 40 - 139 Mo < LOD - 7 P 228 - 401 Pb < LOD a 3 Rb 30 - 143 S 9462 - 24773 Si 447 - 2922 Sr 1605 - 2564 Th 5-23 U 11-48 V <LOD a 13 Zn <LOD a 17
Castellanos-Ruelas et al, 2010	Chuburná, Progreso y Chicxulub, en el estado de Yucatán	Sargasso	Cu, Co, Fe, Mg, Zn	% peso seco Mg 0.45
				ppm peso seco Fe 277.1 Cu 20.6 Zn 49.7 Co 3.09

Uribe- Orozco et al, 2018	Barra de Cazonos, Veracruz	<i>S. vulgare</i>	Cu, Cd, Cr, Ni, Pb, Zn	mg/kg Cu 3.251 Cd 1.025 Cr 1.4 Ni 6.001 Pb 8.002 Zn 17.604	
Hernández-López, 2014	Cd Madero, Tam	<i>Sargassum</i>	C, N, S	% N 0.46 A 4.55 C 3.85 a 4.42 S 2.02 a 2.26	
Di Filippo Herrera, 2018	Península BC	<i>S. horridum</i>	B, Ca, Cl, Fe, N, Na, K, P, Zn	% C 1.19 N 0.84 P 0.12 K 1.55 Ca 0.05 Na 0.08 Cl 0.07 Fe 2.33 Zn 0.24 B 8.6	
Carrillo et al, 2012	BCS	<i>S spp</i>	Ca, Cu, Fe, Mg, Na, K, P, Zn	mg/100 g Ca 3.21 P 0.1 Na 20.1 K 5.77 Mg 0.9	ppm Cu 1 Zn 1600 Fe 3600
Casas-Valdés et al 2006	Bahía de la Paz, BCS		Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, Pb, Zn	mg/100 g Na 2066.8 K 6800.4 Ca 500.7 Mg 701.4 P 44.9 Mn 5.3 Zn 0.98 Fe 41.2 Cu 0.66 Pb 0.2	
Gójon-Báez et al, 1998			Ca, Mg, Na, K, P	mg/g Mg 138.3 K 24.4 Na 24.5 Ca 32.7	

				P 27.9	
Carrillo- Domínguez et al, 2002		<i>S. herporizum</i> , <i>S. sinicola</i>	Ca, Cu, Fe ,Mg , Na, K, P Zn,	g/100 g Ca 6.74 - 7.28 P 0.5 - 0.53 Na 3.2 - 3.44 K 3.91 - 5.51 Mg 1.39 - 1.4	mg/kg Zn 32 - 50 Cu 47 Fe 419 - 458

Los analitos reportados en mayor nivel de concentración son: Na, Mg, K, Ca, C, N, S. Se han realizado estudios para conocer los niveles de concentración de elementos esenciales (Fe, Cu, Co, Mn, Zn, Cr, Ni, Si, Mo, Se, Al, B, Cl, P), y no-esenciales y tóxicos para el organismo humano (por ejemplo: Pb, As, Cd, reportados por Ortega-Flores et al, 2022; Alzate-Gaviria et al, 2021; Rodríguez-Martínez et al, 2020; Uribe-Orozco et al, 2018). Rodríguez-Martínez, et al 2022 reporta el análisis de Th (elemento del grupo de Tierras Raras) con concentración 5-23 ppm (el nivel traza de concentración, indica valores menores a 100 ppm).

La base de datos (BD) cuenta además con información de composición molecular (entre ellos, compuestos bioactivos con aplicaciones diversas: industria alimentaria, tratamiento de enfermedades cardiovasculares, productos nutraceuticos, cosmética, fertilizantes, etc..).

El procesamiento de la BD se llevó a cabo por estudiantes de licenciatura, identificando las siguientes oportunidades de mejora en la adquisición de conocimiento en el área de química analítica, respecto a los términos: a) Elemento, molécula, compuesto; b) Analito, muestra, matriz; c) Unidades de concentración; d) Tratamiento de muestra (físico y químico); e) Material de referencia certificado, exactitud, precisión; f) Técnica Analítica, Análisis cualitativo y cuantitativo.

CONCLUSIONES

Los dos archivos de Excel correspondientes a la base de datos de composición química elemental resultante de la investigación documental especializada, se pueden consultar a través del enlace: <https://amyd.quimica.unam.mx/course/view.php?id=662§ion=5>.

Se reportaron estudios de composición química en las siguientes especies del género *Sargassum*: *S. fluitans* y *S. satans*, *S. muticum*, *S. polycystum*, *S. spp*, *S. fusiforme*, *S. fulvellum*, *S. wigthii*, *S. crassifolium* y *S. swartzii*, *S. ilicifolium*, *S. angustifolium* y *S. boveanum*, *S. elegans Suhr 1840* y *S. vulgare*. Específicamente en México: *S. fluitans* y *S. natans*, *S. vulgare*, *S. spp*, *S. horridum*, *S. herporizum* y *S. sinicola*.

Las especies químicas reportadas son: Na, Mg, K, Ca, C, N, O, H, Al, B, V, Cr, Mn, Hg, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Cd, Ba, Pb, U, Cl, Th, Mo, P, Rb, S, Si, Sr, Se, Pd. Y los isótopos ^{210}Po y ^{210}Pb . Particularmente en México, los analitos reportados en mayor nivel de concentración son: Na, Mg, K, Ca, C, N, S. Identificando estudios reportados para el análisis de elementos esenciales (Fe, Cu, Co, Mn, Zn, Cr, Ni, Si, Mo, Se, Al, B, Cl, P), y no-esenciales y tóxicos para el organismo humano (por ejemplo: Pb, As, Cd). Y se encontró también la información reportada para Th (Tierras Raras) en concentración traza.

Las técnicas analíticas para cuantificación elemental más utilizadas son: Espectrometría de Absorción Atómica, Espectrometría de Emisión Atómica-Plasma Inductivamente Acoplado y Acoplamiento con Espectrometría de Masas y el denominado Análisis elemental (C, H, N, S y O por diferencia. El uso de materiales de referencia

certificados (MRC) para evaluar la calidad analítica, no es de uso frecuente (se han utilizado IAEA-392 y IAEA 446, matriz biomasa algal).

AGRADECIMIENTOS

PAPIME 210820, Dra. A. Peña-Álvarez, Dra. O. Zamora-Mtz, MI I. Zaldívar-Coria, Dr. J.C. Aguilar-Cordero, MI C. Flores-Ávila, QFB G. García Rmz, A. A. Aban-Estrella, E. F. Linares Vázquez, R. Zúñiga-Moreno, B. Cervantes-Fuentes, J. Hernández-Hdz, P. Santiago de Rosas, Fdo. A. Núñez-Valdés, S. Ramírez-Arenas, C. Ceferino-Martínez, L.C. Cañibe-García, R. S. Cortés-Lagunes, L.A. Enciso-Alcántara, D. Flores-Acosta, B. A. Briones-Glz, Dras. M.E. Núñez-Gaytán, A.M. Núñez-Gaytán, M. en C. M.R. Covarrubias –Herrera, Q. A. Acosta-Huerta, M. en C. S.C. Gama-González, Dr. J.J. Recillas M.

BIBLIOGRAFÍA

1. Ortega-Flores, P.A.; Serviere-Zaragoza, E.; De Anda-Montañez, J.A.; Freile-Pelegrín, Y.; Robledo, D.; Méndez-Rodríguez, L.C. Trace elements in pelagic Sargassum species in the Mexican Caribbean: Identification of key variables affecting arsenic accumulation in *S. fluitans*. *Science of the Total Environment* 2022, 806, 150657
2. Alzate-Gaviria, L.; Domínguez-Maldonado, J.; Chablé-Villacis, R.; Olgún-Maciel, E.; Leal-Bautista, R.M.; Canché-Escamilla, G.; Caballero-Vázquez, A.; Hernández-Zepeda, C.; Barredo-Pool, F.A.; Tapia-Tussell, R. Presence of polyphenols complex aromatic "Lignin" in *Sargassum* spp. from Mexican Caribbean. *Journal of Marine Science and Engineering* 2021, 9 (6), 901006, 1-10
3. Davis, D.; Simister, R.; Campbell, S.; Marston, M.; Bose, S.; McQueen-Mason, S.J.; Gómez, L.D.; Gallimore, W.A.; Tonon, T. Biomass composition of the golden tide pelagic seaweeds *Sargassum fluitans* and *S. natans* (morphotypes I and VIII) to inform valorisation pathways. *Science of the Total Environment* 2021, 762, 143134
4. Su, L.; Shi, W.; Chen, X.; Meng, L.; Yuan, L.; Chen, X.; Huang, G. Simultaneously and quantitatively analyze the heavy metals in *Sargassum fusiforme* by laser-induced breakdown spectroscopy. *Food Chemistry* 2021, 338, 127797, 1-7
5. Torres, M.D.; Flórez-Fernández, N.; Domínguez, H. Monitoring of the ultrasound assisted depolymerisation kinetics of fucoidans from *Sargassum muticum* depending of the rheology of the corresponding gels. *Journal of Food Engineering* 2021, 294, 110404, 1-8
6. Choi, Y.Y.; Lee, S.J.; Kim, H.S.; Eom, J.K.; Kim, D.H.; Lee, S.S. The potential nutritive value of *Sargassum fulvellum* as a feed ingredient for ruminants. *Algal Research* 2020, 45, 101761
7. Gouvêa, L.P.; Assis, J.; Gurgel, C.F.D.; Serrão, E.A.; Silveira, T. C.L.; Santos, R.; Duarte, C.M.; Peres, L.M.C.; Carvalho, V.F.; Batista, M.; Bastos, E.; Sissini, M.N.; Horta, P.A. Golden carbon of *Sargassum* forests revealed as an opportunity for climate change mitigation. *Science of the Total Environment* 2020, 729, 138745
8. Rodríguez-Martínez, R.E.; Roy, P.D.; Torrescano-Valle, N.; Cabanillas-Terán, N.; Carrillo-Domínguez, S.; Collado-Vides, L.; García-Sánchez, M.; van Tussenbroek, B.I. Element concentrations in pelagic *Sargassum* along the Mexican Caribbean coast in 2018-2019. *PeerJ* 8:e8667 2020, , 1-19
9. Sumandiarsa, I.K.; Bengen, D.G.; Santoso, J.; Januar, H.I. Nutritional composition and alginate characteristics of *Sargassum polycistum* (C. Agardh, 1824) growth in Sebesi island coastal, Lampung-Indonesia. *IOP Conf Series: Earth and Environmental Science* 2020, 584, 012016
10. Thompson, T.M.; Young, B.R.; Baroutian, S. Efficiency of hydrothermal pretreatment on the anaerobic digestion of pelagic *Sargassum* for biogas and fertiliser recovery. *Fuel* 2020, 279, 118527

11. Ajith, S.; Rojith, G.; Zacharia, P. U.; Nikki, R.; Sajna, V. H.; Liya, V.B.; Grinson, G. Production, Characterization and Observation of Higher Carbon in Sargassum wightii Biochar From Indian Coastal Waters. *Journal of Coastal Research* 2019, 86 (1), 193-197
12. Álvarez-Viñas, M.; Flórez-Fernández, N.; González-Muñoz, M.J.; Domínguez, H. Influence of molecular weight on the properties of Sargassum muticum fucoidan. *Algal Research* 2019, 38, 101393
13. Corales-Ultra, O.G.; Peja Jr, R.P.; Casas Jr, E. V. Baseline study on the levels of heavy metals in seawater and macroalgae near an abandoned mine in Manicani, Guiuan, Eastern Samar, Philippines. *Marine Pollution Bulletin* 2019, 149, 110549
14. Dewi, E.N.; Rianingsih, L.; Anggo, A.D. The addition of different starters on characteristics Sargassum sp. Liquid fertilizer. *IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science* 2019, 246, 012045
15. Dutch Caribbean Nature Alliance, DCNA. Prevention athe Dutch Caribbean DCNA, Holanda. Recuperado de: <https://www.dcnanature.org/wp-content/uploads/2019/02/DCNASargassum-Brief.pdf>, revisado en 2019
16. Kordjazi, M.; Etemadian, Y.; Shabanpour, B.; Pourashouri, P. Chemical composition antioxidant and antimicrobial activities of fucoidan extracted from two species of brown seaweeds (*Sargassum ilicifolium* and *S. angustifolium*) around Qeshm Island. *Iranian Journal of Fisheries Sciences* 2019, 18 (3), 457-475
17. Madkour, A.G.; Rashedey, S.H.; Dar, M.A. Spatial and temporal variation of heavy metals accumulation in some macroalgal flora of the Red Sea. *Egyptian Journal of Aquatic Biology & Fisheries* 2019, 23 (4), 539-549
18. Magura, J.; Moodley, R.; Jonnalagadda, S.B. Toxic metals (As and Pb) in Sargassum elegans Suhr (1840) and the bioactive compunds. *International Journal of Environmental Health Research* 2019, 29 (3), 266-273
19. Mahmoud, S.H.; Salama, D.M.; El-Tanahy, A.M.M.; El-Samad, E.H.A. Utilization of seaweed (*Sargassum vulgare*) extract to enhance growth, yield and nutritional quality of red radish plants. *Annals of Agricultural Sciences* 2019, 64, 167-175
20. Rodrigues, D.; Costa-Pinto, A.R.; Sousa, S.; Vasconcelos, M.W.; Pintado, M.M.; Pereira, L.; Rocha-Santos, T.A.P.; da Costa, J.P.; Silva, A.M.S.; Duarte, A.C.; Gomes, A.M.P.; Freitas, A.C. Sargassum muticum and Osmundea pinnatifida enzymatic extracts: Chemical, structural, and cytotoxic characterization. *Marine Drugs* 2019, 17 (4), 209
21. Thadhani, V.M.; Lobeer, A.; Zhang, W.; Irfath, M.; Su, P.; Edirisinghe, N.; Amaratunga, G. Comparative analysis of sugar and mineral content of Sargassum spp. collectede from different coasts of Sri Lanka. *Journal of Applied Phycology* 31, 2019, 2643–2651
22. Uddin , S.; Bebbehani, M.; Sajid, S.; Karam, Q. Concentration of ²¹⁰Po and ²¹⁰Pb in macroalgae from the northern Gulf. *Marine Pollution Bulletin* 2019, 145, 474-479
23. Yoganandham, S.T.; Raguraman, V.; Muniswamy, G.; Sathyamoorthy, G.; Renuka, R.R.; Chidambaram, J.; Rajendran, T.; Chandrasekaran, K.; Ravindranath, R.R.S. Mineral and trace metal concentrations in seaweeds by microwave-assisted digestión method followed by Quadrupole Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. *Biological Trace Element Research* 2019, 187, 579-585
24. Baker, P., Minzlafl, U., Schoenle, A., Schwabe, E., Hohlfeld, M., Jeuck, A., Brenke, N., Prausse, D., Rothenbeck, M., Brix, A., Frutos, I., Jörger, K. M., Neusser, T. P., Koppelman, R., Devey, C., Brandt, A., Arndt, H. Potential contribution of surface-dwelling Sargassum algae to deep-sea ecosystems in the southern North Atlantic. *Deep-Sea Research Part II* 2018, 148, 21–34
25. Di Filippo Herrera, D.H. Actividad bioestimulante de extractos de macroalgas y su evaluación sobre el crecimiento de frijol mungo (*Vigna radiata*). Tesis Doctoral, Centro Interdisciplinario de Ciencias Marinas, Instituto Politécnico Nacional, México, 2018
26. Uribe-Orozco, M.E.; Mateo-Cid, L.E.; Mendoza-González, A.C.; Amora-Lazcano, E.F.; Gónzalez-Mendoza, D.; Durán-Hernández, D. Efecto del alga marina Sargassum vulgare C. Agardh en suelo y el desarrollo de plantas de cilantro. *IDESIA* 2018, 36 (3), 69-76

27. Fernández, F., Boluda, C. J., Olivera, J., Guillermo, L. A., Gómez, B., Echavarría, E., Mendis G. A. Análisis elemental prospectivo de la biomasa algal acumulada en las costas de la República Dominicana durante 2015. *Revista Centro Azúcar* 2017, 44, 11-22
28. Puspita, M. Enzyme-assisted extraction of phlorotannins from *Sargassum* and biological activities. Doctoral Program. Medicinal Chemistry. Diponegoro University; Université Bretagne Sud, 2017
29. Hinds, C., Oxenford, H., Cumberbatch, J., Fardin, F., Doyle, E.; Cashman, A. Golden Tides: Management Best Practices for Influxes of *Sargassum* in the Caribbean with a Focus on Clean-up. Centre for Resource Management and Environmental Studies (CERMES), The University of the West Indies, Cave Hill Campus, Barbados, 2016
30. Hernández López, F. Obtención de biogás a partir de algas del tipo *Sargassum* de la Playa Miramar de Cd. Madero, Tamaulipas. Tesis, Maestría en Energías Renovables, Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C.-UUTT, México, 2014
31. Carrillo, S.; Bahena, A.; Casas, M.; Carranco, M.E.; Calvo, C.C.; Ávila, E.; Pérez-Gil, F. El alga *Sargassum* spp. como alternativa para reducir el contenido de colesterol en el huevo. *Revista Cubana de Ciencia Agrícola* 2012, 46 (2), 181-186
32. Castellanos Ruelas, A.F.; Cauich Huchim, F.; Chel Guerrero, L.A.; Rosado Rubio, J.G. Vegetación marina en la elaboración de bloques multinutritivos para la alimentación de rumiantes. *Revista Mexicana de Ciencias Pecuarias* 2010, 1 (1), 75-83
33. Casas-Valdez, M.; Hernández-Contreras, H.; Marín-Álvarez, A.; Aguila-Ramírez, R.N. El alga marina *Sargassum* (Sargassaceae) una alternativa tropical para la alimentación de ganado caprino. *Revista de Biología Tropical* 2006, 54 (1), 83-92
34. Marinho-Soriano, E.; Fonseca, P.C.; Carneiro, M.A.A.; Moreira, W.S.C. Seasonal variation in the chemical composition of two tropical seaweeds. *Biosresource Technology* 2006, 97 (18), 2402-2406
35. Carrillo Domínguez, S.; Casas Valdez, M.; Ramos Ramos, F.; Pérez-Gil, F.; Sánchez-Rodríguez, I. Algas marinas de Baja California Sur, México: Valor nutrimental. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición* 2002, 52 (4), 400-405
36. Gojon-Báez, H.H.; Siqueiros-Beltrones, D.A.; Hernández-Contreras, H. Digestibilidad ruminal y degradabilidad In Situ de *Macrocystis pyrifera* y *Sargassum* spp. en ganado bovino. *Ciencias Marinas* 1998, 24 (4), 463-481
37. Barstow, S.F. The ecology of Langmuir circulation: A review. *Marine Environmental Research* 1983, 9 (4), 211-236

CISQM-PP-PO11

Remoción eficiente de Cu (II) en solución acuosa empleando tereftalohidrazida obtenida a partir de la degradación de PET de desecho asistida por ultrasonido

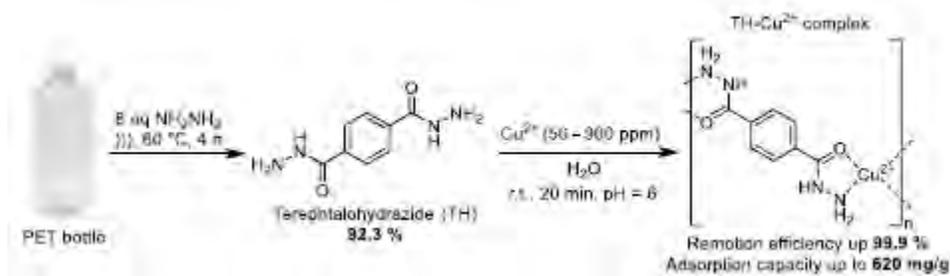
Luis Arturo Obregón Zúñiga*, Perla Elizondo Martínez, Eugenio Hernández Fernández

Laboratorio de Química Industrial, Centro de Laboratorios Especializados, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Nuevo León. Av. Universidad s/n, Cd. Universitaria, 66455, San Nicolás de los Garza, N. L.

luis.obregonzn@uanl.edu.mx

RESUMEN

Se llevó a cabo la remoción de Cu (II) en solución acuosa empleando tereftalohidrazida como agente de remoción, con la cual se alcanzaron hasta 620 mg/g de capacidad de remoción y una eficiencia de remoción hasta del 99.9 %, esto en un tiempo máximo de 20 minutos y a un pH = 6. Además, se pudo llevar a cabo la desorción y con ello la recuperación del Cu (II) empleando una disolución de HNO₃ 0.1 M. Cabe señalar que la tereftalohidrazida se obtuvo a partir de la aminólisis de tereftalato de polietileno (PET) de desecho grado botella con hidrato de hidrazina, asistida por ultrasonido y libre de disolvente, en un tiempo de 4 h con un 92.3 % de rendimiento y 8 equivalentes de nucleófilo. De esta manera, con el presente proyecto se pretende atacar dos problemas ambientales: el reciclaje de PET mediante una metodología amigable con el medio ambiente y cuyo producto, ayude a eliminar la potencial contaminación del agua por Cu (II).



CISQM-PP-PO12

Identificación de Microplásticos en Agua, Sedimento y Peces de las Ciénagas San Juan De Tocagua y Luruaco (Atlántico, Colombia)

*Salcedo-Figueroa, K. M.^{1,2}, Trilleras-Vásquez, J. E.¹, Arana-Rengifo, V. A.²

¹Grupo de Investigación en Compuestos Heterocíclicos, Programa de Química, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad del Atlántico, Colombia.

²Grupo de Investigación en Ciencias, Educación y Tecnología-CETIC, Programa de Química, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad del Atlántico.

* kmsalcedo@mail.uniatlantico.edu.co

RESUMEN

El objetivo de esta investigación fue evaluar la abundancia de microplásticos (MP) acumulados en agua, sedimento, y peces en las Ciénagas de San Juan de Tocagua y Luruaco (Atlántico, Colombia), en época seca y de lluvia (Año 2021). Los microplásticos fueron extraídos mediante el método de separación por densidad; cada partícula fue clasificada por tipología (fibras, fragmentos, pellets y espuma) por microscopía óptica. En la Ciénaga de Luruaco la abundancia promedio fue 227.5 ± 77.32 MP/estación en agua, 4.96 ± 4.41 MP/individuo en peces, y 26.6 ± 11.29 MP/estación en sedimento. En la Ciénaga de San Juan de Tocagua se encontraron promedios de 112.7 ± 22.53 MP/estación en agua, 2.97 ± 2.55 MP/individuo en peces y 21.3 ± 12.78 MP/estación en sedimento. La presencia y creciente acumulación de microplásticos genera riesgos para las comunidades; y podría comprometer la seguridad alimentaria de las poblaciones humanas.

CISQM-PP-PO13

Identificación de potenciales inhibidores peptidomiméticos dirigidos a M^{pro} del SARS-CoV-2 a través del modelado farmacofórico basado en estructura

Humberto L. Mendoza Figueroa*, Luis Heriberto Vázquez Mendoza, Juan Benjamín García Vázquez*, José Correa Basurto

Laboratorio de Diseño y Desarrollo de Nuevos Fármacos e Innovación Biotecnológica, Escuela Superior de Medicina, Instituto Politécnico Nacional, Plan de San Luis y Díaz Mirón S/N, Casco de Santo Tomas, Miguel Hidalgo, CP: 11340, Ciudad México, México.

hmendozaf@ipn.mx

RESUMEN

La pandemia provocada por el coronavirus SARS-CoV-2 requiere tratamientos urgentes, considerando que las variantes virales limitan la eficacia de las vacunas. La proteasa principal del SARS-CoV-2 (M^{pro}) es una cistein-proteasa altamente conservada, fundamental para la replicación y con un mecanismo de escisión específico, siendo un objetivo farmacológico atractivo. Se presenta una estrategia quimio-informática que combina el modelado farmacofórico, tamizaje virtual y docking covalente, para caracterizar las interacciones requeridas en el reconocimiento molecular de inhibidores. El tamizaje virtual sobre el mapa farmacofórico de M^{pro} en complejo con el inhibidor N3 (referencia) proporcionó una alta eficiencia al identificar 53 fármacos (DrugBank) con alta probabilidad de unión covalente. Considerando los aportes energéticos de afinidad, así como la energía de unión por docking molecular, se seleccionaron 10 fármacos peptidomiméticos; de los cuales, DB04234, DB03456 y DB07224, tienen alta probabilidad de funcionar como inhibidores duales Catepsina/Mpro, proponiendo una nueva alternativa para el diseño de inhibidores anti-SARS-CoV-2.

INTRODUCCIÓN

El reciente brote pandémico de la enfermedad por coronavirus-2019 (COVID-19) causado por el nuevo síndrome respiratorio agudo severo por coronavirus 2 (SARS-CoV-2) infectó a más de 541 millones personas de las cuales más de 6.3 millones murieron en todo el mundo (al 26 de junio de 2022).[1] Considerando la estructura viral, varias de las proteínas se posicionan como objetivos farmacológicos y su caracterización estructural ha favorecido el diseño de fármacos potentes y selectivos contra el SARS-CoV-2. Además, las proteínas no estructurales participan en los procesos de replicación y evasión de la respuesta inmune, por lo que también se consideran como atractivos blancos farmacológicos, como la proteasa principal (M^{pro}) del SARS-CoV-2. M^{pro} tiene funciones como escindir la poliproteína en 11 sitios diferentes generando muchas de las proteínas no estructurales (nsp1 a nsp16), incluidas la ARN polimerasa dependiente de ARN (RdRp) y la helicasa (Hel), que son importantes en la transcripción y replicación viral dentro de las células huésped, siendo esencial en el ciclo de replicación. La estructura de M^{pro} ha sido resuelta por cristalografía y es una proteasa nucleofílica homodimérica, cada protómero consta de tres dominios y tiene una díada catalítica compuesta por Cys145 e His41.[2] El mecanismo catalítico de M^{pro} es tan específico, tanto que, no se conoce ninguna proteasa humana similar que tenga dicha especificidad de escisión, lo que convierte a M^{pro} en un objetivo excelente para diseñar fármacos con efectos menos tóxicos. La propuesta de inhibidores M^{pro} está en constante desarrollo, muchas de las moléculas diseñadas son inhibidores covalentes que tienen una ventaja desde el punto de vista farmacocinético y farmacodinámico.[3]

METODOLOGÍA

Se realizó un diseño biodirigido bajo un enfoque computacional para la selección de fármacos con ojivas electrofílicas, como posibles inhibidores de M^{pro} del SARS-CoV-2, empleando una estrategia basada en la

estructura cristalina, que incluye tamizaje virtual en modelos de farmacofóricos, capaces de identificar las interacciones mínimas para el reconocimiento molecular, así como la orientación espacial necesaria del centro electrofílico para la posterior unión covalente, a diferencia de los modelos de farmacóforos tradicionales (Fig. 1). Las energías libres de enlace se calcularon mediante docking molecular y, finalmente, mediante estudios de docking covalente. La base de datos utilizada fue DrugBank (versión 5.1.9, enero 2022) con más de 14k moléculas en fase experimental y aprobadas por FDA.

Finalmente, la selección de 'hits' moleculares se realizó bajo un puntaje de consenso (CsS) calculado con la siguiente ecuación: $CsS = EC - EBE + [(|\Delta G_{ncov}| + |\Delta G_{cov}|) (SPF/100)]$. Ec representa la energía general del complejo, EBE se refiere a la energía de entalpía de unión (el valor más bajo de la entalpía de unión representa un entorno energéticamente más favorable para la interacción entre un fármaco y el sitio de reconocimiento dentro de la proteína). Posteriormente, se sumaron las energías de acoplamiento no covalente (ΔG_{ncov}) y covalente (ΔG_{cov}), multiplicando el cociente SPF/100, que representa el número de interacciones farmacofóricas mínimas para lograr el reconocimiento molecular y la inhibición covalente.[4]

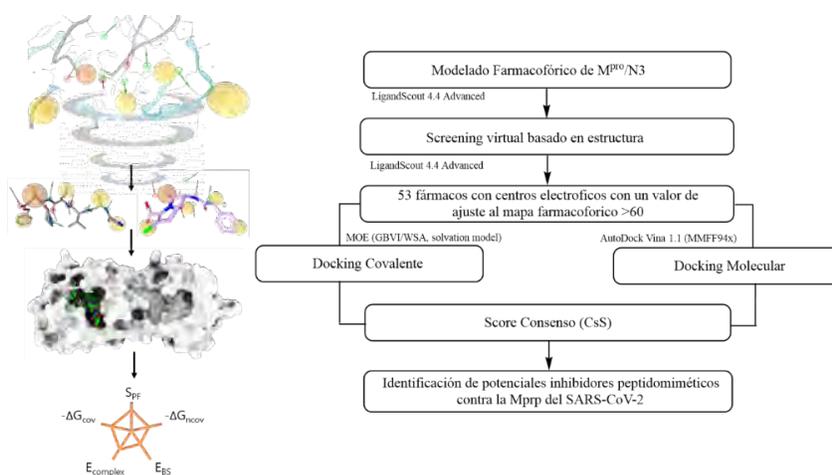


Fig. 1. Descripción general y flujo de trabajo implementado en el enfoque combinado basado en estructura sobre modelado farmacofórico, tamizaje virtual, docking no covalente y docking covalente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El mapa farmacofórico basado en estructura se muestran en la Fig. 2, se observa un modelo con trece características farmacofóricas en las que predominan las interacciones de puentes de hidrógeno. En concreto, destacan cinco interacciones de donantes de enlaces de hidrógeno (HBD) con los aminoácidos His164, Glu166, Gln189 y Thr190; tres interacciones como aceptor de enlaces de hidrógeno (HBA) que se ubicaron con residuos Cys145, Glu166 y una molécula de agua estructural HOH201, que se considera crucial en el ciclo catalítico de M^{pro}. Cuatro regiones hidrofóbicas (H) rodeadas por Thr25, Met49, Met165, Leu167 y Ala191. Este tipo de interacciones moleculares son consistentes con otros inhibidores del tipo α -cetoamida en complejos cristalinos, tanto en el sitio como en el modo de unión (en los dominios I y II de la proteasa). [5] Finalmente, se aprecia claramente el enlace covalente (CI) que se genera entre el grupo -SH de Cys145 y el sistema α, β -insaturado de N3.

Los fármacos identificados en nuestra búsqueda (Tabla 1), llama la atención que la mayoría de ellos son estructuras similares a péptidos, excepto DB04293 (carbacefem) y DB08614 (fenilpiridina). Los diez fármacos mejor clasificados de este grupo tienen varios grupos electrofílicos que se pueden consultar en la Tabla S2 y curiosamente tienen actividad farmacológica sobre varias proteasas. Por ejemplo, actúan como inhibidores de cathepsina como DB04234, DB03456, DB07224, DB07225, inhibidor de calpaína 1 y DB03767, inhibidores de betalactamasa

DB04293 y ceftarolina, inhibidor del factor de coagulación XI (DB07299) y miembro de la familia de elastasa inhibidor de quimotripsina-1 (DB08614).

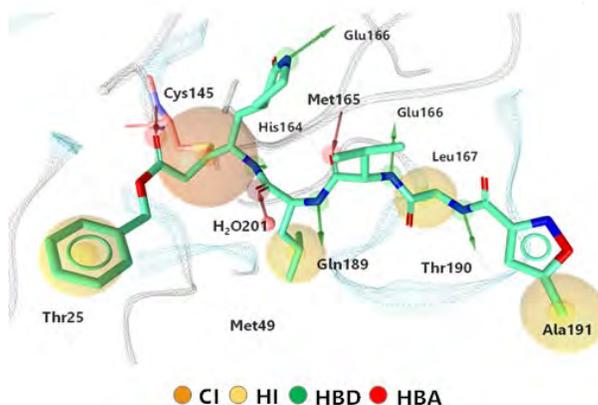


Fig. 2. Modelado farmacofórico basado en la estructura de M^{pro} del SARS-CoV-2 en complejo con N3.

Tabla 1. Fármacos mejor clasificados según la puntuación de consenso. Se muestran los valores de las energías de ajuste al farmacóforo y afinidad por docking, así como los aminoácidos relevantes en el reconocimiento molecular.

	Drug	CsS	SPF ^a	ΔG_{ncov}^b	ΔG_{cov}^c	Interactions
1	N3	412.82	106.93	-7.7	-10.1	Leu27, His41, Met49, Asn142, Gly143, Ser144, Cys145, His164, Met165, Glu166, Leu167, Pro168, Gln 189, Thr190, Ala191, H ₂ O201
2	DB04234	487.59	75.34	-6.1	-7.3	His41, Met 49, Leu141, Cys145, His164, Met165, Glu166, Gln 189, H ₂ O201
3	DB03456	496.79	75.87	-6.8	-6.1	His41, Met 49, Leu141, Cys145, His164, Met165, Glu166, Gln189, H ₂ O201
4	CMX-2043	523.19	65.45	-5.9	-6.8	His41, Met 49, Gly143, Glu166, Pro168, Asp187, Gln189, H ₂ O201
5	DB07224	529.37	76.48	-6.1	-6.6	His41, Leu141, Asn142, Cys145, His163, His164, Met165, Arg188, Gln189, H ₂ O201
6	DB07225	540.42	76.48	-5.8	-6.6	Leu27, Thr26, Asn142, Gly143, Cys145, His163, Met165, Glu166, Leu167, Thr190
7	DB04293	596.86	65.17	-7.3	-6.2	Thr26, His41, Met49, Gly143, Cys145, His163, Met165, Glu166, Gln189, H ₂ O585.
8	DB07299	621.90	75.65	-6.5	-7.3	His41, Asn142, Gly143, Cys145, His164, Met165, Glu166, Asp187, Gln189, H ₂ O201
9	CALPAIN-1	626.71	77.81	-5.1	-7.4	His41, Phe140, Ser144, Cys145, His163, His164, Met165, Glu166, Gln189
10	DB03767	682.37	75.52	-6.6	-7.2	Leu27, His41, Met49, Gly143, Cys145, His163, His164, Met165, Glu166, Arg188, Gln189, H ₂ O201

CONCLUSIONES

La emergencia sanitaria por el COVID-19 requiere tratamientos urgentes para frenar y prevenir la infección viral, por ello, los enfoques bioinformáticos brindan información relevante para el diseño de medicamentos antivirales e incluso vacunas. Un área importante de aplicación es la identificación de nuevos ligandos a través de la detección virtual de alto rendimiento basada en la estructura. En este trabajo, utilizamos modelos de farmacóforos que nos

permitieron definir con precisión las interacciones moleculares mínimas que requiere un ligando para unirse covalentemente a M^{pro} y, en combinación con herramientas de docking molecular, se identificaron posibles inhibidores de M^{pro} peptidomiméticos. Nuestra estrategia combinada de detección virtual basada en la estructura mostró una alta eficiencia en la identificación de fármacos peptidomiméticos que funcionan como inhibidores de proteasas humanas (Fig. 3), lo cual sugiere una posible actividad dual como inhibidores irreversibles (cathepsina/ M^{pro}) [6].

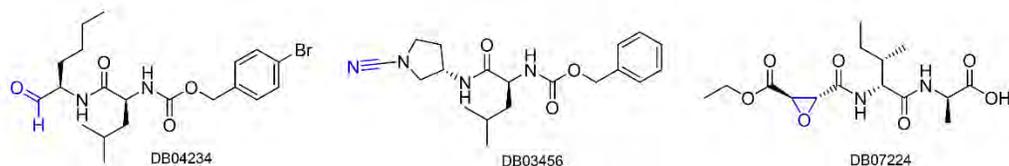


Fig. 3. Fármacos mejor posicionados obtenidos mediante la estrategia combinada basada en la estructura del modelo farmacofórico, tamizaje virtual y docking covalente.

REFERENCIAS

1. OMS, Coronavirus disease 2019 (COVID-19) Situation Report **2022**. <https://www.who.int/publications/m/item/weekly-epidemiological-update-on-covid-19---26-junio-2022>, (acceso el 26 de junio 2022).
2. Kneller, D.W.; Phillips, G.; O'Neill, H.M.; Jedrzejczak, R.; Stols, L.; Langan, P.; Joachimiak, A.; Coates, L.; Kovalevsky, A. *Nat. Commun.* **2020**, *11*, 3202. doi: 10.1038/s41467-020-16954-7.
3. Awoonor-Williams, E. and Abu-Saleh, A.A.A. *Phys Chem Chem Phys.* **2021**, *23*, 6746-6757. doi: 10.1039/d1cp00266j.
4. Vázquez-Mendoza, L.H.; Mendoza-Figueroa, H.L.; García-Vázquez, J.B.; Correa-Basurto, J.; García-Machorro, J. *Int J Mol Sci.* **2022**, *23*, 3987. doi: 10.3390/ijms23073987.
5. Dai, W.; Zhang, B.; Jiang, X.M.; Su, H.; Li, J.; Zhao, Y.; Xie, X.; Jin, Z.; Peng, J.; Liu, F.; Li, C.; Li, Y.; Bai, F.; Wang, H.; Cheng, X.; Cen, X.; Hu, S.; Yang, X.; Wang, J.; Liu, X.; Xiao, G.; Jiang, H.; Rao, Z.; Zhang, L.K.; Xu, Y.; Yang, H.; Liu, H. *Science.* **2020**, *368*, 1331-1335. doi: 10.1126/science.abb4489.
6. Costanzi, E.; Kuzikov, M.; Esposito, F.; Albani, S.; Demitri, N.; Giabbai, B.; Camasta, M.; Tramontano, E.; Rossetti, G.; Zaliani, A.; Storici, P. *Int. J. Mol. Sci.* **2021**, *22*, 11779. doi: 10.3390/ijms222111779.

CISQM-PP-PO15

Determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en muestras acuosas usando poliestireno reciclado aplicado en extracción en fase sólida en punta de pipeta mediante HPLC-FLD

Jorge López Téllez¹, José A. Rodríguez¹, Jose M. Miranda², Alicia C. Mondragon², Israel S. Ibarra^{1*}

¹Área Académica de Química, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Carr. Pachuca-Tulancingo Km. 4.5, 42184, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México.

²Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Universidad de Santiago de Compostela, 27002 Lugo Spain

* israel_ibarra@uaeh.edu.mx; lo319035@uaeh.edu.mx

RESUMEN

El poliestireno es ampliamente producido y utilizado generando toneladas de residuos, el reciclaje es por tanto una de las alternativas para minimizar los efectos ambientales. La presencia del anillo aromático permite interacciones del tipo π - π , permitiendo su integración en el ciclo analítico en la etapa del tratamiento de muestra. El presente trabajo propone el uso de películas de poliestireno reciclado como extractante de 12 hidrocarburos aromáticos policíclicos en muestras acuosas. Las películas presentan una interacción moderada hacia los analitos, permitiendo su integración en extracción en fase sólida en punta de pipeta. El método propuesto presenta límites de detección en el intervalo de 0.05-0.14 ng mL⁻¹ con una precisión <10%. La metodología fue aplicada en muestras de agua potable y los resultados fueron comparados usando la metodología oficial de análisis no encontrándose diferencias significativas.

INTRODUCCIÓN

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs, por sus siglas en inglés) son compuestos que contienen dos o más anillos aromáticos fusionados [1]. Son contaminantes resultado de procesos de combustión y están presentes en diferentes matrices de interés [2]. La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos y la Unión Europea los han clasificado como agentes contaminantes de interés prioritario debido sus propiedades mutagénicas, genotóxicas y cancerígenas [3]. Las técnicas más empleadas en la determinación de PAHs son las cromatográficas (gas y líquido) con diferentes detectores [2], las principales ventajas son su versatilidad, permite el análisis multianalito y alcanza límites de detección requeridos por diferentes entidades reguladoras. Los PAHs se encuentran en concentraciones de hasta 1 ng L⁻¹ en matrices complejas [4], lo que requiere de protocolos de preparación de muestra para limpiar y/o concentrar los analitos de interés, dentro las diferentes técnicas existentes las técnicas basadas en extracción en fase sólida son las más utilizadas [5].

La extracción en fase sólida en punta de pipeta (PT-SPE, por sus siglas en inglés) es una versión miniaturizada de la extracción en fase sólida. El adsorbente se coloca dentro de la punta de pipeta, realizando el proceso de extracción empleando ciclos donde se aspira-dispensa la muestra. Los analitos son adsorbidos y posteriormente eluidos empleando un disolvente adecuado [6] PT-SPE se ha aplicado en la determinación de PAHs, utilizando, adsorbentes como: sílice/amina secundaria primaria en muestras de humo de cigarro [7], y el óxido de grafeno-líquido iónico-Fe₃O₄ en muestras de sangre humana [8]. Las técnicas de extracción en fase sólida emplean diversos materiales adsorbentes. Los materiales poliméricos han demostrado ser adsorbentes adecuados como, el poliestireno (PS) el cual es uno de los materiales más producidos y utilizados, que puede ser utilizado como adsorbente ya que presenta estabilidad en medio acuoso y capacidad de adsorción mediante interacciones π - π [9]. El presente trabajo propone la determinación de 12 PAHs en muestras de agua potable mediante PT-SPE

(utilizando películas de PS reciclado) seguida de cromatografía líquida de alta resolución con detector de fluorescencia (HPLC-FLD, por sus siglas en inglés).

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Reactivos y equipo

Las soluciones fueron preparadas en agua desionizada (18 MΩ cm), purificada por un sistema Milli-Q (Millipore, Bedford, MA, USA). Las soluciones estándar fueron preparadas empleando el material de referencia EPA 525 PAH Mix B (Sigma-Aldrich Cat. 48249; St. Louis, MO, EUA) que contiene antraceno (Ant), benzo(a)antraceno (BaA), benzo(a)pireno (BaP), benzo(b)fluoranteno (BbF), benzo(g,h,i)perileno (BghiP), benzo(k)fluoranteno (BkF), criseno (Cri), dibenzo(a,h)antraceno (DahA), fluoreno (Flu), fenantreno (Fen), indeno(1,2,3-cd)pireno (IcdP) y pireno (Pir), en concentración de 500 mg L⁻¹. El análisis se realizó en un equipo HPLC 1260 Infinity (Agilent, DE, Alemania). La separación se realizó con una columna Supelcosil LC-PAH (150x4.6 mm y 5 μm). Las fases móviles se filtraron empleando una membrana de 0.45 μm, la solución A fue ácido acético (J.T. Baker) acuoso al 1 % v/v, mientras que la solución B era acetonitrilo (J.T. Baker; Phillipsburg, NJ, EUA). La separación se realiza empleando el siguiente gradiente de elución: 0-4 min A:B=30:70; 4-11 min A:B de 30:70 a 0:100; 11-17 min A:B=0:100, 17-20 min A:B de 0:100 a 30:70 y 20-22 min A:B=30:70 a un flujo de 1.8 mL min⁻¹, el volumen de inyección utilizado fue de 20 μL. El detector de fluorescencia se programó a las longitudes de onda de excitación y emisión de cada analito: Flu (250nm/320nm), Fen (250nm/370nm), Ant 250nm/400nm, Pir, BaA, Cri (270nm/390nm), BbF, BkF, BaP (250nm/420nm), DahA, BghiP (290nm/410nm) y IcdP (300nm/500nm).

Preparación y caracterización de las películas de PS

El PS se obtuvo de envases comerciales, inicialmente se cortó en cubos de 1 cm³, se lavaron con agua y metanol y posteriormente se prepararon disolviendo 0.45 g en 3.0 mL de tetrahidrofurano (J.T. Baker). La solución se realizó a un espesor de 10 milipulgadas, evaporando el disolvente a temperatura ambiente. Las películas se caracterizaron mediante espectroscopía infrarroja transformada de Fourier (FTIR) y microscopía electrónica de barrido. La determinación de afinidad entre la película y PAHs se estimó mediante análisis Scatchard.

Optimización del proceso de extracción y análisis de muestras

Se optimizaron de las variables: área de la película de PS (cm²), volumen de muestra (mL) y el volumen de elución (μL) mediante un diseño de Box Behnken. Las muestras de agua potable fueron analizadas empleando la siguiente metodología optimizada: se coloca 1 cm² de la película de PS en una punta de pipeta de 200 μL, que se activó con 100 μL de metanol seguido de 100 μL de agua desionizada (este paso se repite tres veces). Posteriormente, se aspiraron/dispensaron 8 mL de la muestra durante 10 ciclos. Se retiró la punta y se colocó en una micropipeta donde se lavó la película con agua desionizada (100 μL). Los analitos adsorbidos se eluyeron mediante 10 ciclos de aspiración/dispensación con 300 μL de ACN. La fase líquida se aforó a 1 mL con ACN y se analizó mediante HPLC-FLD.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los valores de K_d obtenidos para los PAHs se muestran en la Tabla 1, la afinidad entre las películas de PS y los analitos aumenta con la hidrofobicidad (log P). Los valores obtenidos corresponden a un grado de interacción moderado, adecuado para procesos de retención-elución [10]. El espectro IR de las películas se muestra en la Fig. 1(A). Las bandas observadas en 3100-3000 cm⁻¹ están asociadas a la vibración de estiramiento aromático C-H, en 3000-2850 cm⁻¹ para vibraciones de estiramiento asimétricas y simétricas del grupo metileno, en 1500-1400 cm⁻¹ para vibración de estiramiento del enlace C-C en el anillo aromático, y en 800-700 cm⁻¹ las bandas de flexión fuera

del plano para el enlace C-H [11]. La Fig. 1(B) muestra la micrografía de la superficie de la película, se observa una superficie homogénea, que es consistente con la presencia de sitios homogéneos determinados mediante el análisis Scatchard ($r^2 > 0.93$) [10].

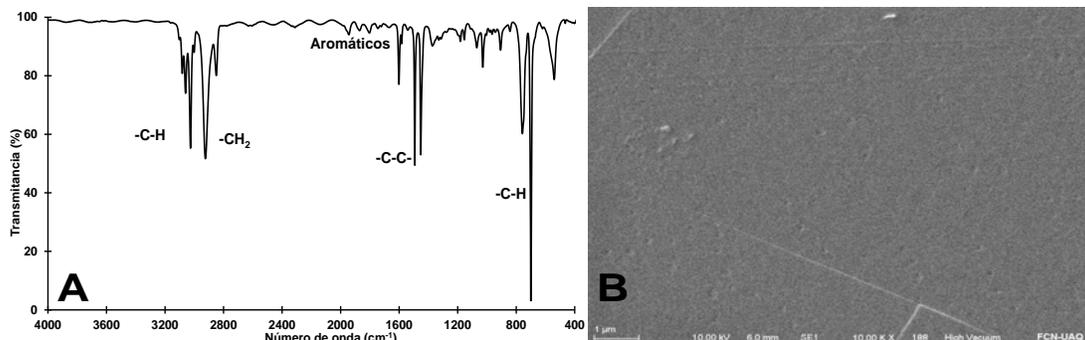


Fig. 1. (A) Espectro IR (B) Microscopía electrónica de barrido de la película de PS.

Optimización del proceso PT-SPE

Los experimentos se realizaron con muestras de agua potable dopada con 50.0 ng mL^{-1} de cada HAP, la muestra eluida fue aforada a 1 mL con ACN. El análisis de la sumatoria de áreas se realizó empleando el programa estadístico Minitab 17. Las variables evaluadas (y niveles) fueron: área de la película ($1\text{-}5 \text{ cm}^2$), volumen de muestra ($2\text{-}8 \text{ mL}$) y volumen de elución ($50\text{-}350 \text{ }\mu\text{L}$). Los valores óptimos fueron obtenidos de la gráfica de superficie de respuesta empleando un modelo cuadrático completo que se ajusta a la siguiente expresión:

$$\text{Sumatoria} = 55.2 + 30.8 \text{ Área película} - 40.3 \text{ Volumen de muestra} + 0.853 \text{ Volumen de elución} + 0.63 \text{ Área película}^2 + 6.82 \text{ Volumen de muestra}^2 - 0.002371 \text{ Volumen de elución}^2 - 6.55 \text{ Área película} \times \text{Volumen de muestra} + 0.0121 \text{ Área película} \times \text{Volumen de elución} + 0.0532 \text{ Volumen de muestra} \times \text{Volumen de elución}$$

El sistema presenta un coeficiente de determinación (r^2) de 0.966, bajo estas condiciones el modelo predice una respuesta de 323.71, mismo que fue confirmado con el valor experimental 346.71 ($n=3$, %RSD = 3.98). Los niveles óptimos de las variables fueron: 1 cm^2 área de la película, 8 mL volumen de muestra y $300 \text{ }\mu\text{L}$ de volumen de elución.

Validación del método

Los parámetros analíticos (Tabla 1) fueron obtenidos usando curvas de calibrado con muestras de agua potable dopadas en concentraciones de $0.5\text{-}16 \text{ ng mL}^{-1}$. El área del pico de los analitos fue medida por triplicado. Se obtuvieron sensibilidades analíticas de 0.085 ± 0.003 a $1.263 \pm 0.003 \text{ LU}\cdot\text{s}\cdot\text{mL ng}^{-1}$, se observa que BkF tiene la mayor sensibilidad analítica. Los valores del intervalo de intersección incluyen cero en todos los casos, lo que indica una metodología selectiva. Los valores de los LODs obtenidos para los 12 PAHs están en el intervalo de $0.05\text{-}0.14 \text{ ng mL}^{-1}$ y los analitos con mayor afinidad a la película presentaron mejores LODs, además, los LODs obtenidos son útiles para evaluar PAHs en los límites máximos permisibles (LMPs), la regulación mexicana requiere el análisis de BaP (0.7 ng mL^{-1}) [12] y la EPA establece LMPs en concentraciones de $0.1\text{-}0.4 \text{ ng mL}^{-1}$ [13]. La precisión de la metodología fue estimada como repetitividad y reproducibilidad en términos de desviación estándar relativa en tres niveles de concentración ($3, 5, \text{ y } 7 \text{ ng mL}^{-1}$). Los resultados en todos lo caso fueron menores al 10 % RSD, indicando una adecuada precisión de los resultados.

Tabla 1. Constantes de disociación (K_d) obtenidos mediante análisis Scatchard, y parámetros de regresión de las curvas de calibrado de los 12 PAHs.

PAH	$K_d \times 10^{-6}$ (mol L ⁻¹)	$b_1 \pm \delta b_1$	$b_0 \pm \delta b_0$	LOD	LOQ	Repetitividad	Reproducibilidad
				(ng mL ⁻¹)			
Flu	175.7±9.6	0.647±0.007	-0.023±0.048	0.13	0.40	6.14-9.03	6.42-9.55
Fen	44.6±1.7	0.340±0.006	-0.009±0.038	0.10	0.31	5.89-8.38	5.96-8.92
Ant	56.4±2.0	1.156±0.008	-0.027±0.051	0.14	0.42	5.43-7.46	6.29-8.22
Pir	33.5±2.1	0.615±0.005	0.032±0.033	0.09	0.27	4.73-7.72	5.99-7.98
BaA	28.6±1.0	0.455±0.007	0.052±0.070	0.13	0.41	5.14-8.37	5.93-8.57
Cri	23.9±1.2	0.697±0.004	0.014±0.025	0.06	0.21	6.27-9.15	6.57-9.94
BbF	93.2±2.1	0.155±0.006	0.030±0.040	0.1	0.33	4.96-6.89	5.95-7.75
BkF	36.7±2.1	1.263±0.003	0.015±0.019	0.05	0.15	5.36-7.08	6.67-8.83
BaP	172.3±4.6	0.515±0.005	0.032±0.035	0.09	0.29	4.17-7.32	5.25-7.94
DahA	45.8±1.1	0.636±0.004	0.026±0.027	0.07	0.22	5.66-6.59	6.01-8.90
BghiP	50.7±3.8	0.357±0.007	0.059±0.060	0.13	0.42	5.54-8.06	5.88-9.47
IcdP	34.3±2.2	0.085±0.003	0.015±0.023	0.07	0.24	6.06-7.76	6.45-8.79

La Fig. 2 muestra los cromatogramas obtenidos bajo las condiciones óptimas, la Fig. 2(A) corresponde a una muestra blanco de agua potable y la Fig. 2(B) una muestra dopada con concentración de 1 ng mL⁻¹ de PAHs y la Fig. 2(C) presenta el cromatograma de una muestra de agua potable. El método propuesto fue aplicado en 13 muestras de agua potable, 9 muestras contenían al menos un HAP, 6 muestras contenían fluoreno (0.49-0.89 ng mL⁻¹), 8 fenantreno (0.60-0.94 ng mL⁻¹) y 6 antraceno (0.60-0.87 ng mL⁻¹). Se analizaron las muestras positivas empleando la metodología oficial [14]. Los métodos fueron comparados usando la prueba *t*-Student de pares de valores, encontrándose que no existe diferencia estadísticamente significativa ($p > 0.05$), por lo que exactitud del método es adecuada para la determinación de PAHs en muestras de agua potable. Los límites de detección obtenidos fueron competitivos con otras metodologías basadas en extracción en fase sólida. Adicionalmente, el adsorbente usado presenta ventajas sobre las otras metodologías debido a que no requiere métodos de síntesis complejos, además las películas de poliestireno son obtenidas a partir de material reciclado.

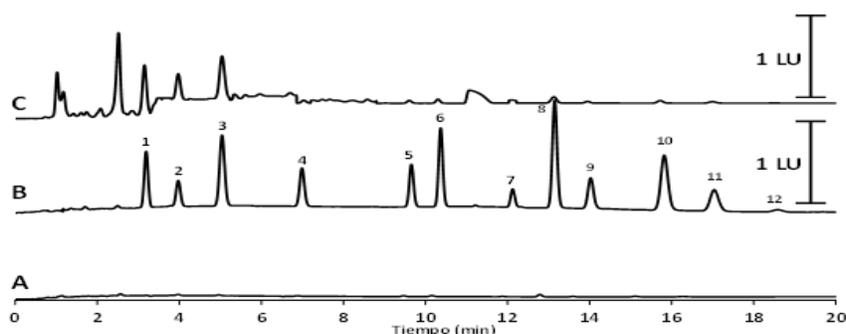


Fig. 2. Cromatogramas de 12 PAHs de muestras **(A)** blanco; **(B)** dopada con 1 ng mL^{-1} , **(C)** agua potable. 1-Flu, 2-Fen, 3-Ant, 4-Pir, 5-BaA, 6-Cri, 7-BbF, 8-BkF, 9-BaP, 10-DahA, 11-BghiP, 12-IcdP.

CONCLUSIONES

En este trabajo se diseñó una metodología PT-SPE para la determinación de PAHs utilizando películas de poliestireno reciclado. La preparación de la película se realizó con una estrategia simple y rápida que contribuye al uso/reciclado de material de bajo costo. La película de poliestireno mostró ser un adsorbente eficiente que permitió el proceso de retención-elución de los PAHs. La metodología PT-SPE-HPLC-FLD propuesta permitió el análisis cuantitativo de PAHs con LODs competitivos, una precisión y exactitud adecuadas, en comparación con las descritas en otras metodologías. Los resultados obtenidos del análisis de muestras reales de agua corriente no mostraron diferencias significativas respecto a los obtenidos con la metodología oficial. La metodología propuesta es robusta, eficiente y rápida, con un consumo reducido de solvente y volúmenes de muestra.

REFERENCIAS

1. Barro, R.; Regueiro, J.; Llompарт, M.; Garcia-Jares, C. *J. Chromatogr. A*. **2009**, *1216*, 540-566. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2008.10.117>
2. Lucio-Gutiérrez, J. R.; Salazar-Cavazos, M. L.; Waksman de Torres, N. H.; Castro-Ríos, R. *Anal. Lett.* **2008**, *41*, 119-136. DOI: <https://doi.org/10.1080/00032710701746758>
3. Soceanu, A.; Dobrinás, S.; Popescu, V. *Polycycl. Aromat. Comp.* **2014**, *36*, 364-375. DOI: <https://doi.org/10.1080/10406638.2014.988275>
4. Mojiri, A.; Zhou, J. L.; Ohashi, A.; Ozaki, N.; Kindaichi, T. *Sci. Total Environ.* **2019**, *696*, 133971. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.133971>
5. Manousi, N.; Zachariadis, G. A. *Molecules* **2020**, *25*, 2182. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules25092182>
6. Habila, M. A.; Alothman, Z. A.; Yilmaz, E.; Soylak, M. *Int. J. Environ. Anal. Chem.* **2018**, *98*, 171-181.
7. Luo, Y. B.; Chen, X. J.; Zhang, H. F.; Jiang, X. Y.; Li, X.; Li, X. Y.; Hou, H. W. *J. Chromatogr. A*. **2016**, *1460*, 16-23. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2016.07.018>
8. Zhang, Y.; Zhao, Y. G.; Chen, W. S.; Cheng, H. L.; Zeng, X. Q.; Zhu, Y. *J. Chromatogr. A* **2018**, *1552*, 1-9. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2018.03.039>
9. Wang, J.; Liu, X.; Liu, G.; Zhang, Z.; Wu, H.; Cui, B.; Zhang, W. *Ecotox. Environ. Safe.* **2019**, *173*, 331-338. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2019.02.037>
10. Davenport, A. P. *Receptor binding techniques*. Springer Science, **2005**.
11. Ríos-Gómez, J.; Lucena, R.; Cárdenas, S. *Microchem. J.* **2017**, *133*, 90-95. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.microc.2017.03.026>

- 12.SSA, Proyecto De Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-127-SSA1-2017, Agua Para Uso Y Consumo Humano. Límites Permisibles De La Calidad Del Agua.
https://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5581179&fecha=06/12/2019
- 13.K. Gehle, Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR) case studies in environmental medicine toxicity of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs). **2009**, 1-68.
- 14.Hodgeson, J. W., Bashe, W. J., y Baker, T. V. Office Of Research and Development, US Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, **1990**, 1-22.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



OTROS TEMAS DE QUÍMICA.
LA QUÍMICA EN TODAS
PARTES - QP

CISQM-QP-CE06

Actividad enzimática de HNL de semillas de *Pouteria sapota* (Mamey) inmovilizada sobre celita

Elizabeth Álvarez Montalvo, Aida Solís Oba*, R. Marlen Martínez Casares, Liliana Hernández Vazquez, Julia Cassani Hernandez, Héctor Luna Contla

Departamento de Sistemas Biológicos, División de Ciencias Biológicas y de la Salud, Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco, Col. Villa Quietud, Coyoacán, 04960, Ciudad de México.

2182044562@alumnos.xoc.uam.mx; *asolis@correo.xoc.uam.mx

RESUMEN

La HNL presente en el extracto acuoso de la harina desengrasada de semilla de mamey se inmovilizó por adsorción sobre celita. Se utilizaron 3 tipos de celita, con diferentes tamaños de partícula (560>NB>SF) para determinar su influencia sobre la cantidad de enzima inmovilizada. Se observó que las celita de mayor tamaño retuvo una mayor cantidad de proteína que las de menor tamaño. La HNL semipurificada fue la que tuvo una mayor actividad enzimática específica, mientras que la de la harina desengrasada y las inmovilizadas en celitas NB y SF tuvieron actividad similar y la inmovilizada en celita 560 fue la menor.

INTRODUCCIÓN

La adición enantioselectiva de cianuro a aldehídos y cetonas se utiliza para producir cianohidrinan quirales,[1] las cuales son bloques sintéticos importantes para la obtención de sustancias con actividad biológico. Los grupos hidroxilo y nitrilo de las cianohidrinan pueden transformarse en otros compuestos quirales como α -hidroxialdehídos y cetonas, β -aminoalcoholes, α -fluorocianuros, etc. [2] Esto ha provocado interés en el desarrollo de procedimientos más eficientes, enantioselectivos y versátiles para la adición de cianuro a aldehídos y cetonas.

Las hidroxinitrilo liasas (HNL) son enzimas que catalizan la adición enantioselectiva de HCN a aldehídos o cetonas para producir cianohidrinan ópticamente activas.[3] Las plantas son las principales fuentes de HNL, se ha reportado que las semillas de *Pouteria sapota* [4,5] es una de las pocas fuentes de HNL que cataliza la adición enantioselectiva de HCN a benzaldehídos *orto*- sustituidos para dar el correspondiente (*R*)-mandelonitrilo *orto*-sustituido, con alta conversión y exceso enantiomérico (*ee*). [5]

Las enzimas tienen ventajas importantes sobre los catalizadores químicos, ya que pueden usarse en condiciones de reacción suaves; sin embargo, entre los inconvenientes de las enzimas se encuentran que pueden ser desactivadas por la concentración de reactivos, disolvente, temperatura, además de que no son reutilizables. Una forma de proteger, recuperar y reutilizar la enzima es la inmovilización, además el producto se puede separar fácilmente de la mezcla de reacción, y después del acondicionamiento adecuado, la enzima se puede reciclar, también se ha reportado que la actividad y la selectividad pueden mejorar. [6,7]

La celita ha sido utilizada ampliamente para la inmovilización no covalente de diferentes tipos de enzimas, es un procedimiento de inmovilización simple y de bajo costo. [8,9] Se han reportado varios ejemplos de inmovilización de HNL sobre celita con buenos resultados, por ejemplo, las HNL de *P. dulcis*, [10] *B. montanum*, [11] *Arabidopsis thaliana* [12,13] y *M. esculenta*, [14] en donde han demostrado que las enzimas son estables y se pueden utilizar repetidamente, observándose buenas conversiones y enantioselectividad.

Se sabe que las características físicas de los sustratos utilizados en la inmovilización son importantes para la actividad biocatalítica de la enzima sin embargo no se discuten las características de la celita ni la influencia que esta podría tener en la actividad enzimática. Por lo anterior, en esta investigación se estudió la inmovilización de HNL semipurificada de *P. sapota* en 3 diferentes tipos de celita con diferentes tamaños de partícula y dos metodologías de inmovilización. Posteriormente se comparó su actividad enzimática sobre la adición de HCN a benzaldehído por obtener (*R*)-mandelonitrilo.

MATERIALES Y MÉTODOS

Los disolventes fueron grado analítico de Tecsiquim, el benzaldehído y el mandelonitrilo se adquirieron de Sigma-Aldrich. El % exceso enantiomérico (%ee) se determinó por cromatografía de líquidos, usando un cromatógrafo Agilent serie 1100, equipado con una columna Chiralcel® OJ-H (250 × 4,6 mm, 5 µm, Daicel® Chemical Industries) y un detector de arreglo de diodos, eluyente fue una mezcla de hexano y alcohol isopropílico. La conversión se determinó en un cromatógrafo de gases Hewlett Packard Serie 6890 A, equipado con un detector de ionización de llama, columna HP-5 (30 m × 0,33 mm, 0,25 µm, Agilent Technologies) a 160 °C, con N₂ como gas portador a 0.8 mL min⁻¹.

Harina desgrasada de semillas de P. sapota como fuente cruda de HNL

Las semillas de *P. sapota* se obtuvieron de frutos maduros comprados en un mercado local. Se quitó la capa superior y el tegumento de las semillas, molieron con acetona en una licuadora, a 4 °C, la suspensión se filtró y el proceso se repitió tres veces, el polvo resultante se secó, tamizó y se utilizó como fuente de R-HNL (HNL-HD), se almacenó a 4 °C hasta su uso (Solís et al. 2004).

HNL semipurificada

La harina desgrasada (3 g) se suspendió en 45 mL de agua desionizada y se homogeneizó con un ultraturrax por 10 min a 0 °C, luego se centrifugó a 4000 rpm por 15 min a 5 °C, se recuperaron 35 mL de sobrenadante. El extracto acuoso de harina desgrasada se liofilizó (-47 °C y 0,242 mbar) y se usó como HNL semipurificada (HNL-sp) o como fuente de HNL para inmovilizar en celita.

Inmovilización de la HNL semipurificada

La inmovilización se realizó utilizando 3 tipos de celita: Standard Super Cel® fine (SF), Celite® 560 (560) y celita sin caracterización (NB), se utilizó una relación 1:4 de HNL:celita. 3 g de celita previamente lavada se mezclaron con 35 mL de acetona, la suspensión se enfrió a 0 °C y se agitó magnéticamente (30 min), luego se adicionaron 35 mL del extracto de harina desgrasada previamente preparado la suspensión gota a gota a 0 °C, la mezcla se agitó 2 h a 0 °C, se filtró y el sólido se secó en una campana de extracción.

Actividad enzimática de HNL y determinación de proteínas

La actividad de la HNL presente en el extracto acuoso, liofilizado y la inmovilizada se determinó siguiendo la conversión de mandelonitrilo a benzaldehído por 10 min. Las diversas fuentes de HNL-HD, HNL-sp o la HNL semipurificada inmovilizada (3, 10 y 20 mg respectivamente) se suspendieron en 25 mL de solución amortiguadora de citratos (0.2 M, pH 5.0), la mezcla agitó durante 60 min a 5°C, se centrifugó a 4000 rpm, 5min, 5 °C. A 3.5 mL del sobrenadante, fuente de HNL, se agregaron 500µL de una solución de mandelonitrilo (equivalente a 0.084µmol) en la solución amortiguadora de citratos. Cada minuto se determinó la absorbancia de la mezcla de reacción a λ_{249 nm}, durante 10 min. Una unidad de actividad de HNL se define como la cantidad de HNL que produce 1.0 µmol de benzaldehído en 1 min en las condiciones del ensayo. La concentración de proteína se determinó utilizando albúmina de suero bovino como estándar, por el método de Lowry et al. (1951).

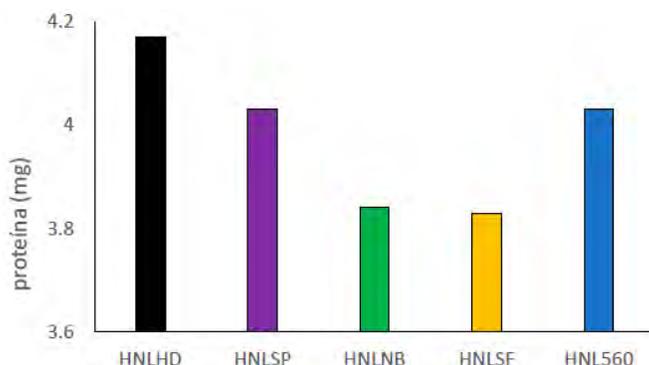
Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó con análisis de varianza unidireccional (ANOVA) seguido de HDS de Tukey-Kramer Test, $p < 0.05$ se consideró estadísticamente significativo utilizando el software JMP versión 13 (SAS Institute Inc., North Caroline, EE. UU.). Los resultados se expresaron como media ± desviación estándar.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Contenido de proteína

Las enzimas son proteínas que catalizan alguna reacción química en los sistemas biológicos. Estas enzimas se pueden utilizar para catalizar reacciones en el laboratorio, en muchas ocasiones se pueden utilizar enzimas sin purificar, con la ventaja de evitar los largos y a veces costosos procesos de purificación, además de que a veces durante el proceso de purificación se puede inactivar la enzima. Como fuente de HNL se utilizaron la harina desengrasada de semilla de mamey (HNLHD), el extracto acuoso de la harina desengrasada (HNLEA), el liofilizado de HNLEA (HNLSP) que se utilizó como HNL semipurificada, y la enzima inmovilizada sobre tres tipos de celita con diferentes tamaños de partícula, HNL560, HNLSF y HNLNB. Se evaluó el contenido de proteína a cada una de las fuentes de HNL mencionadas, los resultados se observan en la gráfica 1.

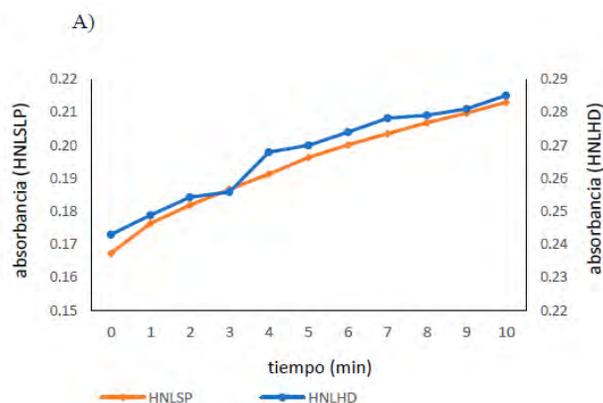


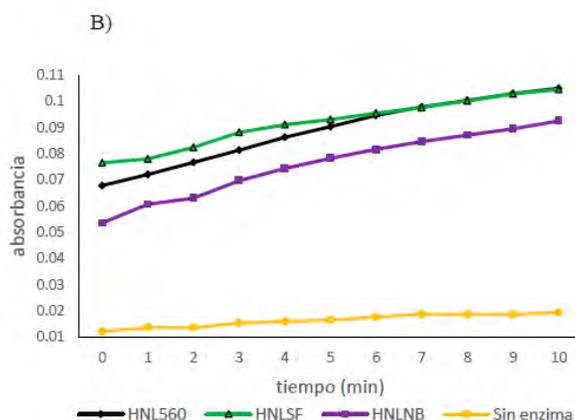
Gráfica 1. Contenido de proteína en harina desengrasada de semilla de mamey (HNLHD), semipurificada (HNLSP), inmovilizada celita HNL560, HNLSF y HNLNB.

En la gráfica 1 se observa que la cantidad de proteína que se adsorbió fue dependiente del tamaño de partícula de la celita, las más grandes son las de 560, luego las NB y las más pequeñas las SF, en estas dos últimas se retuvo la menor cantidad de proteína con respecto a la fuente original que en la harina desengrasada.

Actividad enzimática

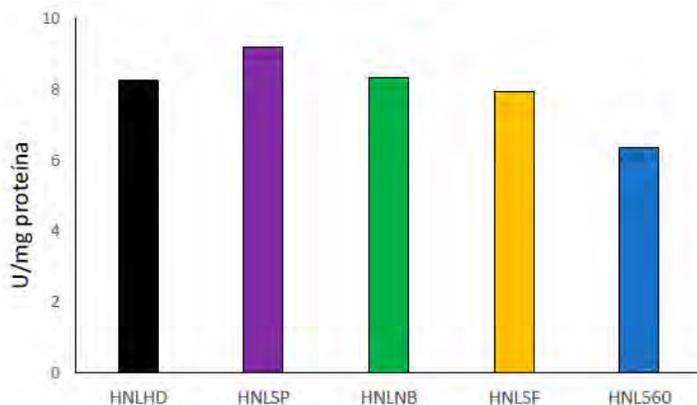
Para determinar la actividad enzimática de las fuentes de HNL se utilizó la reacción de descomposición de mandelonitrilo a benzaldehído durante 10 min, para comprobar que el mandelonitrilo no se descompone en el medio acuoso en ese tiempo se llevó a cabo una reacción sin enzima. En la gráfica 2 se observan el curso de las reacciones estudiadas, la pendiente de cada recta fue: 4.1×10^{-3} para HNLHD, 4.4×10^{-3} para HNLSP, 3.8×10^{-3} para HNL560, 2.9×10^{-3} para HNLSF y HNLNB, sin enzima 7×10^{-4} . Con estos resultados se puede concluir que la descomposición de mandelonitrilo a benzaldehído se debe a la acción de la HNL, ya que en ausencia de la enzima no se observó benzaldehído.





Gráfica 2. Cinética de reacción de mandelonitrilo a benzaldehído, utilizando (A) HNLHD y HNLSP, (B) HNL inmovilizadas con diferentes celitas HNLNB, HNL560, HNLSF y control negativo (sin enzima).

En la gráfica 3 se observa que la actividad enzimática fue mayor en HNSP, es decir que la semi purificación permitió tener una fuente más rica enzima que la harina desengrasada, mientras que la actividad fue similar en HNLHD, HNSP y HNLNB. Aunque la cantidad de proteína fue mayor en HNL560 que en HNLSP y HNLNB, los resultados indican que no necesariamente fue la mayor cantidad de HNL.



Gráfica 3. Actividad enzimática específica (mmol/min* mg proteína) de HNLHD, HNSP, HNL inmovilizadas con diferentes celitas HNLNB, HNL560, HNLSF

CONCLUSIONES

La inmovilización de proteína proveniente de la harina desengrasada de la semilla de mamey. por adsorción sobre celita, fue dependiente del tamaño de partícula de la celita, pero la actividad enzimática no fue mayor en el inmovilizado con mayor contenido de proteína. La HNL semipurificada tuvo la mayor actividad enzimática específica y fue similar entre la de la harina desengrasada y las inmovilizadas sobre celita NB y SF.

REFERENCIAS

1. Zeng, X.-P.; Sun, J.-C.; Liu, C.; Ji, C.-B.; Peng, Y.-Y. *Adv. Synth. Catal.* **2019**, *361*, 3281–3305. DOI: <https://doi.org/10.1002/adsc.201900015>
2. Torrelo, G.; van Midden, N.; Stloukal, R.; Hanefeld, U. *ChemCatChem.* **2014**, *6*, 1096–1102. DOI: <https://doi.org/10.1002/cctc.201300892>

3. Wu, W.-B.; Yu, J.-S.; Zhou, J. *ACS Catal.* **2020**, *10*, 7668–7690. DOI: <https://doi.org/10.1021/acscatal.0c01918>.
4. Solís, A.; Luna, H.; Manjarrez, N.; Pérez, H. I. *Tetrahedron.* **2004**, *60*, 10427–10431. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tet.2004.07.102>
5. Martínez-Casares, R. M.; Pérez, H.; Manjarrez, N.; Solís-Oba, M.; Ortega, L.; Solís, A. *Ind. Crops Prod.* **2020**, *153*, 112606. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112606>
6. Bolivar, J. M.; Eisl, I.; Nidetzky, B. *Catal. Today* **2016**, *259*, 66–80. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2015.05.004>
7. Basso, A.; Serban, S. *Mol. Catal.* **2019**, *479*, 110607. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2019.110607>
8. Cesarini, S.; Infanzón, B.; Pastor, F. I. J.; Diaz, P. *BMC Biotechnol.* **2014**, *14*, 27. DOI: <https://doi.org/10.1186/1472-6750-14-27>
9. Aggarwal, S.; Chakravarty, A.; Ikram, S. *Int. J. Biol. Macromol.* **2021**, *167*, 962–986. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.052>
10. Bracco, P.; Torrelo, G.; Noordam, S.; De Jong, G.; Hanefeld, U. *Catalysts.* **2018**, *8*, 287. DOI: <https://doi.org/10.3390/catal8070287>
11. Jangir, N.; Preeti; Padhi, S. K. *Process Biochem.* **2020**, *88*, 78–89. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2019.10.014>
12. Okrob, D.; Paravidino, M.; Orru, R. V. A.; Wiechert, W.; Hanefeld, U.; Pohl, M. *Adv. Synth. Catal.* **2011**, *353*, 2399–2408. DOI: <https://doi.org/10.1002/adsc.201100199>
13. Rao, D. H. S.; Shivani, K.; Padhi, S. K. *Appl. Biochem. Biotechnol.* **2021**, *193*, 560–576. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12010-020-03442-3>
14. Leemans, L.; van Langen, L.; Hollmann, F.; Schallmey, A. *Catalysts.* **2019**, *9*, 522. DOI: <https://doi.org/10.3390/catal9060522>

CISQM-QP-CP05

Inmovilización de HNL de semilla de *Pouteria sapota* (Mamey) para la obtención de (*R*)-mandelonitrilo

R. Marlen Martínez Casares, Clarissa Acosta Ovando, Aida Solís Oba*, Liliana Hernández Vazquez, Julia Cassani Hernandez, Héctor Luna Contla
Departamento de Sistemas Biológicos, División de Ciencias Biológicas y de la Salud,
Universidad Autónoma Metropolitana Xochimilco, Col. Villa Quietud, Coyoacán, 04960, Ciudad de México,
México.
cacosta@correo.xoc.uam.mx; [*asolis@correo.xoc.uam.mx](mailto:asolis@correo.xoc.uam.mx)

RESUMEN

La enzima hidroxinitrilo liasa (HNL) de semilla de mamey se inmovilizó en celita, para mantener su actividad biocatalítica y poder reciclarla. Se utilizaron 3 tipos de celitas: una sin caracterizar (NB-celita), SF-celita con tamaño de partícula <14µm y 560-celita con tamaño de partícula <148.5 µm, las HNL inmovilizadas se compararon con la HNL en la harina desengrasada y la HNL semipurificada y se evaluó la capacidad de reciclarlas. Las HNL inmovilizadas en los diferentes tipos de celita no mostraron diferencia en la conversión de benzaldehído a mandelonitrilo, con % de conversión >80 % en el ciclo 3. Sin embargo, el % de exceso enantiomérico (ee) del (*R*)-mandelonitrilo fue diferente dependiendo de la celita, con NB-celita y SF-celita fue >99 %, pero con 560-celita el ee fue de 70 %.

INTRODUCCIÓN

Las hidroxinitrilo liasas (HNL) son enzimas que catalizan la adición enantioselectiva de HCN a aldehídos o cetonas para producir cianohidrinás ópticamente activas.[1] Los grupos hidroxilo y nitrilo de las cianohidrinás pueden transformarse en otros compuestos quirales como α-hidroxialdehídos y cetonas, β-aminoalcoholes, α-fluorocianuros; [2] los cuales son bloques sintéticos importantes para la obtención de compuestos con actividad biológica como fármacos y agroquímicos.

Las HNL se han encontrado en las semillas de diversas plantas, principalmente en el género *Prunus*, por ejemplo, las (*R*)-HNL que se han obtenido de semilla de almendra, cereza, durazno y capulín; otro género en donde se han reportado es en las semillas de *Pouteria sapota*, [3,4] que cataliza la adición enantioselectiva de HCN a benzaldehídos *orto*-sustituídos para dar el correspondiente (*R*)-mandelonitrilo *orto*-sustituído, con alta conversión y ee. [4]

Este tipo de biocatalizadores son versátiles, estables y económicamente atractivos, pudiéndose obtener productos que son difíciles de preparar por métodos químicos convencionales. [5] Algunos de los inconvenientes del uso de enzimas es que pueden ser desactivadas por la concentración de reactivos, disolvente, temperatura, además de que no son reutilizables. Al inmovilizar la enzima en un soporte adecuado, se logra proteger, recuperar y reutilizar la enzima, otras ventajas al inmovilizar es que el producto se puede separar fácilmente de la mezcla de reacción, se ha reportado que la actividad y la selectividad pueden mejorar. [6,7]

Se han reportado diferentes tipos de inmovilización, dentro de las más utilizadas encontramos la inmovilización no covalente sobre celita, es un procedimiento de inmovilización simple y de bajo costo. [8–10] Se han reportado varios ejemplos de inmovilización de HNL sobre celita con buenos resultados, por ejemplo, las HNL de *P. dulcis*, [11] *B. montanum*, [12] *Arabidopsis thaliana* [13,14] y *M. esculenta*, [2] *P. Sapota* [15] en donde han demostrado que las enzimas son estables y se pueden utilizar repetidamente, observándose buenas conversiones y enantioselectividad. En los trabajos anteriores se ha discutido sobre la importancia de las características físicas de los sustratos utilizados para la actividad biocatalítica de la enzima, sin embargo, no se discuten las características de la celita ni la influencia que esta podría tener en la actividad enzimática. Por lo anterior, en esta investigación se estudió la inmovilización de HNL semipurificada de *P. sapota* en 3 diferentes tipos de celita con diferentes tamaños de partícula. Posteriormente se comparó su actividad enzimática sobre la adición de HCN a benzaldehído por obtener (*R*)-mandelonitrilo, así como su eficiencia en el proceso de reciclado.

MATERIALES Y MÉTODOS

Los disolventes fueron grado analítico de Tecsiquim, el benzaldehído y el mandelonitrilo se adquirieron de Sigma-Aldrich. El % exceso enantiomérico (%ee) se determinó por cromatografía de líquidos, usando un cromatógrafo Agilent serie 1100, equipado con una columna Chiralcel® OJ-H (250 × 4,6 mm, 5 µm, Daicel® Chemical Industries) y un detector de arreglo de diodos, eluyente fue una mezcla de hexano y alcohol isopropílico. La conversión se determinó en un cromatógrafo de gases Hewlett Packard Serie 6890 A, equipado con un detector de ionización de llama, columna HP-5 (30 m × 0,33 mm, 0,25 µm, Agilent Technologies) a 160 °C, con N₂ como gas portador a 0.8 mL min⁻¹.

Harina desgrasada de semillas de P. sapota como fuente cruda de HNL

Las semillas de *P. sapota* se obtuvieron de frutos maduros comprados en un mercado local. Se quitó la capa superior y el tegumento de las semillas, molieron con acetona en una licuadora, a 4 °C, la suspensión se filtró y el proceso se repitió tres veces, el polvo resultante se secó, tamizó y se utilizó como fuente de R-HNL (HNL-HD), se almacenó a 4 °C hasta su uso. [3]

HNL semipurificada

La harina desgrasada (3 g) se suspendió en 45 mL de agua desionizada y se homogeneizó con un ultraturrax por 10 min a 0 °C, luego se centrifugó a 4000 rpm por 15 min a 5 °C, se recuperaron 35 mL de sobrenadante. El extracto acuoso de harina desgrasada se liofilizó (-47 °C y 0,242 mbar) y se usó como HNL semipurificada (HNL-sp) o como fuente de HNL para inmovilizar en celita.

Inmovilización de la HNL semipurificada

La inmovilización se realizó utilizando 3 tipos de celita: Standard Super Cel® fine (SF), Celite® 560 (560) y celita sin caracterización (NB), se utilizó una relación 1:4 de HNL:celita 3 g de celita lavada se mezclaron con 35 mL de acetona, la suspensión se enfrió a 0 °C y se agitó magnéticamente (30 min), luego se adicionaron 35 mL del extracto de harina desgrasada previamente preparado la suspensión gota a gota a 0 °C, la mezcla se agitó 2 h a 0 °C, se filtró y el sólido se secó en una campana de extracción.

Adición biocatalizada de HCN a benzaldehído

El HCN de una solución amortiguadora de KCN/ácido cítrico (0.55 mL, 1 N, pH 5.0, 1.5 eq.) se extrajo con DIPE (2 × 2 mL). Al DIPE saturado con HCN se le añadió 5 % (v/v) de la solución amortiguadora KCN/citratos (pH 5, 0,1 M) y HNL-sp, HNL-HD ó NB-celita, 560-celita, SF-celita. La mezcla se agitó durante 10 min a 5 °C, la reacción se inició mediante la adición de benzaldehído (0.35 mmol) y se agitó a 5 °C, se tomaron muestras (400 µL) a intervalos regulares (5, 24 y 48h), se secaron con sulfato de sodio anhidro. Del muestreo anterior se tomaron 50 µL y se diluyeron con 200 µL con hexano: alcohol isopropílico (90:10) y se analizaron por HPLC para determinar el ee. Los 350 µL restantes se utilizaron para la formación de acetatos y determinación del % conversión por CG. Las reacciones se realizaron por triplicado.

Estudio de reciclado de la HNL

Se pesaron 30 mg de HNL-sp, 100 mg de HNL-HD o 200 mg de HNL-Celite (NB-celita-MA, NB-celita-MB, 560-celita-MA, 560-celita-MB, SF-celita-MA, SF-celita-MB) se colocaron en bolsitas de malla de nailon (0.025 mm) para eliminar fácilmente del medio de reacción. Se reciclaron tres veces consecutivas durante 24 h, como se describe en la adición de HCN a benzaldehído. Las bolsitas se lavaron entre cada ciclo de reacción con DIPE puro y se almacenaron a 5 °C hasta su reutilización. Los experimentos se realizaron por triplicado.

Formación de acetatos de cianohidrininas para determinar el % de conversión por GC

El acetato del mandelonitrilo se utilizó para determinar la conversión por GC. El mandelonitrilo (3.25 mg) se mezcló con 350 mL de diclorometano, 10 μ L de anhídrido acético y 10 μ L de trietilamina, se agitó 24 h a temperatura ambiente, se lavó con agua, se secó con Na₂SO₄ y se analizó por GC.

Análisis estadístico

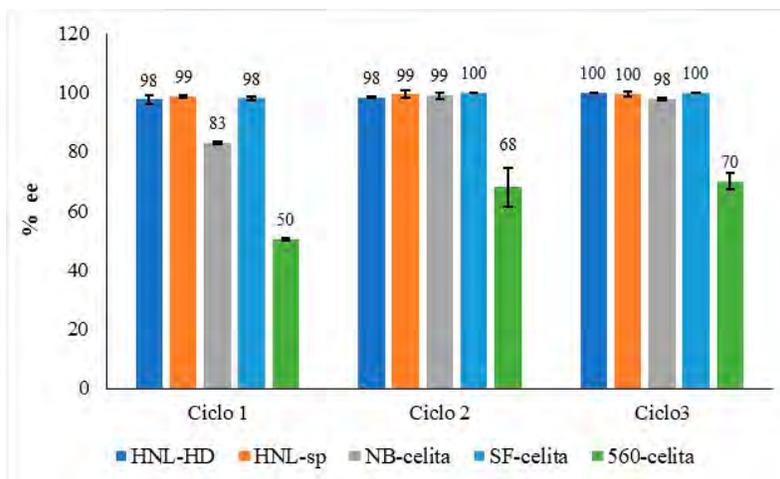
El análisis estadístico se realizó con análisis de varianza unidireccional (ANOVA) seguido de HDS de Tukey-Kramer Test, $p < 0.05$ se consideró estadísticamente significativo utilizando el software JMP versión 13 (SAS Institute Inc., North Caroline, EE. UU.). Los resultados se expresaron como media \pm desviación estándar.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la gráfica 1 se muestran los % de ee de mandelonitrilo, en el estudio de reciclado de HNL-HD, HNL-sp y de las HNL inmovilizadas sobre celita (NB-celita, SF-celita y 560-celita). En el primer ciclo con HNL-sp y SF-celita se obtuvo >98 % de ee, en los siguientes ciclos la actividad catalítica fue similar >98 . Para NB-celita en el primer ciclo de uso se obtuvo un % de ee de 83 %, en los ciclos 2 y 3, el % ee fue de >99 %. Sin embargo, en el caso del biocatalizador inmovilizado en 560-celita en el primer ciclo se obtuvo un 50 % de %ee, en los ciclos 2 y 3 el % de ee aumento en un 20 %.

La harina desengrasada de la semilla de mamey (HNL-HD), la HNL semipurificada, los biocatalizadores inmovilizados en celita sin caracterización (NB-celita) y en celita super fina (SF-celita), se puede reutilizar 3 ciclos con %ee $>$ al 98 % favoreciendo la obtención de (*R*)-mandelonitrilo.

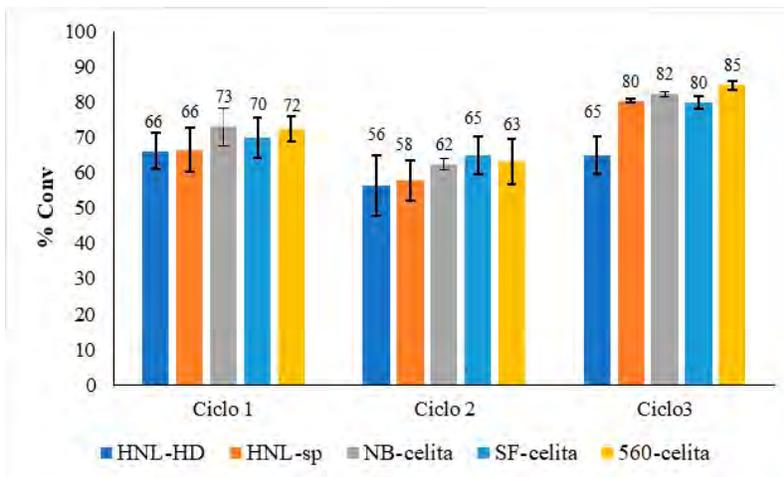
Sin embargo, al inmovilizar el biocatalizador en Celite® 560, el %ee fue <70 %, con estos datos podemos asumir que se está favoreciendo la reacción química, la reacción química se minimiza, al disminuir el pH y la temperatura. Sin embargo, las características fisicoquímicas de la celita 560 reportadas son: tamaño de partícula $<$ 148.5 μ m, fue tratada con carbonato de calcio, un pH $>$ a 8.5 en suspensión al 10 %, el pH alto favorece la reacción química.



Gráfica 1. % (*R*)-mandelonitrilo por adición de HCN a benzaldehído, reciclando la HNL en tres ciclos de reacciones sucesivas. Harina desgrasada de semillas (HNL-HD), HNL semipurificada (HNL-sp), HNL inmovilizada en celita agranel (NB-celita), HNL inmovilizada en Celite® 560 (560-celita), HNL inmovilizada en Standard Super Cel® fine (SF-celita).

En la gráfica 2 se muestran los % de conversión de benzaldehído a mandelonitrilo, en el reciclado de HNL-HD, HNL-sp y de las HNL inmovilizadas en los diferentes tipos de celita (NB-celita, SF-celita y 560-celita). En el ciclo 1 el % de conversión de benzaldehído a mandelonitrilo fue >66 %, en todos los casos. Para el ciclo 2 el % de

conversión fue > 56 % con todas las HNL evaluadas. Por otro lado, en el ciclo 3 se obtuvo un % de conversión mayor a lo obtenido en los ciclos 1 y 2; con todas las fuentes de HNL la conversión fue >80 %, excepto con HNL-HD, que fue 65 %. Al utilizar los biocatalizadores HNL-sp, NB-celita y 560-celita, se observa un incremento en la conversión durante el ciclo 3, comparando con los ciclos anteriores.



Gráfica 2. Biotransformación de benzaldehído a mandelonitrilo, reciclando la HNL en tres ciclos de reacciones sucesivas. Harina desgrasada de semillas (HNL-HD), HNL semipurificada (HNL-sp), HNL inmovilizada en celita agranel (NB-celita), HNL inmovilizada en Celite® 560 (560-celita), HNL inmovilizada en Standard Super Cel® fine (SF-celita).

CONCLUSIONES

La actividad biocatalítica de las HNL inmovilizadas son iguales a las de HNL-HD y HNL-sp, en los ciclos 1 y 2 no se observa diferencia en el % de conversión, pero en el tercer ciclo las HNL inmovilizadas son superiores en >15% para biotransformar a benzaldehído en mandelonitrilo. Las HNL inmovilizadas mantienen su actividad biocatalítica, además, se pueden reciclar al menos 3 veces. Las HNL inmovilizadas en los diferentes tipos de celita no mostraron diferencia en la conversión de benzaldehído a mandelonitrilo. La selección del soporte es importante, se observó que al utilizar 560-celita debido a sus características se ve favorecida la reacción química, lo que disminuye el %ee.

REFERENCIAS

1. Wu, W.-B.; Yu, J.-S.; Zhou, J. *ACS Catal.* **2020**, *10*, 7668–7690. DOI: <https://doi.org/10.1021/acscatal.0c01918>.
2. Torrelo, G.; van Midden, N.; Stloukal, R.; Hanefeld, U. *ChemCatChem.* **2014**, *6*, 1096–1102. DOI: <https://doi.org/10.1002/cctc.201300892>.
3. Solís, A.; Luna, H.; Manjarrez, N.; Pérez, H. I. *Tetrahedron.* **2004**, *60*, 10427–10431. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tet.2004.07.102>.
4. Martínez-Casares, R. M.; Pérez, H.; Manjarrez, N.; Solís-Oba, M.; Ortega, L.; Solís, A. *Ind. Crops Prod.* **2020**, *153*, 112606. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112606>.
5. Holt, J.; Hanefeld, U. *Curr. Org. Synth.* **2009**, *6*, 15–37.
6. Bolivar, J. M.; Eisl, I.; Nidetzky, B. *Catal. Today* **2016**, *259*, 66–80. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2015.05.004>.
7. Basso, A.; Serban, S. *Mol. Catal.* **2019**, *479*, 110607. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2019.110607>.
8. Cesarini, S.; Infanzón, B.; Pastor, F. I. J.; Diaz, P. *BMC Biotechnol.* **2014**, *14*, 27. DOI: <https://doi.org/10.1186/1472-6750-14-27>.

9. Chauhan, S.; Vohra, A.; Lakhanpal, A.; Gupta, R. *J. Food Process. Preserv.* **2015**, *39*, 2135–2141. DOI: <https://doi.org/10.1111/jfpp.12457>.
10. Aggarwal, S.; Chakravarty, A.; Ikram, S. *Int. J. Biol. Macromol.* **2021**, *167*, 962–986. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.052>.
11. Bracco, P.; Busch, H.; von Langermann, J.; Hanefeld, U. *Org. Biomol. Chem.* **2016**, *14*, 6375–6389. DOI: <https://doi.org/10.1039/C6OB00934D>.
12. Jangir, N.; Preeti; Padhi, S. K. *Process Biochem.* **2020**, *88*, 78–89. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2019.10.014>.
13. Okrob, D.; Paravidino, M.; Orru, R. V. A.; Wiechert, W.; Hanefeld, U.; Pohl, M. *Adv. Synth. Catal.* **2011**, *353*, 2399–2408. DOI: <https://doi.org/10.1002/adsc.201100199>
14. Rao, D. H. S.; Shivani, K.; Padhi, S. K. *Appl. Biochem. Biotechnol.* **2021**, *193*, 560–576. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12010-020-03442-3>.
15. Solís, A.; Cano, A.; Martínez-Casares, R. M.; Solís-Oba, M.; Castro-Rivera, R.; Velázquez Flores, O. *Biocatal. Biotransformation* **2022**, *0*, 1–9. DOI: <https://doi.org/10.1080/10242422.2022.2070430>.

CISQM-QP-CP07

Medición y modelado de espectros de resonancia magnética nuclear en complejos de platino y oro con inclusión de efectos relativistas

Jaime Valdez Ruvalcaba¹, Cristina G. Bernal Candelaria¹, Roberto Flores Moreno¹, Bernardo A. Zúñiga Gutiérrez¹, José Emiliano Rubio García^{1,2}

¹Universidad de Guadalajara (México).

²Universidad de Valladolid (España).

jaime.vruvalcaba@alumnos.udg.mx

RESUMEN

En este trabajo se calcularon desplazamientos químicos de manera teórica para modelar espectros de RMN (resonancia magnética nuclear) bajo la teoría de funcionales de la densidad auxiliar. Se tomaron en cuenta efectos relativistas mediante el uso de pseudopotenciales y de la aproximación regular de orden cero. Se utilizaron dos tipos de pseudopotenciales: potenciales efectivos de core y potenciales modelo de core. Los resultados de los cálculos se comparan con datos experimentales de complejos que contienen metales pesados como oro y platino. Se utilizaron ligantes de tipo carbeno N-heterocíclico que presentan potencial para su aplicación en la lixiviación del oro.

CISQM-QP-CP08

Preparación de copolímeros tipo estrella/ramificados vía RAFT de PNVCL y PNIPAM con respuesta doble a la temperatura

Lizeth Tello Victorino, Eduardo Hermsillo-Ochoa, Norma A. Cortez-Lemus*

Centro de Graduados e Investigación en Química del Instituto Tecnológico de Tijuana. Blvd. Industrial s/n, Cd Industrial, 22430 Tijuana, B.C.

lizeth.tello19@tectijuana.edu.mx; eduardo.hermosillo17@tectijuana.edu.mx; norma.cortez@tectijuana.edu.mx

RESUMEN

En el presente trabajo, se sintetizaron polímeros estrella de poli(acrilato de 2-hidroxietilo) (PHEA) por la técnica RAFT con el enfoque primero núcleo. Los polímeros sintetizados son de seis brazos los cuales contienen segmentos hidrofóbicos pertenecientes a PNVCL unida al PHEA en injerto y a la PNIPAM en bloque con PHEA: ((PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM)₆. Los copolímeros tipo estrella preparados fueron caracterizados mediante GPC y ¹H-RMN. La espectroscopia ultravioleta visible (UV-VIS) se empleó para comprobar la presencia o ausencia de los agentes de transferencia de cadena (CTA). Se utilizaron mediciones de turbidez para evaluar la temperatura de transición y las características de los copolímeros, lo que puede proporcionar una visión macroscópica de los procesos de transición de fase.

INTRODUCCIÓN

La introducción de polímeros termosensibles a una arquitectura tipo estrella hace más atractivo algún nanomaterial debido a su gran potencial en una amplia gama de aplicaciones. Se sabe que los polímeros termosensibles poseen una temperatura de solución crítica inferior (LCST) o una temperatura de solución crítica superior (UCST) en las soluciones durante sus procesos de transición de fase.[1] El ejemplo más famoso de polímeros termosensibles es la poli(*N*-isopropilacrilamida) (PNIPAM) con una transición rápida de ovillo a glóbulo en la solución acuosa al calentarse por encima de su LCST (~32 °C). La poli(*N*-vinilcaprolactama) (PNVCL) es otro ejemplo de polímero termosensible investigado con frecuencia, que además es biocompatible y de acuerdo a Vihola et al. [2] la *N*-vinilcaprolactama (NVCL) es menos citotóxica que la *N*-isopropilacrilamida (NIPAM). A pesar de existir similitudes en el comportamiento de transición de fase de PNIPAM y PNVCL, ambos presentan diferencias notables. Por ejemplo, el punto de turbidez de la PNVCL depende en gran medida del peso molecular y la concentración, oscilando entre 30 y 50 °C, [3] mientras que la temperatura de transición de la PNIPAM se presenta por lo general en ~32 °C. Por otro lado, la transición LCST es bastante brusca y rápida en el caso de la PNIPAM, mientras que la PNVCL presenta un cambio relativamente amplio y continuo. [4] A pesar que un gran número de investigaciones se han relacionado con la PNIPAM o la PNVCL, hay escasos estudios de estos dos polímeros con respuesta térmica en conjunto. En el presente trabajo se explora el comportamiento de transición de fase de copolímeros tipo estrella termosensibles (PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM)₆.

MATERIALES Y MÉTODOS EXPERIMENTALES

*Síntesis del copolímero de seis brazos (PHEA-*b*-PNIPAM)*

La reacción de polimerización se llevó a cabo disolviendo NIPAM, iniciador ACVA, un macro-CTA de PHEA de seis brazos tipo tritiocarbonato sintetizado previamente en DMF. La solución se liberó de oxígeno por medio del burbujeo de N₂, después se trasladó a un baño de aceite mineral a 70 °C y se mantuvo en agitación durante 3 h. El copolímero se purificó por precipitación. Finalmente se eliminó completamente a vacío. El copolímero tipo estrella obtenido (PHEA-*b*-PNIPAM) presentaba el tritiocarbonato perteneciente al macro-CTA al final de la cadena de cada brazo. Por lo anterior se llevó a una remoción del CTA tipo tritiocarbonato disolviendo PHEA-*b*-PNIPAM, y ACVA en etanol. Luego, se liberó de oxígeno con N₂. Finalmente, el matraz se pasó a un baño de aceite a 70 °C y se dejó reaccionar por 6 h.

Funcionalización Xantato

Para insertar en la cadena del PHEA la PNVCL fue necesaria una funcionalización con grupo xantato. Para lo anterior se realizaron dos reacciones consecutivas. En la primera reacción se dispersó PHEA-*b*-PNIPAM en DMF. Se agregó piridina. La reacción se colocó en un baño con hielo y se mantuvo en constante agitación. Posteriormente, se agregó bromuro de 2-bromopropionilo. La reacción continuó en agitación por 24 h. Pasado el tiempo, la reacción se filtró y se evaporó a presión reducida. La fase orgánica se lavó de manera sucesiva con CHCl_3 , solución de HCl, solución de NaOH y agua desionizada. Finalmente, el producto se secó con sulfato de sodio y se filtró la sal. Para la segunda reacción se dispersaron 0.15 g de la reacción anterior en DMF y acetona. Luego se agregó etil xantogenato de potasio. La reacción se mantuvo en agitación constante por 24 h, posteriormente se filtró y se evaporó a presión reducida/ambiente. La fase orgánica se redispersó en la mínima cantidad de diclorometano. Luego se precipitó con 10 mL de éter etílico (se repitió 3 veces el proceso). El producto se secó a presión reducida.

Síntesis del copolímero ((PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM)₆

Para obtener el copolímero final se disolvió NVCL, PHEA-*b*-PNIPAM-xantato en 1,4-dioxano y V-70. La solución se burbujeó con N_2 durante la agitación. El matraz se trasladó a un baño de aceite mineral a 60 °C y se mantuvo en agitación durante 24 h. La purificación se realizó por precipitación en éter de petróleo, que consistió en disolver el polímero en DCM, manteniendo la agitación mientras se añadía éter de petróleo hasta que precipitó el polímero, posteriormente se decantó el solvente y se repitió este proceso dos veces más.

Técnicas de caracterización

En la técnica de GPC (Cromatógrafo Varian 9002), las muestras secas y purificadas se analizaron en THF a una concentración de 20 mg/mL. Para confirmar la estructura del macro-CTA y la composición química de los copolímeros preparados se utilizó Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno (^1H -RMN), las soluciones se prepararon con 10 mg de muestra en 1 mL de CDCl_3 o CD_3OD . En UV-VIS (espectrofotómetro UV Marca: VARIAN Modelo: CARY 100), los análisis se hicieron preparando muestras a una concentración de 1 mg/mL de alcohol etílico. Las mediciones por la técnica Dispersión de Luz Dinámica (DLS) (Malvern Instruments, Modelo: ZEN3690), se prepararon las muestras a una concentración de 1 mg/mL en agua desionizada las mediciones se hicieron en un intervalo de 25 a 40 °C, la temperatura incrementaba cada 2 °C.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Se prepararon copolímeros en bloque de PHEA y PNIPAM, mediante polimerización RAFT. Las curvas de GPC del copolímero en bloque son unimodales y simétricas, se puede observar el desplazamiento de las curvas hacia un mayor peso molecular tras la adición del bloque PNIPAM en un porcentaje del 80 % y 50 % (Fig. 1 **(a)**).

El número de unidades de PNIPAM en los copolímeros en bloque se determinó a partir de mediciones de espectroscopia de ^1H -RMN comparando el área integral de la señal de 4.24 a 3.86 ppm (relativa a 1 hidrógeno del segmento de PNIPAM) con la señal de 4.24 a 4.15 ppm (relativa a 4 hidrógenos del segmento de PHEA). Los resultados del DLS para el copolímero (PHEA-*b*-PNIPAM-TTC) se presentan en la Fig. 1 **(b)**, donde el diámetro hidrodinámico (D_h) presenta un aumento abrupto en el punto de transición de 31 °C lo que confirma la presencia de la PNIPAM. Ese punto de transición corresponde a su temperatura crítica inferior de solución (LCST), lo que indica una aglomeración de las estrellas contraídas. La finalidad de este primer análisis de DLS es confirmar la primera respuesta termosensible del copolímero.

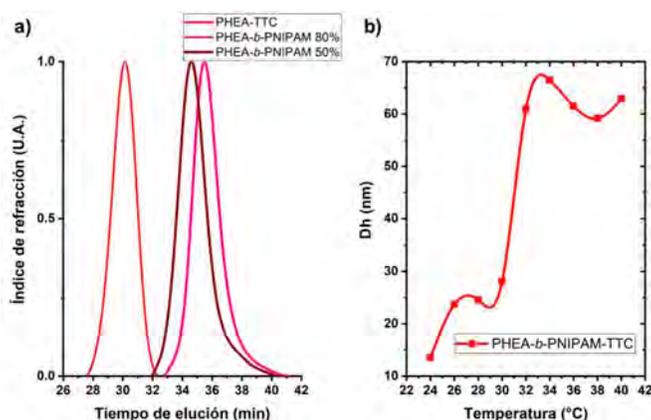


Fig. 1. Resultados del copolímero PHEA-*b*-PNIPAM. (a) cromatograma de GPC para PHEA-*b*-PNIPAM con NIPAM en un porcentaje de 80 % y 50 % (b) y de DLS.

Las preocupaciones iniciales con el grupo en el extremo de la cadena de un polímero RAFT están relacionadas con el color, el cual puede variar dependiendo del cromóforo de tritiocarbonilo particular. Sin embargo, la estabilidad térmica y química del grupo terminal RAFT puede ser motivo de preocupación y según las aplicaciones se justifica su eliminación; a pesar que estudios recientes indican una citotoxicidad muy baja o nula asociada con los polímeros sintetizados por RAFT, no obstante, debe considerarse particularmente en el contexto de las aplicaciones biomédicas, por ello se optó por su eliminación.^{5,6} De acuerdo con lo reportado por Willcock y O'Reilly⁷ se puede comprobar la eliminación del grupo terminal RAFT por espectroscopia UV. Para este caso, la Fig. 2 muestra el espectro de UV-Vis del copolímero PHEA-*b*-PNIPAM antes de la eliminación del grupo tritiocarbonato (rojo) y después de la eliminación parcial de este mismo grupo (naranja). La absorbancia alrededor de 300-310 nm es correspondiente al CTA tipo tritiocarbonato, por esta razón se observa una mayor absorbancia en el espectro con el grupo tritiocarbonato (rojo) y se ve una notable disminución en la absorbancia después del proceso de eliminación con exceso de ACVA (naranja), lo que indica que el tritiocarbonato no está presente en el copolímero de estudio. Por otro lado, por la misma técnica de UV se puede observar la funcionalización xantato correspondiente a la señal azul en la Fig. 2, necesaria para anclar la PNVCL. Para confirmar la presencia de PNVCL en el copolímero final se analizó por espectroscopia con grupo xantato (Fig. 2 azul) y después de anclar la PNVCL (Fig. 2 morado). La disminución de la absorbancia es indicativa de una menor concentración del grupo xantato, reemplazados con PNVCL.

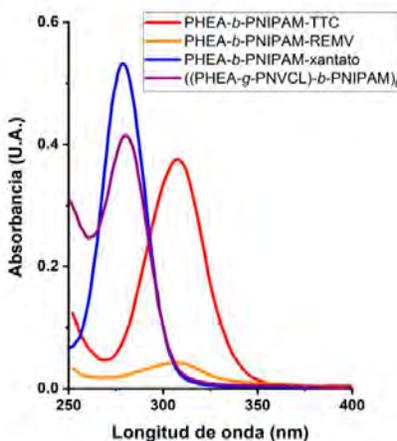


Fig. 2. Espectro de absorción UV-Vis de los copolímeros.

Para ilustrar las propiedades de termorrespuesta del copolímero ((PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM)₆, se emplean la medición de turbidez para proporcionar una visión directa de los cambios de las soluciones acuosas diluidas al calentarse. La curva de punto de turbidez resultante del copolímero estudiado a la concentración 1 mg/mL en agua desionizada en el proceso de calentamiento se muestran en la Fig. 3 (c). En este caso, el punto de turbidez se toma como el punto de giro inicial en la curva de transmitancia frente a la temperatura. Se demuestra claramente que existe una sola transición LCST en la curva del punto de turbidez (T_{cp}), lo que indica que la deshidratación de los segmentos PNIPAM y PNVCL no se produce de forma independiente en el copolímero. Este comportamiento también puede confirmarse con los resultados del DLS (Fig. 3(a, b)), donde el *Dh* presenta un aumento abrupto en el punto de transición que es casi igual al observado en la curva de turbidez. Además, se puede obtener información más detallada relacionada con el comportamiento de agregación de los copolímeros en bloque a partir de los cambios de *Dh* durante las transiciones de fase. Se analizaron muestras de ((PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM)₆ disueltas en agua desionizada (Fig. 3(a)) y agua del grifo (Fig. 3(b)). En ambos casos, el *Dh* muestra un aumento brusco en el punto de transición y un cambio gradual en la última etapa de la transición de fase, lo que sugiere que el copolímero en bloque combina las características de la LCST de la PNIPAM y la PNVCL. A bajas temperaturas, los segmentos de PNIPAM y PNVCL son ambos hidrófilos y son bien solubles en agua. Con el aumento de la temperatura, las interacciones entre las cadenas de polímeros y las moléculas de agua disminuyen gradualmente, lo que da lugar a un aumento de las interacciones hidrofóbicas entre las cadenas de polímeros. Cuando la temperatura se eleva por encima de la LCST del copolímero, los grupos hidrofóbicos de ambos segmentos sufren una deshidratación abrupta, por tanto, toda la cadena polimérica comienza a colapsar inmediatamente. A medida que la temperatura sigue aumentando, los segmentos de PNVCL seguirán deshidratándose, creando así un entorno más hidrofóbico entre las cadenas del polímero. Consiguiendo gradualmente un mayor colapso de todas las cadenas del copolímero en bloque y una mayor agregación. Es decir, tras calentar la solución por encima del punto de turbidez de PNIPAM, pero por debajo del de PNVCL, los segmentos de PNVCL se desplazan preferentemente hacia los segmentos colapsados de PNIPAM, atraídos por las interacciones hidrofóbicas, en lugar de disolverse y extenderse en el agua. De este modo, los segmentos de PNIPAM y PNVCL en el copolímero en bloque exhiben una agregación cooperativa durante el proceso de transición de fase. Al comparar las muestras con agua desionizada y agua del grifo, se logra ver una transición más clara en agua desionizada (Fig. 3(b)), en este caso peculiar se hicieron pruebas visuales y en efecto se muestra una mayor turbidez en agua del grifo. Este efecto se le atribuyó a la influencia que tienen los iones en los copolímeros con PNIPAM, esto de acuerdo a lo reportado en bibliografía consultada y comprobado con pruebas visuales y las transiciones observadas en DLS. [8,9]

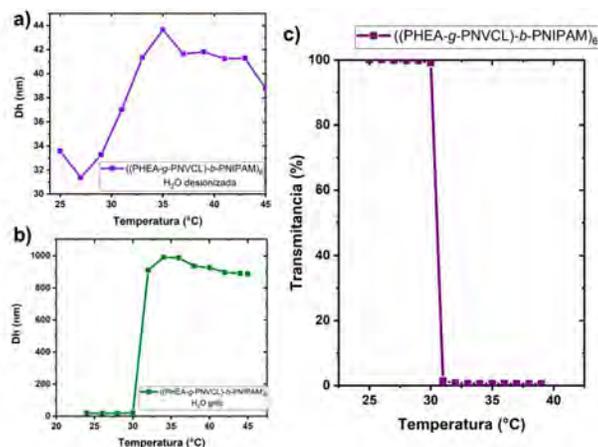


Fig. 3. Respuesta térmica del copolímero ((PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM)₆. DLS en agua desionizada y del grifo (a) y (b) respectivamente. Transmitancia (c).

CONCLUSIONES

Los copolímeros de ((PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM))₆ fueron sintetizados y caracterizados. La polimerización RAFT proporcionó una ruta simple y adecuada para la síntesis del homopolímero de PHEA, así como para los copolímeros obtenidos de ((PHEA-*b*-PNIPAM))₆, con buen control del peso molecular y dispersidad baja. Los cromatogramas de GPC son unimodales y angostos. Con respecto a la respuesta a la temperatura de los copolímeros, sólo se detecta un punto de transición en el proceso de calentamiento del copolímero ((PHEA-*g*-PNVCL)-*b*-PNIPAM))₆, lo que indica la agregación cooperativa de los segmentos PNIPAM y PNVCL. En las curvas DLS tras el calentamiento, el copolímero en bloque muestra un cambio brusco en el punto de transición y una deshidratación gradual en la última fase de la transición. En este fenómeno se atribuyó el primer cambio brusco a las interacciones hidrofóbicas mejoradas en las cadenas del copolímero en bloque y el último cambio gradual a la deshidratación continua de los segmentos de PNVCL. Además, la mezcla de dos polímeros con respuesta térmica a la estructura tipo estrella demuestra un método fácil para desarrollar nuevos materiales "inteligentes", de relevancia en áreas como nanotecnología o biomédica. En consecuencia, la forma en que un componente determinado se ve afectado por la aparición del otro es de gran importancia en las aplicaciones prácticas, para averiguar el papel que posee cada componente termosensible en las diferentes estructuras poliméricas y comprender mejor la naturaleza inherente del comportamiento termosensible.

REFERENCIAS

1. Gil, E.; Hudson, S. *Prog. Polym. Sci.* **2004**, *29*, 1173–1222.
2. Vihola, H.; Laukkanen, A.; Valtola, L.; Tenhu, H.; Hirvonen, J. *Biomaterials.* **2005**, *26*, 3055–3064.
3. Meeussen, F.; Nies, E.; Berghmans, H.; Verbrugghe, S.; Goethals, E.; Du Prez, F. *Phase Polymer.* **2000**, *41*, 8597–8602.
4. Sun, S.; Wu, P. *J. Phys. Chem. B.* **2011**, *115*, 11609–11618.
5. Moad, G.; Rizzardo, E.; Thang, S. *Polym. Int.* **2011**, *60*, 9–25.
6. Chong, Y.; Moad, G.; Rizzardo, E.; Thang, S. *Macromolecules.* **2007**, *40*, 4446–4455.
7. Willcock, H.; O'Reilly, R. *Polym. Chem.* **2010**, *1*, 149–157.
8. Utashiro, Y.; Takiguchi, M.; Satoh, M. *Colloid Polym. Sci.* **2016**, *295*, 45–52.
9. Zhang, Y.; Furyk, S.; Bergbreiter, D.; Cremer, P. *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, *127*, 14505–14510.

CISQM-QP-CP09

Estudio computacional del proceso de inversión de 1,3-dionas

Fátima M. Soto-Suárez^{1*}, Víctor Duarte-Alaniz¹, Ramiro Quijano-Quiñones², Gabriel Cuevas^{1*}

¹Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Química, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán, C.P.04510 Ciudad de México, México.

²Universidad Autónoma de Yucatán, Campus de Ciencias de la Salud. Laboratorio de Química Teórica. Facultad de Química. Calle 43 No. 613 por calle 90. Colonia Inalámbrica. 97069. Mérida Yucatán. México.

famosua88@gmail.com

RESUMEN

Se estudió el proceso conformacional de la 1,3-ciclohexanodiona como modelo del proceso conformacional de derivados de la 1,3-ciclohexanediona-2,2-disustituida. La energía de activación del proceso de inversión de la 1,3-ciclohexanodiona tiene una energía de inversión conformacional de 1.87 kcal/mol y combina este proceso de inversión con el de topomerización, proceso que incluye seis estados de transición y sus mínimos asociados

CISQM-QP-CP11

Tailored Synthesis and Biotin-functionalization of Dual-colored Silica Nanosystems for Biomedical Approaches

Maria Antonietta Ramírez-Morales^{1,2*}, Elisa Di Luca³, Giuseppe A. Mele², Pier Paolo Pompa⁴, Maria Ada Malvindi¹

¹HiQ-Nano s.r.l., Arnesano. Lecce, IT.

²Dipartimento di Ingegneria dell'Innovazione, Università del Salento. Lecce IT.

³CNR NANOTEC, Institute of Nanotechnology. Lecce. IT.

⁴Istituto Italiano di Tecnologia, Nanobiointeractions&Nanodiagnostics. Genova, IT.

maryarmzm@gmail.com

Abstract

Fluorescent nanoparticles are widely used in biomedicine, diagnosis and therapeutic systems, being the stability and biocompatibility of the solution, fundamental parameters for its use. In this work, we present a two-cycle Stöber method for the tailored synthesis of fluorescent core-shell silica oxide (SiO₂) nanoparticles using two dyes: green dye the core and far-red in the shell. Biotin functionalization (biotinylation) by two approaches was optimized: simple biotinylation and carboxylic acid group activation. The nanosystems were characterized by TEM, DLS and confocal microscopy, showing the potential of these nanosystems for further *in vitro* studies as an imaging tool.

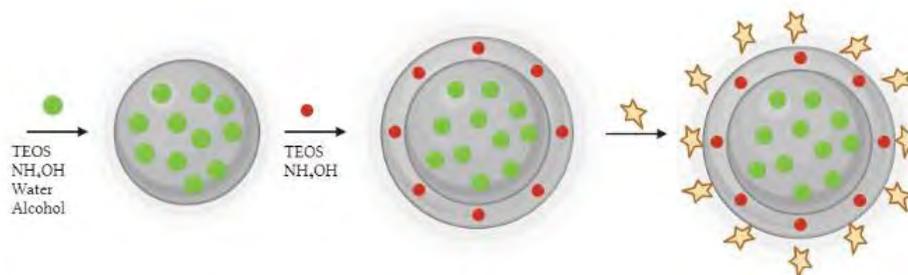


Fig. 1. Graphical abstract for the tailored synthesis of dual-colored silica-nanosystems.

CISQM-QP-PO07

Síntesis de sistemas aza-BODIPY para su aplicación en bioimagen

Velarde-Barraza, Rosalio¹, Garcia-Gonzalez, Victor², Alatorre-Meda, Manuel³, Reynoso-Soto, Edgar Alonso¹,
Rivero Ignacio Alfredo^{1*}

¹Tecnológico Nacional de México. Instituto Tecnológico de Tijuana, Centro de Graduados e Investigación en Química.

²Universidad Autónoma de Baja California, México, Facultad de Medicina Mexicali, Departamento de Bioquímica.

³Catedras CONACyT-Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Tijuana. Centro de Graduados e Investigación en Química-Grupo Biomateriales y Nanomedicina.

irivero@tectijuana.mx

RESUMEN

Se sintetizaron cuatro análogos aza-BODIPY con diferentes anillos sustituidos en las posiciones 1 y 7. Las caracterizaciones se llevaron a cabo mediante RMN (¹H, ¹³C), espectroscopia UV-vis y fluorescencia. Se observaron cambios batocrómicos (~13-19 nm) en sus bandas de absorción-emisión con abatimiento en el rendimiento cuántico de fluorescencia.

CISQM-QP-QF01

Caracterización de la selenita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) como posible fase mineral relevante en química prebiótica

Claudio A. Fuentes Carreón, Jorge U. López Pérez, Laura B. Salazar Nieva, Alejandro Heredia Barbero, Alicia Negrón Mendoza

Laboratorio de Evolución Química, Instituto de Ciencias Nucleares, Universidad Nacional Autónoma de México, P.O. Box 70-543, 04510 Ciudad de México, México.

claudio.fuentes@ciencias.unam.mx

RESUMEN

El presente trabajo propone que los minerales de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pueden ser utilizados como una fase mineral alternativa a las usadas comúnmente en experimentos de química prebiótica, al ser un mineral común en sistemas acuosos salinos, ambientes prevalentes en la Tierra primitiva. Al someter muestras de selenita comercial y de la mina de Naica, Chihuahua, a un tratamiento térmico, se observa una transición a fases minerales no definidas diferentes de yeso en los materiales estudiados, asociadas a una pérdida de H_2O en la red cristalina. Estas fases minerales no definidas podrían ser utilizadas para la oligomerización de compuestos orgánicos en ambientes acuosos salinos ricos en cationes metálicos.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



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

**QUÍMICA DE
POLÍMEROS- QPOL**

CISQM-QPOL-PO01

Estudio de propiedades termosensibles de copolímeros tipo estrella de PHEA-*block*-PNIPAM

Eduardo Hermosillo-Ochoa, Norma A. Cortez-Lemus*

Centro de Graduados e Investigación en Química, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tijuana, A. P. 1166. Tijuana C.P. 22000, B. C., México.

eduardo.hermosillo17@tectijuana.edu.mx; norma.cortez@tectijuana.edu.mx

RESUMEN

En este trabajo se sintetizaron copolímeros de poli(acrilato de 2-hidroxietilo)-*block*-poli(*N*-isopropil acrilamida) con topología de estrella de 6 brazos mediante polimerización RAFT. Los copolímeros de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ fueron caracterizados por GPC y RMN ¹H; además se estudiaron las propiedades termosensibles de estos copolímeros al variar la composición de PHEA y PNIPAM.

INTRODUCCIÓN

Los polímeros termosensibles son catalogados como materiales inteligentes con una gama amplia de aplicaciones, como la administración de fármacos, revestimiento de superficies, películas y membranas, actuadores o tratamiento de agua. Este tipo de polímeros presentan una temperatura crítica inferior de solución (LCST) o una temperatura crítica superior de solución (UCST). [1]

Poli(*N*-isopropil acrilamida) (PNIPAM) es uno de los polímeros termosensibles más estudiados debido a que su LCST es cercana a las condiciones fisiológicas siendo de interés para su aplicación en el área biológica y biomédica. La LCST puede ser modulada por factores diversos como la concentración de polímero, sales, grupos terminales, incorporación de un segmento hidrofílico o hidrofóbico. [2]

Poli(acrilato de 2-hidroxietilo) (PHEA) es un polímero hidrofílico con una variedad amplia de postfuncionalizaciones en sus grupos hidroxilo; además, estos grupos hidroxilo se pueden usar como sitios de iniciación para la polimerización con apertura de anillo (ROP) de ésteres cíclicos. El PHEA es un biomaterial interesante con biocompatibilidad, citotoxicidad, estabilidad térmica y compatibilidad celular similar al poli(metacrilato de 2-hidroxietil), que se usa por ejemplo, en lentes de contacto. [3]

En este trabajo se plantea la síntesis de estrellas copoliméricas de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ y su caracterización mediante cromatografía de permeación en gel (GPC), resonancia magnética nuclear de hidrógeno (RMN ¹H) y espectroscopía ultravioleta-visible (UV-Vis). Además de estudiar sus propiedades en agua al variar el contenido de PNIPAM en el copolímero y al variar la longitud de cadena del PHEA.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La síntesis de los copolímeros de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ se esquematiza en la Fig. 1. En una primera etapa los homopolímeros de (PHEA)₆ (**a** y **b**) se sintetizaron mediante polimerización de transferencia de cadena de adición-fragmentación reversible (RAFT) utilizando un agente RAFT tipo tritocarbonato con topología de estrella de 6 brazos, acrilato de 2-hidroxietilo (HEA) e iniciador azobisisobutironitrilo (AIBN) disueltos en dimetilformamida (DMF). Posteriormente, se llevó a cabo la extensión de cadena de NIPAM mediante polimerización RAFT usando como macroagente RAFT los homopolímeros **a** y **b**, *N*-isopropil acrilamida (NIPAM) y AIBN disueltos en dioxano. Estos (co)polímeros fueron acetilados con trietilamina y anhídrido acético para su caracterización por GPC (Fig. 2) y RMN ¹H, los datos se observan en la Tabla 1.

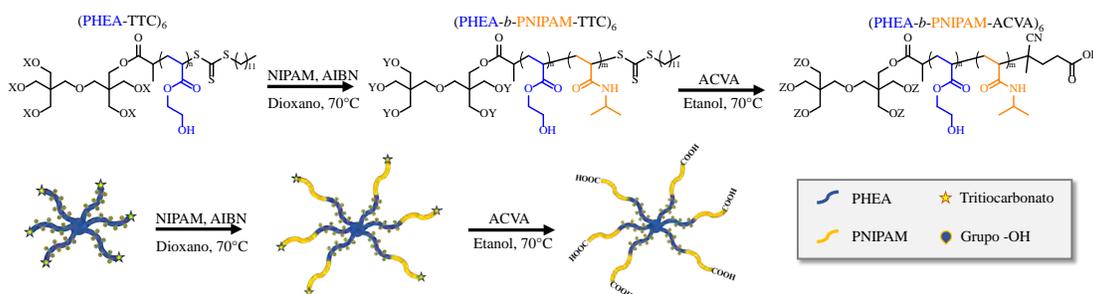


Fig. 1. Esquema general de polimerización.

Tabla 1. Resultados de caracterización de (co)polímeros de (PHEA)₆ y (PHEA-*b*-PNIPAM)₆.

Muestra	(Co)polímero	[NIPAM] _o : [PHEA] _o	PNIPAM (%) ^a	Conv. (%) ^b	M _n RMN ^a (g/mol)	M _n GPC ^c (g/mol)	Đ ^c
a	(PHEA ₅) ₆	-	-	-	5,503	5,023	1.08
b	(PHEA ₂₀) ₆	-	-	-	16,388	16,570	1.07
1a	(PHEA ₅ - <i>b</i> -PNIPAM _{92%}) ₆	725	92	65	25,292	32,330	1.11
2a	(PHEA ₅ - <i>b</i> -PNIPAM _{96%}) ₆	725	96	85	-	94,020	1.09
3a	(PHEA ₅ - <i>b</i> -PNIPAM _{97%}) ₆	725	97	85	-	76,660	1.10
1b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{41%}) ₆	120	41	35	25,757	24,480	1.07
2b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{47%}) ₆	100	47	36	31,880	32,430	1.07
3b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{52%}) ₆	725	52	32	36,568	36,640	1.01
4b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{70%}) ₆	725	70	38	47,630	42,280	1.08
5b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{83%}) ₆	725	83	37	79,085	62,430	1.16

^aObtenido mediante RMN ¹H. ^bCalculado por gravimetría. ^cObtenido mediante GPC en THF.

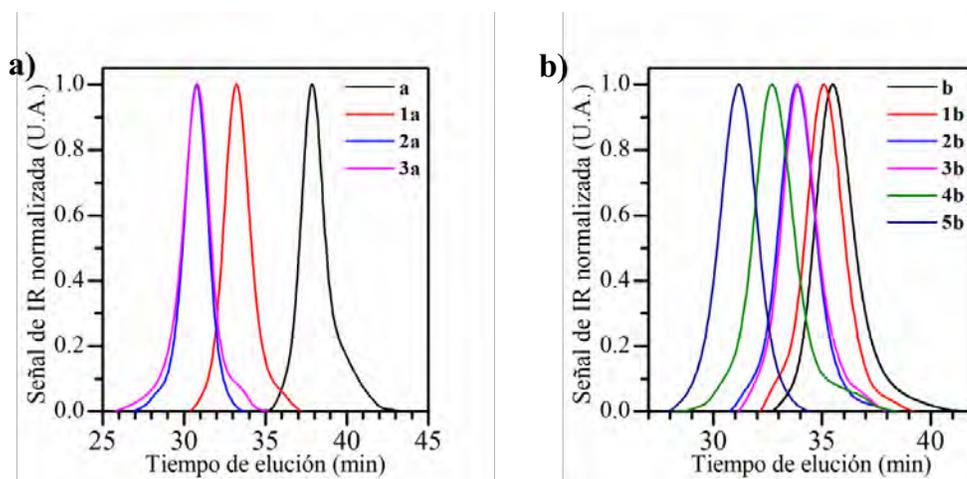


Fig. 2. Cromatograma de GPC en fase móvil de THF a 35 °C de extensión de cadena de NIPAM utilizando (a) (PHEA₅)₆ y (b) (PHEA₂₀)₆ como macroagente RAFT.

Los copolímeros de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ con grupo RAFT triticoarbonato y grupo terminal dodecil no son solubles en agua, esto es impactante debido al poder del grupo terminal dodecil en cada extremo de los brazos en la estrella copolimérica. Esto concuerda con el estudio realizado por O'Reilly et al., donde la influencia del grupo dodecil en el extremo de las cadenas poliméricas afectan enormemente en la solubilidad de los polímeros hidrofílicos en agua. [4] Por lo tanto, se realizó una remoción del grupo RAFT tipo triticoarbonato con un exceso de iniciador ácido 4,4'-azobis(4-cianoaléxico) (ACVA) con la finalidad de incorporar grupos ácido carboxílico en los extremos y otorgar

solubilidad en agua, de esta manera, es posible el estudio de las propiedades termosensibles en agua de estos copolímeros. La remoción completa del grupo RAFT tritiocarbonato fue comprobada mediante UV-Vis con la desaparición de la banda de absorción a 307 nm correspondiente al grupo tritiocarbonato.

Los copolímeros **1a-3a** con un contenido de PNIPAM mayor al 90 % fueron estudiados en su temperatura crítica inferior de solución (LCST) mediante transmitancia por UV-Vis. En el caso de los copolímeros **1a-3a** mostraron una LCST similar a 32 °C debido a que la composición mayor es de PNIPAM. Por otro lado, los copolímeros **1b-5b** tienen un contenido de PNIPAM del 41 al 83 %, esto se refleja en su LCST al variar de 52 a 32 °C (Tabla 2, Fig. 3). El aumento en la composición de PHEA en el copolímero origina un aumento en la LCST debido a los enlaces de hidrógeno que forma el PHEA con el agua al ser un segmento hidrófilo. Hasta donde sabemos, solo existe el trabajo de Huang et al. que sintetizó copolímeros lineales de poli(acrilato de 2-hidroxietilo)-*graft*-poli(*N*-isopropilacrilamida) mediante la combinación de las técnicas de polimerización de transferencia de cadena de adición-fragmentación reversible (RAFT), polimerización por radicales vivos de transferencia de un solo electrón (SET-LRP) y una estrategia de injerto. [5] Ambos copolímeros sintetizados tienen un contenido de PNIPAM mayor al 90 %, y además presentaron una temperatura de transición de fase determinada por la transmitancia UV/Vis cercana a los 32 °C similar a las temperaturas de transición obtenidas al mismo contenido de PNIPAM en las estrellas copoliméricas de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆. [5]

Tabla 2. Resultados de estudio de propiedades de copolímeros de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ en agua.

Muestra	Copolímero	PNIPAM (%) ^a	LCST (°C) ^b
1a	(PHEA ₅ - <i>b</i> -PNIPAM _{92%}) ₆	92	32
2a	(PHEA ₅ - <i>b</i> -PNIPAM _{96%}) ₆	96	32
3a	(PHEA ₅ - <i>b</i> -PNIPAM _{97%}) ₆	97	32
1b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{41%}) ₆	41	52
2b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{47%}) ₆	47	38
4b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{70%}) ₆	70	33
5b	(PHEA ₂₀ - <i>b</i> -PNIPAM _{83%}) ₆	83	32

^aObtenido mediante RMN ¹H. ^bObtenido mediante UV-Vis.

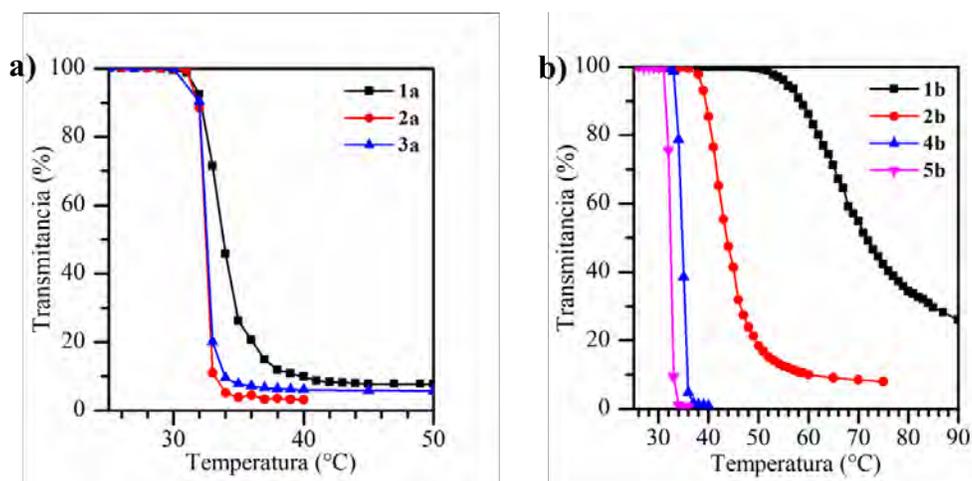


Fig. 3. Estudio de propiedades termosensibles de los copolímeros (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ en agua mediante UV-Vis.

CONCLUSIONES

Las propiedades termosensibles de los copolímeros de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ (**1a-3a** y **1b-5b**) fueron estudiadas en solución acuosa mediante UV-Vis. La LCST incrementa con el incremento del contenido de PHEA de 32 a 52 °C. Mientras que, la respuesta termosensible de los copolímeros es independientemente de la longitud de cadena de PHEA. Sin embargo, una proporción de PNIPAM en el copolímero por encima del 83 % no refleja un cambio en la temperatura de transición con respecto a la temperatura reportada en la literatura (~32 °C). En cambio, una disminución en la proporción de PNIPAM en el copolímero se ve afectado por el aumento de la temperatura de transición de fase. Por otro lado, la temperatura de transición de los copolímeros de (PHEA-*b*-PNIPAM)₆ es sensible a los cambios de pH y a la incorporación de cloruro de sodio, al aumentar el pH la LCST aumenta, mientras que, al aumentar la concentración de cloruro de sodio en la solución la LCST disminuye al deshidratarse el polímero y desfavorecer las interacciones de hidrógeno.

REFERENCIAS

1. Guo, X.; Wang, L.; Wei, X.; Zhou, S. *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.* **2016**, *54*, 3525-3550.
2. Halperin, A.; Kröger, M.; Winnik, F. M. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2015**, *54*, 15342-15367.
3. Hoogenboom, R.; Popescu, D.; Steinhauer, W.; Keul, H.; Möller, M. *Macromol. Rapid Commun.* **2009**, *30*, 2042-2048.
4. Du, J.; Willcock, H.; Patterson, J. P.; Portman, I.; O'Reilly, R. K. *Small* **2011**, *7*, 2070-2080.
5. Cui, Y.; Jiang, X.; Feng, C.; Gu, G.; Xu, J.; Huang, X. *Polym. Chem.* **2016**, *7*, 3156-3164.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



**SALUD. LA QUÍMICA
AL SERVICIO DE LA
SALUD - QS**

CISQM-QS-CE04

Derivados de quinoxalinonas como inhibidores del *quorum sensing* en *Pseudomonas aeruginosa*

Samuel Daniel Jiménez García¹, Gabriela Licona Cabrera¹, Everardo Curiel Quesada²,
Graciela Castro Escarpulli³, Alicia Reyes Arellano^{1*}

¹Departamento de Química Orgánica, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN. Prolongación de Carpio y Plan de Ayala S/N, Casco de Santo Tomás. 11340, Ciudad de México, México.

²Departamento de Bioquímica, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN. Prolongación de Carpio y Plan de Ayala S/N, Casco de Santo Tomás. 11340, Ciudad de México, México.

³Departamento de Microbiología, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN. Prolongación de Carpio y Plan de Ayala S/N, Casco de Santo Tomás. 11340, Ciudad de México, México.

sjimenezg1100@alumno.ipn.mx

RESUMEN

En los últimos años, se han reportado aumentos en las complicaciones de pacientes causadas por una gran diversidad de agentes causantes de infecciones intrahospitalarias, entre las que destacan las infecciones ocasionadas por *Pseudomonas aeruginosa*, motivo por el cual, año con año se hace evidente e imperante la búsqueda de novedosas terapias. Una alternativa es la obtención de fármacos por diseño racional con propiedades inhibitorias del *quorum sensing*. Con este fin, en nuestro grupo de trabajo se han obtenido varias moléculas bioisostéricas de los semioquímicos naturales del sistema Pqs de *Pseudomonas aeruginosa* y evaluadas *in vitro* e *in silico* y con esto la evaluación de violaceína y biopelícula en *Chromobacterium violaceum* y *Pseudomonas aeruginosa* respectivamente, así como su evaluación en docking. En todos los casos se obtuvieron resultados positivos aunque a 250 μ M. Es importante agregar que hubo concordancia entre el Docking y las evaluaciones *in vitro*.

CISQM-QS-CE05

Síntesis de azinas y azoles y su evaluación como inhibidores del *quorum sensing*

Carlos Alcides Chávez Soriano¹, Everardo Curiel Quesada², Graciela Castro Escarpulli³, Alicia Reyes Arellano^{1*}

¹Departamento de Química Orgánica, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN. Prolongación de Carpio y Plan de Ayala S/N, Casco de Santo Tomás. 11340, Ciudad de México, México.

²Departamento de Bioquímica, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN. Prolongación de Carpio y Plan de Ayala S/N, Casco de Santo Tomás. 11340, Ciudad de México, México.

³Departamento de Microbiología, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN. Prolongación de Carpio y Plan de Ayala S/N, Casco de Santo Tomás. 11340, Ciudad de México, México.

cchavezs1601@alumno.ipn.mx

RESUMEN

El incremento de la resistencia a los antibióticos ha conducido a la búsqueda de nuevas estrategias para solventar este creciente problema en el sector salud. *Pseudomonas aeruginosa* representa un microorganismo de prioridad crítica, el cual es un patógeno oportunista que posee una gran diversidad de factores de virulencia que le permiten colonizar y causar daños a sus hospederos, estos factores se encuentran regulados por un sistema de señalización celular denominado *quorum sensing*. Con la finalidad de inhibir el *quorum sensing* se diseñaron una serie de bioisómeros (**1a-c** y **2a-c**) que se sintetizaron empleando como fuente de energía calor convencional y microondas y se caracterizaron por métodos espectroscópicos y EM. Estos compuestos se evaluaron en *Chromobacterium violaceum* y *Pseudomonas aeruginosa* como inhibidoras de *quorum sensing* y los resultados se complementaron con estudios de acoplamiento molecular para obtener información de la interacción ligando-proteína.

CISQM-QS-CP03

Caracterización fisicoquímica de dispersiones solidas de desvenlafaxina succinato basadas en la cuarta generación

Ángel Guadalupe Tzanahua López¹, Jorge Esteban Miranda Calderón¹, María Josefa Bernard Bernard², Lizbeth Martínez Acevedo¹

¹Unidad Interdisciplinaria de Desarrollo Investigación y Servicio, Universidad Autónoma Metropolitana, Prolación Canal de Miramontes N. 3855, Coapa, Ex de San Juan de Dios, Tlalpan, C.P. 14387, Ciudad de México, México.

²Facultad de Química, Universidad Autónoma Nacional de México, Cto. Escola S/N, C.U., Coyoacán, 04510, Ciudad de México, México.

2202802080@alumnos.xoc.uam.mx

RESUMEN

Los sistemas de dispersión sólida de cuarta generación conocidos como dispersiones solidas de liberación modificada se han utilizado para mejorar y controlar la liberación para aquellos fármacos pocos solubles en agua y/o requieran una liberación controlada mediante la aplicación de portadores hidrofílicos como Kolliphor® P188 y Soluplus y portadores formadores de capas gelificantes como la familia de los Methocel™ (K4, K15, K100) que evitan el proceso de recristalización y la sobresaturación que provocan la precipitación del fármaco dando como resultado una baja biodisponibilidad. Estas contribuciones que aportan las dispersiones solidas se atribuyen a los cambios del estado cristalino (polimórficos) o la amorfización de los fármacos utilizados para atribuir de manera favorable en la liberación y solubilidad. El presente trabajo, se realizó una caracterización fisicoquímica de las dispersiones solidas de desvenlafaxina succinato con el fin de identificar los tipos de sistemas cristalinos o amorfos obtenidos. Las dispersiones solidas de cuarta generación se fabricaron por dos procesos diferentes a partir de proporciones de fármaco-portador-agente de liberación prolongada (desvenlafaxina succinato - Kolliphor® P188 o Soluplus® - Methocel™ K100 y/o K15). Uno es el método de fusión que consistió en alcanzar la temperatura de fusión del Kolliphor® P188 (aproximadamente 56C), de esta manera, se adicione desvenlafaxina succinato y Methocel K100 y/o K15; en tanto, la otra técnica aplicada fue la evaporación de solventes empleando etanol como solvente para solubilizar el Soluplus® y sirviera como portador para los demás componentes de la dispersión sólida. Las mezclas físicas de fármaco y los polímeros se prepararon utilizando una técnica de mezclado simple en la misma proporción que la dispersión sólida. El estado físico de desvenlafaxina succinato disperso en la matriz polimérica se caracterizó mediante espectroscopia infrarroja transformada de Fourier y calorimetría diferencial de barrido; además, se evaluó otras propiedades fisicoquímicas como valoración (contenido de principio activo), velocidad de flujo y ángulo de reposo. Se encontró en las pruebas de calorimetría diferencial de barrido eventos endotérmicos característicos de mezclas monotéticas y mezclas eutécticas en aquellas dispersiones solidas constituidas por Kolliphor® P188, mientras que las dispersiones solidas formuladas por Soluplus® muestran estados cristalinos y amorfos. La espectroscopia infrarroja transformada de Fourier no mostró algún tipo de interacción entre los grupos funcionales de la composición de las dispersiones solidas. Las propiedades fisicoquímicas de valoración resultaron entre 100 % - 103, la velocidad de flujo 0.50 g/s – 2.23 g/s y ángulo de reposo 10.76° - 20.16°, por lo tanto, presenta buenas propiedades de flujo.

CISQM-QS-CP04

Estudio teórico, diseño racional y síntesis orgánica de nuevos inhibidores de la biosíntesis de proteínas como bioisómeros de oxazolidinonas sobre bacterias Gram positivas

Jessica Rubí Morán Díaz¹, Juan Alberto Guevara Salazar², Delia Quintana Zavala¹, José Luis Ávila Melo³, Hugo Alejandro Jiménez Vázquez³

¹Laboratorio de Química Orgánica, Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, Unidad Legaria, Instituto Politécnico Nacional, Legaria No. 694, C.P. 11500, Ciudad de México.

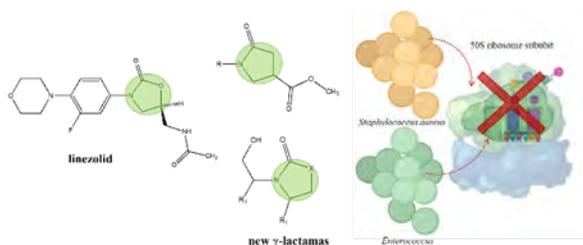
²Departamento de Farmacología, Escuela Superior de Medicina, Instituto Politécnico Nacional, Plan de San Luis y Díaz Mirón, S/N, Col. Santo Tomas, Alcaldía Miguel Hidalgo, C.P. 11340, Ciudad de México.

³Departamento de Química Orgánica, Laboratorio de Química Orgánica, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Instituto Politécnico Nacional, Prolongación de Carpio y Plan de Ayala s/n, Col. Santo Tomás, C.P. 11340, Ciudad de México.

jmorand@ipn.mx ; dquintana@ipn.mx

RESUMEN

Las oxazolidinonas son antibióticos; utilizados en las infecciones bacterianas causadas por bacterias Gram-positivas; la primer oxazolidinona disponible en México fue el linezolid. Se diseñaron 80 inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas) cada una de ellas se exploró en SciFinder; respecto a las propiedades fisicoquímicas y moleculares cumplen con la Regla de 5 de Lipinski, el estudio *in silico* de las propiedades farmacodinámicas sugiere que su receptor es de tipo enzimático, las propiedades toxicológicas demuestran que no son peligrosos para presentar toxicidad aguda y crónica. En el QSAR se obtuvo la ecuación multiparamétrica con cuatro descriptores y se mostró que los compuestos 4k, 4i y 4j; son los mejores para presentar actividad antibacteriana dirigida. Finalmente, se estandarizaron las condiciones para la síntesis orgánica de seis inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas), los cuales han sido caracterizados por métodos físicos y espectroscópicos.



INTRODUCCIÓN

Las infecciones bacterianas se encuentran dentro de las primeras diez causas de mortalidad a nivel mundial, aunado a esto se encuentra la resistencia a los antimicrobianos; específicamente a los antibióticos, los cuales han sido ineficaces para combatir las infecciones bacterianas en los pacientes en los últimos años ocasionando un aumento en el número de decesos por: sepsis, choque séptico y falla orgánica múltiple. [1] En México el Instituto Nacional de Estadística y Geografía (INEGI), en su último informe el 29 de julio de 2021; establece que las defunciones por influenza y neumonía se ubican en la quinta posición, dentro de las principales causas de mortalidad. [2]

Las bacterias Gram positivas y negativas son las responsables de las infecciones bacterianas de origen intra y extrahospitalario, desde el año de 1679 se estudian a las bacterias y el primero en observarlas usando un microscopio de lente simple elaborado por el mismo fue Anton van Leeuwenhoek [3]

Las bacterias son células procariotas y no poseen núcleo; dentro de sus organelos se encuentran los ribosomas; los cuales son sumamente importantes para la biosíntesis de proteínas, cada uno de sus organelos es sumamente relevante para la morfología celular; y es justamente donde los antibacterianos actúan; ya sea para inhibir o interferir algún proceso metabólico importante (Fig. 1), ocasionando en la bacteria un efecto bacteriostático o bactericida. [4]

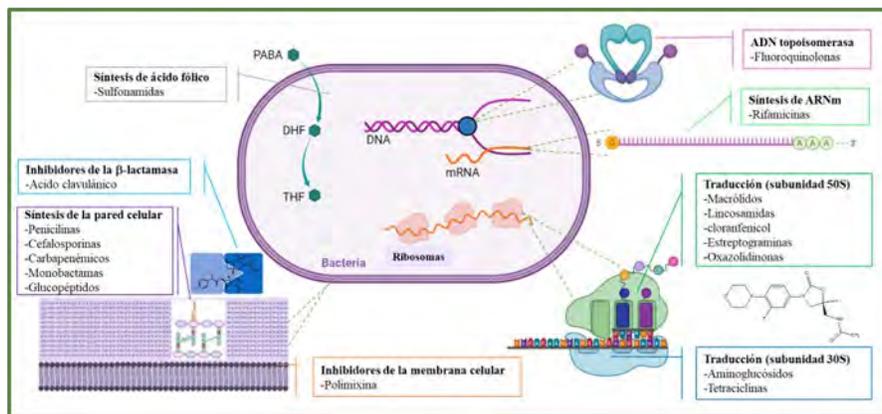


Fig. 1. Blancos de los principales antimicrobianos, creado con la plataforma Biorender.

Este trabajo se realizó con el objetivo de proponer nuevas moléculas racionalmente diseñadas bajo la estrategia de síntesis basada y modificación molecular de bioisosterismo clásico; para poder dilucidar su espectro antibacteriano específicamente contra la bacteria *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 como posibles inhibidores de la biosíntesis de proteínas bacteriana sobre la subunidad 50S, se utilizaron cuatro descriptores para poder realizar el análisis de relación cuantitativa estructura-actividad (QSAR); con lo cual se obtuvo la ecuación multiparamétrica que nos permitió seleccionar a los mejores candidatos para la síntesis orgánica; comparándolos con los controles positivos de tipo oxazolidinonas que interfieren con la biosíntesis de proteínas en la subunidad 50S el ribosoma bacteriano (linezolid y tedizolid). Se han sintetizado y caracterizado por métodos físicos y espectroscópicos seis compuestos orgánicos (γ -lactamas), con posible potencial actividad antibacteriana dirigida.

EXPOSICIÓN

El estudio de las oxazolidinonas como antibacterianos comenzó en el año de 1987, y fue hasta el año 2000 que se comercializó el linezolid, primer oxazolidinona disponible, es de utilidad en la terapéutica de las infecciones bacterianas graves donde otros antibióticos han fracasado por haber generado resistencia a los antibióticos. El espectro antibacteriano es sobre bacterias Gram-positivas, que contienen de 80 a 90 % de peptidoglucano y no poseen membrana celular externa, como: *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus aureus* meticilina-resistente (SARM), *Staphylococcus aureus* vancomicina-resistente (SAVR), *Enterococcus faecium*, *Enterococcus faecalis* y *Listeria monocytogenes*. Por lo tanto, la creación de nuevas oxazolidinonas para la falta grave de antibióticos que se estima para el 2050 es una solución a corto y mediano plazo para tener antibióticos nuevos disponibles. [3]

EXPERIMENTAL

La metodología general de este proyecto de investigación se muestra en la Fig. 2.

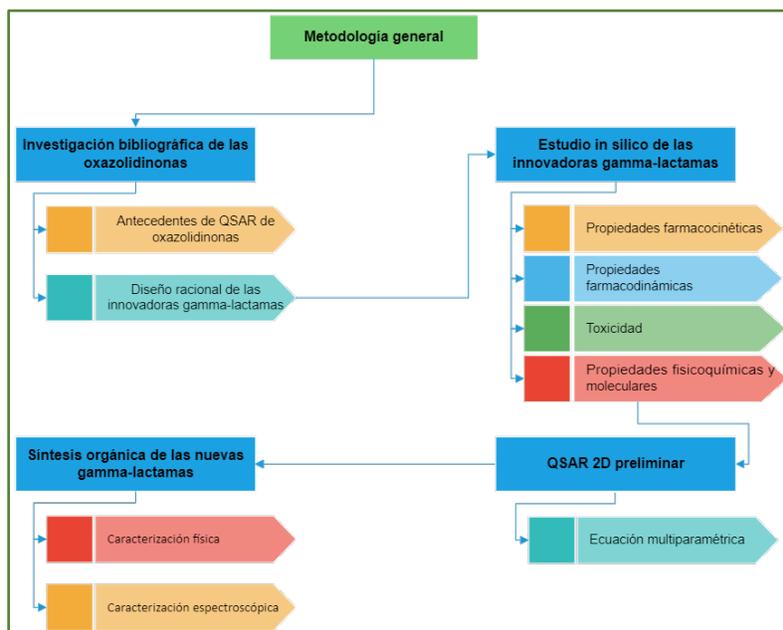


Fig. 2. Diagrama de flujo de la metodología general, creado con la plataforma Visio institucional IPN.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Diseño racional de los inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas)

El diseño racional de los nuevos inhibidores de la biosíntesis de proteínas; se propuso utilizar la síntesis basada y los criterios de modificaciones sistemáticas de unidades estructurales específicamente se empleó el bioisosterismo; como análogos de la 2-oxazolidinona para mejorar la farmacocinética y farmacodinamia de estas nuevas moléculas propuestas (γ -lactamas) al disminuir la toxicidad, aumentar la estabilidad, para emplear la estrategia de síntesis basada fue usado el linezolid que es uno de los dos controles positivos de este proyecto el cual corresponde a una oxazolidinona.

Respecto al diseño de los inhibidores de biosíntesis de proteínas (γ -lactamas) con actividad biológica dirigida se proponen dos series de familias de moléculas, la primera familia se logra obtener a través de la reacción entre anilinas aromáticas con el ácido itacónico y con su éster metílico, la segunda familia es posible obtenerla a partir de la reacción entre un amino-alcohol y algunas lactonas. En total se han diseñado 34 nuevas e innovadoras γ -lactamas, considerando los isómeros da un total de 80 moléculas; a las cuales se les realizaron diferentes experimentos *in silico* para con ello obtener los mejores candidatos a antibacterianos con potencial actividad dirigida.

Estudio *in silico*

Propiedades fisicoquímicas y moleculares

Los inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas) cumplen con la regla de 5 de Lipinski, lo cual indica que las moléculas tienen facilidad para administrarse por vía oral comparada con los controles positivos (linezolid y tedizolid) los inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas) la serie 3' y 3'' presentan pesos moleculares entre 145.16 – 200.24 g/mol, logP: -0.84 – 1.17, los DPH (donadores por puentes de hidrogeno) : 4 – 5 y APH (aceptores por puentes de hidrogeno): 1, respecto a la serie de los compuestos 3 y 4 las masas molares son entre 205.21 - 370.4 g/mol, logP: -0.28 – 3.29, los DPH: 4 – 7 y los APH: 0 – 3, por lo cual cumplen con la regla 5 de Lipinski y son factibles para ser administrados por vía oral.

Se obtuvo el momento dipolar (μ) de cada uno de los 80 inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas), esto con la finalidad de observar el vector (orientado hacia la carga negativa y cuya magnitud depende de la intensidad de la carga y de la distancia entre los átomos) que permite cuantificar la asimetría de cargas en la molécula.

Farmacocinética (ADME)

En relación a las propiedades ADME-Tox, los inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas) presentan buena *absorción* y solubilidad juzgado por el valor del logP lo que indica que estas pueden atravesar las membranas y llegar al compartimiento central, la *distribución* es del 10-40 % por la unión a proteínas, la *biotransformación* principalmente se llevaría a cabo a través del sistema microsomal hepático (CYP450) y la biodisponibilidad es de 0.50-0.90, la *eliminación* se sugiere que es por vía renal.

Farmacodinámica

El estudio *in silico* sugiere que el receptor es de tipo enzimático, lo cual podría sugerir una enzima a nivel del canal ribosomal.

Toxicológica (Tox)

Respecto a la evaluación *in silico* empírica de la toxicidad; se estimó la toxicidad aguda y crónica, no presentan efectos mutagénicos, tumorigénicos, irritantes o reproductivos significantes.

Estudio preliminar de la relación cuantitativa estructura actividad (QSAR) en 2D de los inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas)

Respecto al análisis del QSAR de la serie 3 y 4 se obtuvo la ecuación multiparamétrica para la bacteria *Staphylococcus aureus* entre el score inhibición enzyme empírica (SIE_{emp}) y el score inhibition enzyme calculated (SIE_{calc}),

$$SIE = -9.505 + (3.975 * \log MR) - (0.224 * \log D) + (0.213 * pK_a) + (0.277 * TPSA)$$

Por lo cual, se requiere que inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas), posean alto volumen molecular, logD negativo lo cual significa que las moléculas deberían ser más hidrosolubles a pH fisiológico (pH=7.4), respecto al pK_a este tiene que crecer, significa que las moléculas deben ser básicas, y en relación al área de superficie polar (TPSA) tiene que ser grande para aumentar la actividad, significa que las moléculas deben de presentar un área polar lo suficientemente grande a los largo de las nube electrónica, lo ideal es que será inferior a 60 \AA^2 , por lo anterior las moléculas más prometedoras para presentar actividad biológica son 4h, 4f y 4g.

Caracterización física y espectroscópica de los inhibidores de la biosíntesis de proteínas (β -lactamas)

Síntesis del ácido 1-(4-metoxifenil)-5-oxopirrolidin-3-carboxílico (3f).

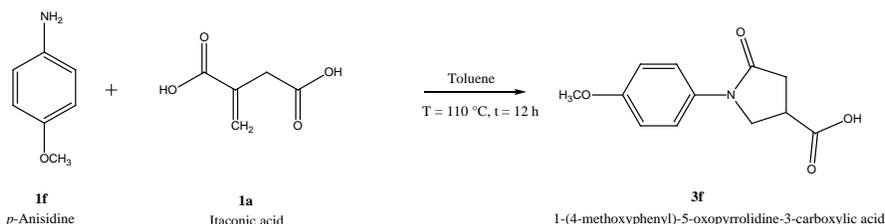


Fig. 3. Síntesis del compuesto 3f.

Se colocó en un matraz bola las cantidades equimolares correspondientes a la *p*-anisidina (0.0243 mol) y el ácido itacónico (0.0243 mol) en 60 mL de tolueno; la reacción se dejó en un sistema de reflujo durante 12 horas (Fig. 3). Posteriormente se evaporó el disolvente y se purificó el crudo de reacción utilizando mezclas de disolventes, finalmente se obtuvo un sólido de color violeta con rendimiento del 83.06 %; *pf* 156-158°C; *Rf* 0,16 (AcOEt/*n*-hexano 7:3); solubilidad: CH₃OH; insolubilidad: C₆H₁₄, CH₂Cl₂. **Bandas de IR en cm⁻¹** = 2838.75 (OCH₃), 1728.13 (-C=N-), 1626.97 (-C=O), 1488.65, 1298.65 (Aromáticos), 825.92 (Sustitución para). **Señales de ¹H RMN (400 MHz, CDCl₃, en ppm)** δ = 3.807 (3H, s), 6.957 (2H, d, ³J_{H-H} = 9.2 Hz), 7.460 (2H, d, ³J_{H-H} = 8.8 Hz), 4.086 (2H, dd, ²J_{H-H} = 16.1 Hz, ³J_{H-H} = 6.3 Hz, ³J_{H-H} = 9.1 Hz), 3.413 (1H tdd, ³J_{H-H} = 12.4 Hz, ³J_{H-H} = 8.5 Hz, ³J_{H-H} = 2.5 Hz), 2.864 (2H, d, ³J_{H-H} = 8.0 Hz). **Señales de ¹³C RMN (100 MHz, CDCl₃, en ppm)** δ = 34.916 (C3), 35.744 (C4), 54.488 (-OCH₃), 113.722 (C3' y C5'), 122.859 (C2' y C6'), 131.538 (C1'), 157.517 (C4'), 173.144 (C2), 174.909 (-COOH).

CONCLUSIONES

Respecto al estudio preliminar de la relación cuantitativa estructura actividad (QSAR) en 2D de los inhibidores de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas), se obtuvo la ecuación multiparamétrica con cuatro descriptores: refractividad molar (cm³/mol), logD, p*K*_a y TPSA (Å²), con la cual se predice que los compuestos 4k, 4i y 4j, son los mejores para presentar actividad antibacteriana dirigida.

Se ha podido estandarizar las condiciones para la síntesis orgánica en el laboratorio de la serie 3 y 4; con la síntesis y caracterización de seis inhibidores potenciales de la biosíntesis de proteínas (γ -lactamas), con diferentes sustituyentes, los compuestos obtenidos corresponden a las estructuras propuestas, asignados por espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) ¹H y ¹³C; espectrofotometría de infrarrojo (IR), y espectrometría de masas (EM).

REFERENCIAS

1. Guevara-Salazar, J-A.; Morán-Díaz, J-R.; Ramírez-Segura, E.; Trujillo-Ferrara, J-G. *Rev. Anti. Infect. Ther.* **2021**, *5*, 563-569, DOI: [10.1080/14787210.2021.1839418](https://doi.org/10.1080/14787210.2021.1839418)
2. INEGI, mortalidad <https://www.inegi.org.mx/temas/mortalidad/> (visitado 27 de mayo 2022)
3. Restrepo, I-M. *Hechos Microbiológicos.* **2014**, *3*, 99-102
4. Salton, M-RJ. *Biochim Biophys Acta*, **1953**, *10*, 512-513, DOI: 10.1016/0006-3002(53)90296-0

CISQM-QS-CP05

Efecto de los niveles de allatotropina sobre el sistema inmune del mosquito *Aedes aegypti*

Karla Karina Guzmán Rabadán, Salvador Hernández Martínez

Instituto Nacional de Salud Pública, Avenida Universidad 655, Santa María Ahuacatlán, 62100 Cuernavaca, Morelos.

Karla.guzman@insp.edu.mx

RESUMEN

El dengue (transmitido por *Ae. Aegypti*) continúa siendo un problema de salud pública a nivel mundial. Una nueva estrategia para su control es tratar de conferir una respuesta inmune eficiente al mosquito. Evidencias preliminares han sugerido que el sistema neuroendocrino produce neuropéptidos allatotropina (AT) y allatostatina-C (AS-C) que podrían estar involucrados en la regulación de ciertos factores de la respuesta inmune del mosquito, resultados previos de nuestro laboratorio indican que afectaron directa o indirectamente la actividad de fenoloxidasa, la morfología de los hemocitos, aunado a que los niveles de AT fueron alterados en presencia de patógenos en la hemolinfa y en cordón nervioso ventral. Adicionalmente, contamos con evidencias de que los péptidos allatotropicos, agregados a concentraciones fisiológicas, inducen actividad fagocítica en la línea celular LSB-AA695BB de *An. Albimanus*. Con los resultados obtenidos hasta el momento podemos concluir que el sistema neuroendocrino, modula la capacidad de respuesta inmune, de *Aedes aegypti*.

CISQM-QS-CP06

Evaluación del efecto de la avenantramida c sobre la fibrilación de la insulina *in vitro*

Leztly Marlene de Luna Pérez¹, Azucena González-Horta^{1*}, Omar Portillo-Castillo², Marsela Garza-Tapia², Rocío Castro-Ríos², Abelardo Chávez-Montes³, Brenda González Hernández¹, Dvorak Montiel Condado¹

¹Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Biológicas, Laboratorio de Ciencias Genómicas, 66455, Pedro de Alba s/n. Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México.

²Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Medicina, Departamento de Química Analítica, 64460, Francisco I. Madero s/n, Monterrey, Nuevo León, México.

³Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Biológicas, Departamento de Química, 66455, Pedro de Alba s/n, Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza, N.L. México.

*azucena.gonzalezhr@uanl.edu.mx; marlene.delunapr@uanl.edu.mx

RESUMEN

Uno de los principales tratamientos para la Diabetes mellitus es la administración de insulina para controlar la hiperglucemia. Los análogos de insulina disponibles comercialmente están formulados con excipientes estabilizadores tales como el m-cresol para evitar la agregación proteica a largo plazo. Sin embargo, este compuesto resulta tóxico después de un periodo de tiempo por lo que, moléculas pequeñas con propiedades antiamiloidogénicas resultan potenciales candidatos para la formulación. Varios compuestos polifenólicos de origen natural como el EGCG, la curcumina y el resveratrol han demostrado ser agentes antiamiloides es por eso que, el objetivo del presente trabajo fue evaluar la capacidad de la Avenantramida C (Avn-C), principal polifenol en la avena, frente a la agregación de insulina empleando diferentes técnicas biofísicas, ya que esta molécula presenta similitud estructural con el resveratrol. Los resultados demuestran que, concentraciones crecientes de Avn-C inhiben hasta en un 90 % la fibrilación de la insulina retrasando la formación de estructura en lámina β característica de los amiloides.

CISQM-QS-CP10

Síntesis verde de nanopartículas de platino

Ramiro Muñiz-Díaz, Sagrario Yadira Gutiérrez de la Rosa, Óscar Gutiérrez Coronado, José Antonio Pérez-Tavares, Rita Patakfalvi

Centro Universitario de los Lagos, Universidad de Guadalajara, Enrique Díaz de León 1144, Lagos de Moreno 47460, México.

ramiromunizdiaz@gmail.com

RESUMEN

Existen varias formas de sintetizar nanopartículas metálicas, generalmente mediante reducción química; pero recientemente, se ha desarrollado la biosíntesis de nanopartículas de metales preciosos. Dichas técnicas ecológicas / biológicas se han proyectado como métodos económicos, los cuales respetan considerablemente al medio ambiente ya que no se utilizan reactivos agresivos y tóxicos que puedan dañar a los seres vivos complejos. Consecuentemente, pueden ser aplicados con mayor seguridad en el área biomédica. En este sentido, se ha tenido que pensar detenidamente en el diseño experimental y en los objetivos que se quieren alcanzar a través de la síntesis bio-asistida. De ahí que, dichas técnicas sintéticas incluyen bacterias, hongos, plantas, extractos de los anteriores y derivados de animales.

CISQM-QS-CP13

Método de convolución como una herramienta de pronóstico del perfil plasmático: liberación in vitro de warfarina sódica en pH fisiológico

Yonatan Jocel Gómez Vargas*, Luis Daniel Mazón Román, Marcela Hurtado, José Raúl Medina-López
Departamento Sistemas Biológicos, Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco. Calz. del Hueso 1100 Col
Villa Quietud Deleg. Coyoacán 04960 Ciudad de México, México.
gomezjocel11@gmail.com

RESUMEN

El propósito de este trabajo fue llevar a cabo estudios de liberación in vitro de warfarina sódica (tabletas de 5 mg) utilizando el Aparato 2 USP (paletas) a 50 rpm y 900 ml de diferentes medios de disolución: agua destilada, HCl 0.1 N (pH 1.2), soluciones amortiguadoras de pH 4.5 y 6.8 así como el medio biorrelevante fluido gástrico simulado en estado de ayuno (FaSSGF). Con los datos in vitro se estimaron los perfiles plasmáticos utilizando un enfoque de convolución. Ninguna condición generó resultados satisfactorios ya que el error de predicción de C_{max} y ABC_{0-inf} fueron diferentes del intervalo de 0-15 %, criterio que asegura niveles plasmáticos equivalentes a los observados en un estudio farmacocinético en humanos. Es necesaria más investigación en este campo.

CISQM-QS-CP14

Predicción del desempeño *in vivo* de metronidazol en tabletas mediante estudio de disolución *in vitro*

Yonatan Jocel Gómez Vargas*, Hedwyn Méndez Hernández, César Enrique Velázquez Sánchez, José Raúl Medina-López

Departamento Sistemas Biológicos, Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco. Calz. del Hueso 1100 Col Villa Quietud Deleg. Coyoacán 04960 Ciudad de México, México
gomezjocel11@gmail.com

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue predecir el desempeño *in vivo* del metronidazole en tabletas (500 mg) a partir de datos de disolución *in vitro* utilizando un método de convolución. Los datos fueron obtenidos con los Aparatos 1 y 4 USP y medios de disolución de pH 1.2, 4.5 y 6.8. Estos valores representan el grado de acidez presente en el tracto gastrointestinal. Sólo una condición (Ap. 1 USP y medio de pH 4.5) generó valores de predicción del error < 15% en los datos de C_{max} y ABC_{0-inf} cuando se compararon con parámetros farmacocinéticos previamente publicados. Los resultados sugieren que estas condiciones son las adecuadas para evaluar medicamentos genéricos ya que proporcionan resultados similares a los reportados en humanos. A fin de asegurar medicamentos de calidad, seguridad y eficacia es necesaria más investigación al respecto.

CISQM-QS-CP15

Comparación de la calidad de productos genéricos de metformina-HCl a través de estudios de disolución

José Raúl Medina-López*, Frida Iriana Medina Morales, Rafael Alonso Gálvez Lomelín, Juan Carlos Ruiz-Segura

Departamento Sistemas Biológicos, Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco. Calz. del Hueso 1100 Col Villa Quietud Deleg. Coyoacán 04960 Ciudad de México, México.
rmlopez@correo.xoc.uam.mx

RESUMEN

En la Ciudad de México existen varios medicamentos genéricos de metformina-HCl disponibles para la población. Es importante identificar aquellas formulaciones que muestran diferencias en sus perfiles de disolución ya que puede no ser segura su intercambiabilidad con el producto de referencia. El objetivo de este trabajo fue evaluar la liberación de metformina-HCl de tres formulaciones genéricas bajo las condiciones farmacopeicas y comparar los resultados con el medicamento de referencia. Se calcularon los valores de f_2 , Q_{45} , TMD, ED y $t_{50\%}$ y se compararon estadísticamente. Con los valores de f_2 solo una formulación fue diferente mientras que con el resto de los parámetros todos los medicamentos genéricos presentaron diferencias. Se sugiere calcular los niveles plasmáticos para predecir el desempeño in vivo de los productos en estudio.

INTRODUCCIÓN

Los medicamentos genéricos son formulaciones cuya patente venció y legalmente cualquier laboratorio los puede fabricar. Estos productos contienen el mismo ingrediente activo y dosis que el medicamento innovador. Los estudios de disolución son una herramienta metodológica que permite evaluar la calidad de los preparados farmacéuticos y es común que formulaciones genéricas muestren diferencias significativas con sus contrapartes de referencia. La metformina-HCl es fabricada como producto genérico y por los resultados reportados por otros autores es necesario evaluar los medicamentos genéricos aun cuando estos se encuentren disponibles al público en general.

La metformina es un fármaco utilizado en el tratamiento de la diabetes mellitus tipo 2 [1]. Este tipo de diabetes es caracterizado por altos niveles de glucosa en la sangre debido ya sea a la resistencia a la insulina o a la alta producción de glucosa en el hígado o a la combinación de ambas situaciones [2]. La metformina-HCl es un compuesto blanco cristalino y se absorbe principalmente en el intestino delgado.

Sobre estudios de disolución de formulaciones comerciales de metformina-HCl, algunos autores han reportado pocos trabajos con el Aparato 1 USP (canastillas) [3]. Otros describen la disolución con el Aparato 2 USP (paletas) [4] y solo uno reporta datos con el Aparato 4 USP (método de celda de flujo continuo) [5]. Varios de estos trabajos concuerdan con el uso de solución amortiguadora de fosfatos pH 6.8 como medio de disolución adecuado. Estos resultados reflejan una alta variabilidad en el proceso de disolución de las formulaciones estudiadas, así como la necesidad de contar con una prueba confiable que refleje verdaderamente la calidad de los medicamentos genéricos.

El objetivo de este trabajo es documentar el proceso de disolución de metformina-HCl de medicamentos genéricos de venta libre en la Ciudad de México y comparar los resultados con la velocidad y grado de liberación del medicamento de referencia. Los resultados pueden ser de interés a las empresas que elaboran este tipo de productos a fin de mejorar los esquemas de evaluación in vitro. Esto con el objetivo de ofrecer a la población medicamentos de alta calidad, seguros y eficaces.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Se utilizaron tabletas de metformina-HCl de 500 mg del medicamento de referencia y de tres formulaciones genéricas. Los estudios de disolución se llevaron a cabo de acuerdo con las condiciones oficiales: Aparato 1 USP (canastillas) Sotax AT7-Smart a 100 rpm con 1000 ml de solución amortiguadora de fosfatos pH 6.8 a 37 °C como

medio de disolución (Q=70% a 45 min) [6]. Automáticamente se tomaron muestras del medio cada 5 min durante 45 min. Se determinó la absorbancia de las muestras a 233 nm con celdas de cuarzo de 1 cm en un espectrofotómetro PerkinElmer Modelo Lambda 25 y se calculó el porcentaje disuelto con referencia a una curva de calibración. Con los resultados obtenidos se calcularon los valores de f_2 y los parámetros eficiencia de disolución (ED), tiempo medio de disolución (TMD) y $t_{50\%}$. Los valores de estos parámetros se utilizaron para comparar la velocidad y grado de disolución de los productos genéricos contra la referencia [7]. Se realizó un análisis de varianza de un factor seguido de una prueba de comparaciones múltiples de Dunnett. Se consideraron diferencias significativas valores de $p < 0.05$.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la Fig. 1 se presentan los perfiles de disolución de metformina-HCl de cuatro medicamentos de venta libre bajo las condiciones previamente descritas. Todos los productos cumplen el criterio farmacopeico de Q, sin embargo, el perfil del producto C no se considera similar al perfil de la referencia ($f_2 < 50$). Debido a que ninguna formulación alcanzó más del 85 % disuelto a los 15 min no es posible sugerir la bioexención de los estudios en humanos, recomendación especificada para fármacos de clase III [8]. En la Tabla 1 se muestran los parámetros de disolución más utilizados para comparar el proceso de liberación y los resultados revelan más diferencias de los medicamentos genéricos con respecto a la referencia. Por tal motivo, para demostrar una segura intercambiabilidad de todos los productos de metformina-HCl se deben de llevarse a cabo estudios de bioequivalencia.

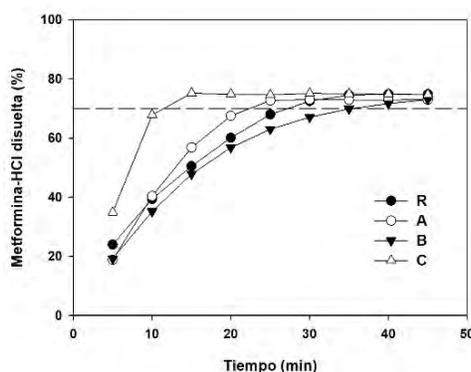


Fig. 1. Perfiles de disolución de metformina-HCl del medicamento de referencia (R) y tres productos genéricos (A-C). La línea punteada indica el criterio farmacopeico (Q=70 % a 45 min). Media, n=12.

Tabla 1. Parámetros de disolución calculados para evaluar liberación de metformina-HCl a partir de medicamento de referencia (R) y productos genéricos (A-C). Media±EE, n=12. * $p < 0.05$.

Producto	Q ₄₅ (%)	TMD (min)	ED (%)	t _{50%} (min)	f ₂
R	74.73 ± 0.38	11.48 ± 0.23	55.67 ± 0.51	14.18 ± 0.37	-
A	72.96 ± 0.45*	9.96 ± 0.19*	56.81 ± 0.50	13.01 ± 0.33	69.60
B	72.97 ± 0.54*	13.02 ± 0.32*	51.88 ± 0.80*	16.83 ± 0.61*	70.01
C	74.74 ± 0.51	5.55 ± 0.13*	65.49 ± 0.53*	6.04 ± 0.26*	43.56

CONCLUSIONES

Los resultados revelan una calidad farmacopeica adecuada al cumplir el criterio oficial de disolución de todos los medicamentos en estudio, criterio que solo contempla el grado de disolución a cierto tiempo. Al evaluar la velocidad de disolución se identifican diferencias significativas de los productos genéricos con respecto a la referencia. Se sugiere realizar otros estudios, como la predicción de niveles plasmáticos a partir de datos de disolución, para evaluar la repercusión clínica de las diferencias encontradas en estos medicamentos.

REFERENCIAS

1. Sonal Sekhar, M.; Thunga, G.; Suhaj A. *J. Pharm. Pract. Res.* **2014**, *44*, 289-90. DOI: <https://dx.doi.org/10.1002/jppr.1042>.
2. Song, R. *Diabetes Care.* **2016**, *39*, 187-189. DOI: <https://dx.doi.org/10.2337/dci15-0013>.
3. Adegbola, A. J.; Awobusuyi, O. J.; Adeagbo, B. A.; Oladokun, B. S.; Owolabi, A. R.; Soyinka, J. O. *J. Exp. Res. Pharmacol.* **2017**, *2*, 75-81. DOI: <https://dx.doi.org/10.14218/JERP.2017.00010>.
4. Villarroel Stuart, A.; Clement, Y.; Sealy, P.; Lobenberg, R.; Montane Jaime, L.; Maharaj, R. G.; Maxwell, A. *Dissolut. Technol.* **2015**, *22*, 17-21. DOI: <https://dx.doi.org/10.14227/DT220115P17>.
5. Hashem, H. M.; Abdou, A. R.; Mursi, M. N.; Emara, L. H. *Int. J. Pharm. Pharm. Sci.* **2019**, *11*, 65-72. DOI: <http://dx.doi.org/10.22159/ijpps.2019v11i9.34711>.
6. United States Pharmacopeia and National Formulary USP 41-NF 36; The United States Pharmacopeial Convention, Inc: Rockville MD.
7. Podczeck, F. *Int. J. Pharm.* **1993**, *97*, 93-100. DOI: [https://doi.org/10.1016/0378-5173\(93\)90129-4](https://doi.org/10.1016/0378-5173(93)90129-4).
8. <http://resource.nlm.nih.gov/101720038> revisado en Agosto de 2022.

CISQM-QS-CP16

Cinética de liberación de propranolol-HCl bajo el aparato de canastillas USP y los medios biorrelevantes FaSSGF y FaSSIF

José Raúl Medina-López*, Juan Manuel Contreras Jiménez, Marcela Hurtado y de la Peña
Departamento Sistemas Biológicos, Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco. Calz. del Hueso 1100 Col
Villa Quietud Deleg. Coyoacán 04960 Ciudad de México, México.
rmlopez@correo.xoc.uam.mx

RESUMEN

El uso de medios biorrelevantes es particularmente importante en compuestos de baja solubilidad ya que ayudan a simular el ambiente solubilizante que rodea las micelas. Los medios están compuestos de sales biliares (taurocolato de sodio) y lecitina (fosfatidilcolina) las cuales son responsables de la emulsificación y absorción de las grasas en la dieta humana. Las tabletas de propranolol-HCl (40 mg) fueron evaluadas con el Aparato 1 USP a 100 rpm y los medios biorrelevantes FaSSGF y FaSSIF. Los datos de disolución en FaSSGF fueron bien descritos por la función de Weibull mientras que los datos de FaSSIF por la cinética de Makoid-Banakar. Ambos modelos son comúnmente utilizados en la comparación de perfiles de disolución cuando no es posible utilizar otros métodos de comparación.

INTRODUCCIÓN

El propranolol es un agente bloqueador β -adrenérgico no selectivo utilizado para tratar la tensión arterial alta y el hemangioma infantil severo. Los hemangiomas infantiles están caracterizados por la proliferación de células endoteliales y son las malformaciones vasculares benignas más comúnmente observadas en niños [1]. Debido a la corta vida media del propranolol (3-5 h) es necesaria la administración de dos o tres dosis de 40 a 80 mg por día para mantener los niveles terapéuticos [2]. El fármaco también se encuentra disponible en dosis de 10 mg.

El propranolol-HCl es preparado como medicamento genérico. Este tipo de formulaciones son ampliamente disponibles en el mercado nacional y su producción representa ahorros para los pacientes, hospitales e industrias farmacéuticas. Los medicamentos genéricos deben ser evaluados periódicamente para asegurar un efecto terapéutico similar al del producto de referencia e intercambiarlos sin mayor problema en la práctica clínica. Los estudios de disolución permiten evaluar la velocidad y grado de disolución de las formas farmacéuticas sólidas orales y comparar características entre formulaciones con modelos matemáticos. Descripciones detalladas de estos modelos han sido reportadas por diversos autores [3,4].

La prueba oficial de disolución de tabletas de propranolol-HCl se encuentra reportada en la USP [5]. Las condiciones son las siguientes: Aparato 1 USP (canastillas) a 100 rpm y 1000 mL de HCl al 1 % como medio de disolución. Bajo estas condiciones se debe de disolver no menos de 75 % a los 30 min. En ocasiones se utilizan otros medios como soluciones amortiguadoras de pH 4.5 y 6.8 o fluido gástrico simulado (con o sin pepsina) así como fluido intestinal simulado (con o sin pancreatina). Los medios de disolución más sofisticados son los llamados biorrelevantes ya que sus componentes son aún más parecidos a los fluidos corporales al emular un medio antes o después de la ingesta de alimentos.

Dos de estos medios son el fluido gástrico simulado en estado de ayuno (FaSSGF) y fluido intestinal simulado en estado de ayuno (FaSSIF). El uso de FaSSGF y FaSSIF es particularmente importante para la solubilización de los compuestos de baja solubilidad ya que generan en ambiente micelar intestinal. Estos medios están compuestos por una sal biliar (taurocolato de sodio) y lecitina (fosfatidilcolina) los cuales son responsables de la emulsificación y absorción de las grasas contenidas en la dieta humana y animal [6, 7].

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Se utilizaron tabletas de propranolol-HCl de 40 mg del medicamento de referencia. Los estudios de disolución se llevaron a cabo con el Aparato 1 USP Sotax AT7-Smart (canastillas) a 100 rpm con 500 mL de FaSSGF o FaSSIF.

Se tomaron muestras del medio cada 5 min durante 30 min después de agregar las tabletas a los vasos de disolución. Se determinó la absorbancia de las muestras diluidas a 289 nm con celdas de cuarzo de 1 cm en un espectrofotómetro PerkinElmer Modelo Lambda 10 y se calculó el porcentaje disuelto con referencia a una curva de calibración. Con los resultados obtenidos se calcularon los perfiles de disolución y los datos se ajustaron con los modelos matemáticos Higuchi, Korsmeyer-Peppas, Hixson-Crowell, Makoid-Banakar, Weibull, Logístico y Gompertz. El modelo de mejor ajuste se eligió con aquel que presentara un valor mayor de $R^2_{ajustado}$ y menor valor de Criterio de Información de Akaike (CIA).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la Fig. 1 se presentan los perfiles de disolución de propranolol-HCl. En la Tabla 1 se muestran los valores de $R^2_{ajustado}$ y CIA calculados para elegir el modelo de mejor ajuste. Utilizando el medio FaSSGF el propranolol-HCl se ajustó al modelo de Weibull y con el medio FaSSIF a la cinética de Makoid-Banakar. El ajuste de los datos a la función de Weibull enfatiza un perfil de disolución de forma sigmoïdal y el parámetro Td derivado del ajuste a este modelo representa el tiempo al cual se disuelve el 63.2 % de la dosis [4]. Otros autores han reportado que bajo las condiciones farmacopeicas el propranolol-HCl se ajustó al modelo de Makoid-Banakar coincidiendo el resultado con el obtenido al utilizar FaSSIF en este trabajo [8]. El modelo de Makoid-Banakar comienza a ser idéntico al de Korsmeyer-Peppas cuando el parámetro k es cero. La función n gobierna la forma del perfil de disolución [4]. Este resultado permite al valor de n ser un factor clave en la comparación del proceso de disolución de formulaciones de propranolol-HCl que se ajustan al modelo matemático de Makoid-Banakar.

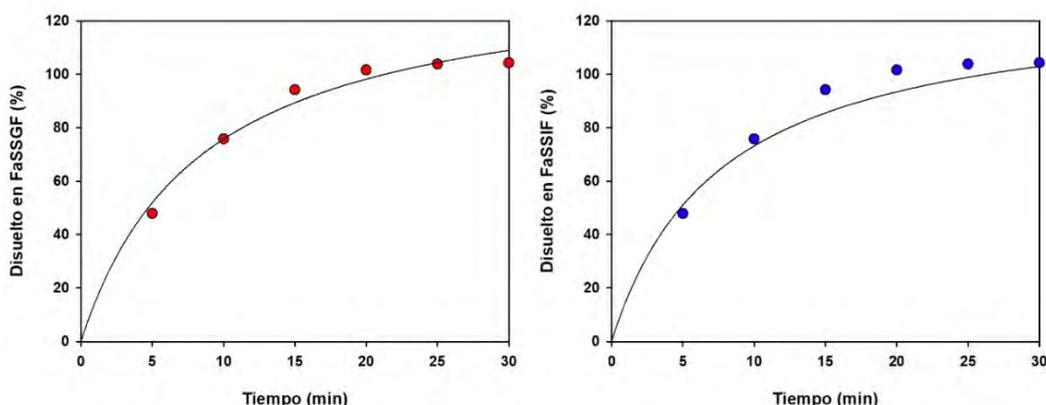


Fig. 1. Perfiles de disolución de propranolol-HCl (40 mg) con el Aparato 1 USP a 100 rpm y 500 mL de medios biorrelevantes. Media, $n=12$.

Tabla 1. Valores de $R^2_{ajustado}$ y CIA calculados para elegir el modelo matemático de mejor ajuste.

FaSSGF	Higuchi	Korsmeyer-Peppas	Hixson-Crowell	Makoid-Banakar	Weibull	Logístico	Gompertz
$R^2_{ajustada}$	0.7847	0.8693	0.9813	0.9826	0.9874	0.9074	0.9837
CIA	38.59	37.09	25.50	24.30	16.66	33.12	34.46
FaSSIF							
$R^2_{ajustada}$	0.8477	0.9567	0.8682	0.9583	0.9514	0.8543	0.8359
CIA	34.93	28.04	34.15	27.91	28.73	35.80	36.52

CONCLUSIONES

Es importante caracterizar el modelo matemático que mejor describe el proceso de liberación de un fármaco a partir de una forma farmacéutica sólida ya que si los productos en estudio (genérico vs. referencia) presentan la misma

cinética alguno de los parámetros derivados del ajuste se convierte en un factor clave para la comparación estadística de la velocidad y grado de disolución, especialmente cuando no es posible comparar los productos con parámetros como eficiencia de disolución o tiempo medio de disolución o simplemente, cuando el coeficiente de variación supera los límites permitidos en la regulación internacional (20 % en el primer tiempo de muestro o 10 % en los tiempos restantes) y el cálculo del factor de similitud (f_2) no es válido.

REFERENCIAS

1. Ashrafi, S.; Shapouri, R.; Shirkhani, A.; Mahdavi M. *Biomed. Pharmacother.* **2018**, *104*, 45-51. DOI: <https://dx.doi.org/10.1016/j.biopha.2018.05.002>.
2. Porwal, A.; Swami, G.; Saraf, S. A. *DARU* **2011**, *19*, 193-201.
3. Sathe, P. M.; Tsong, Y.; Shah, V. O. *Pharm Res.* **1996**, *13*, 1799-1803. DOI: <https://dx.doi.org/10.1023/a:1016020822093>.
4. Ilango, K. B.; Kavinami, S. *Int. J. Curr. Pharm. Rev. Res.* **2015**, *6*, 59-70.
5. United States Pharmacopeia and National Formulary USP 41-NF 36; The United States Pharmacopeial Convention, Inc: Rockville MD.
6. Klofer, B.; van Hoogevest, P. *Dissolut. Technol.* **2010**, *17*, 46-47. DOI: <https://dx.doi.org/10.14227/DT170210P46>
7. Marques, M. *Dissolut. Technol.* **2004**, *11*, 16. DOI: <https://dx.doi.org/10.14227/DT110204P16>
8. Medina-López, R.; Reyes-Ibarra, A. D.; Hurtado, M. *Lat. Am. J. Pharm.* **2019**, *38*, 92-101.

CISQM-QS-CP17

Influencia de la dosis en el proceso de liberación de ácido acetilsalicílico/cafeína en tabletas utilizando el método de celda de flujo continuo (Aparato 4 USP)

Jesús Jovany Hernández Osornio*, Juan Manuel Contreras Jiménez, José Raúl Medina-López
Departamento Sistemas Biológicos, Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco. Calz. del Hueso 1100 Col
Villa Quietud Deleg. Coyoacán 04960 Ciudad de México, México.
[jjhosornio20@gmail.com](mailto:jhosornio20@gmail.com)

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue aplicar un método espectrofotométrico derivativo para identificar la liberación del ácido acetilsalicílico y la cafeína en formulaciones combinadas de dosis fija. Se evaluaron dos dosis de estos productos utilizando el método de celda de flujo continuo (Aparato 4 USP) con flujo laminar a 16 ml/min y solución amortiguadora de fosfatos pH 7.4. Se tomaron muestra a los 10, 20, 30, 45 y 60 min y muestras diluidas se trataron con el método derivativo propuesto. La liberación in vitro de ambos fármacos fue rápida ya que desde los 10 min casi el 90% de la dosis se había disuelto. Es de esperar que estos productos se disuelvan y se absorban rápidamente para asegurar una completa y oportuna manifestación del efecto terapéutico.

CISQM-QS-CP18

Aplicación de un método espectrofotométrico derivativo para determinar los perfiles de disolución de una mezcla ternaria de fármacos analgésicos

Jesús Jovany Hernández Osornio*, José Maurilio Leyva Hernández, José Raúl Medina-López
Departamento Sistemas Biológicos, Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco. Calz. del Hueso 1100 Col
Villa Quietud Deleg. Coyoacán 04960 Ciudad de México, México.
[jjhosornio20@gmail.com](mailto:jhosornio20@gmail.com)

RESUMEN

La información biofarmacéutica de medicamentos con mezclas ternarias de compuestos analgésicos es escasa. El propósito de este trabajo fue aplicar un método espectrofotométrico derivativo para la obtención de perfiles de disolución de ácido acetilsalicílico, paracetamol y cafeína en dos formulaciones comerciales de dosis fija (referencia y genérico). Las pruebas se llevaron a cabo con el aparato USP de paletas a 100 rpm y solución amortiguadora de fosfatos pH 7.4 como medio de disolución. Se calcularon los valores de Q_{60} , TMD y ED y no se encontraron diferencias significativas al ser comparados ($p > 0.05$). Por los resultados obtenidos se considera que ambos productos liberan los compuestos analgésicos al mismo tiempo por lo que en la práctica clínica pueden ser intercambiados sin mayor problema.

CISQM-QS-CP19

Efecto de la modificación del anillo de piperazina sobre la actividad anti-influnza de nucleozina

Erick Correa-Padilla^{1,2}, Alejandro Hernandez-Cano^{1,3}, Eduardo Ruiz-Padilla², Ignacio Regla², Gabriel Cuevas¹, Yunuen Acevedo-Betancur⁴, Fernando Esquivel-Guadarrama⁴, Abraham Madariaga-Mazon^{1,5}, Karina Martinez-Mayorga^{1,5,*}

¹Instituto de Química Campus Mérida, Universidad Nacional Autónoma de México, Ucu, Yucatán, México.

²Facultad de Estudios Superiores Zaragoza-UNAM, Batalla 5 de mayo s/n esquina fuerte de Loreto, Colonia Ejército de Oriente, Iztapalapa, Ciudad de México, México.

³Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, 04510, México.

⁴Laboratorio de Inmunología Viral, Facultad de Medicina, Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Cuernavaca, Morelos, México.

⁵Instituto de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, 04510 México.

⁶Instituto de Investigaciones en Matemáticas Aplicadas y Sistemas, Unidad Mérida. Universidad Nacional Autónoma de México, Mérida, México.

ecp_zero@hotmail.com

RESUMEN

Se estudio el efecto de la modificación de la piperazina en la estructura de nucleozina (nlz), sobre la actividad anti-influnza. Se propusieron un grupo de moléculas con modificaciones en el anillo de piperazina que incluyen cambios rígidos, flexibles, con modificaciones en los átomos de nitrógeno y en el número de carbonos espaciadores entre los nitrógenos.

Estudios de docking indican que la piperazina y la orientación de los átomos de nitrógeno son necesarios para estabilizar al ligante dentro del sitio de reconocimiento. Modelos QSAR permitieron la predicción de actividad antiviral con métricas de $r^2 = 0.93$, $q^2_{CV-LMO} = 0.57$ y $q^2_{ext} = 0.56$, para el mejor modelo. Se presenta también la síntesis y evaluación biológica *in vitro* de análogos. Finalmente, se observó que la ausencia de nitrógenos disminuye la solubilidad y aumenta la lipofilicidad por lo que estos tienen un papel importante en la biodisponibilidad.

CISQM-QS-PO02

Síntesis y evaluación de la citotoxicidad de Derivados Ciclopentanpiridinona-amina con Actividad Potencial en la Inhibición de VIH-1

Nancy Vanessa Castro Perea¹, Julio Cesar Abarca Magaña², Leonor Huerta Hernandez², Daniel Chávez Velasco¹.

¹Instituto Tecnológico de Tijuana, Centro de Graduados e Investigación en Química, 22500, Tijuana, B.C. México.

²Intitituto de Investigaciones Biomédicas, Universidad Nacional Autónoma de México, 04510, Ciudad de México.
nancy.castrop201@tectijuana.edu.mx; dchavez@tectijuana.mx

RESUMEN

Se sintetizaron derivados de ciclopentanpiridinona de tipo amina, el núcleo clorado en C-4 se modificó con aminas de longitud de cadena diferente con rendimientos de buenos a moderados. Se evaluó la viabilidad celular por el ensayo MTT, resultando que los compuestos no son citotóxicos a concentraciones de 0.01 a 4 μ M

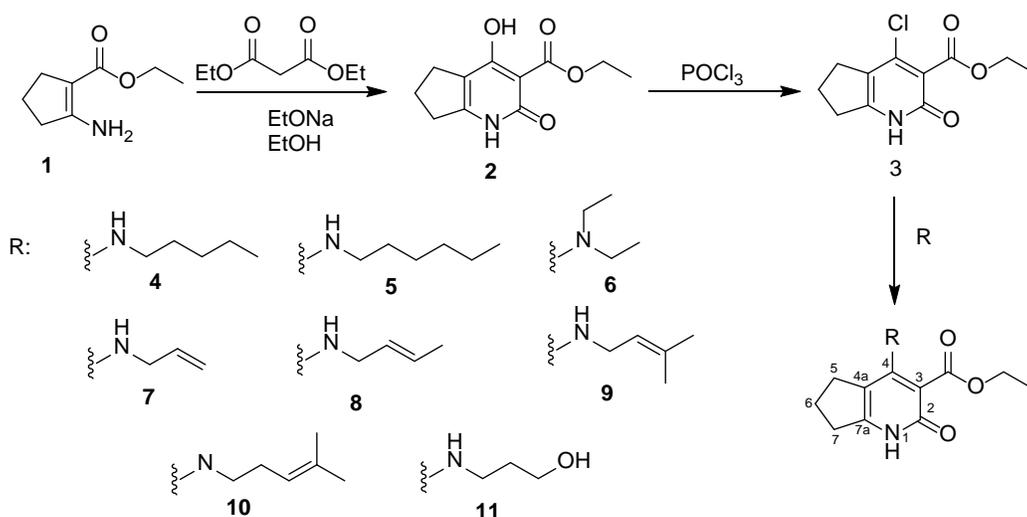
INTRODUCCIÓN

El sida es un importante problema salud en el mundo, además del surgimiento rápido de virus farmacorresistentes. [1] El tratamiento del VIH es una herramienta muy importante en la lucha contra el sida, previene enfermedades y muertes, evita infecciones nuevas y supone un ahorro económico. La pauta actual de tratamiento llamado Terapia Antirretroviral de Gran Actividad (TARGA) recomienda combinaciones de medicamentos. Sin embargo, la terapia TARGA suprime la carga viral del VIH a un nivel indetectable, requisito de adherencia que es extremadamente difícil de lograr debido a toxicidades intolerables. [2] Los fármacos de tipo No Nucleósidos de la Transcriptasa Inversa (INNTIs) son muy atractivos como agentes anti-VIH debido a su selectividad alta, toxicidad baja y actividad en concentraciones nanomolares. [3] El anillo de piridin-2(1*H*)-ona ha sido de interés para el desarrollo de Inhibidores INNTIs. La piridinona-UC781, con sustituciones en las posiciones C-3 y C-4 ha demostrado gran actividad contra cepas mutantes de VIH-1. Generaciones nuevas de este tipo de compuestos se están diseñando con base a: 1) el conocimiento acumulado de la relación cuantitativa estructura actividad (QSAR, por sus siglas en inglés) de análogos de piridinona; 2) flexibilidad del ligando para adaptarse al sitio de unión mutado; y 3) la característica deseable para hacer interacciones favorables con residuos conservados. Por lo tanto, el núcleo ciclopentanpiridinona con sustituciones en C-3 y C-4 podría incrementar la flexibilidad molecular y mejorar la potencia contra cepas mutantes del virus. [4, 5]

Considerando lo anterior, mediante la síntesis de análogos de piridinona, se busca obtener compuestos nuevos con el propósito de favorecer las interacciones en el sitio alostérico de la TI, además que presenten actividad anti-VIH-1 y no citotóxicos, para que puedan resolver la problemática del sida que afectan con gran prevalencia a la población mundial.

DISCUSIÓN Y RESULTADOS

Con el propósito de obtener derivados de ciclopentanpiridinona-amina se utilizó la metodología descrita por Bisagni y colaboradores,⁶ que consiste en obtener el núcleo clorado en C-4 y posteriormente sustituir el cloro por aminas de longitud de cadena diferente (Esquema 1).



Esquema 1. Síntesis de derivados de ciclopentanpiridinona-amina.

Síntesis de derivados amina

En la obtención de derivados amina **4-11** los espectros de RMN ^1H muestran las señales características del núcleo de ciclopentanpiridinona, la señal del hidrógeno de lactama como singlete ancho entre 12.06 y 13.00 ppm, el grupo etiloxi como cuarteto entre 4.27 y 4.34 ppm para el metileno y triplete entre 1.31 y 1.40 ppm, para el metilo, ambos con constante de acoplamiento de 7.1 Hz. El metileno 7 se observa como triplete entre 2.82 y 3.05 ppm con constantes de acoplamiento entre 7.1 y 7.2 Hz. El metileno 5, aparece entre 2.70 y 2.80 ppm, con constantes de acoplamiento entre 7.2 y 7.8 Hz y el metileno 6 se ven como quintuplete entre un desplazamiento de 2.03 y 2.07 ppm y constantes de acoplamiento entre 7.4 y 7.5 Hz (Tabla 1).

Tabla 1. Desplazamientos de las señales de RMN ^1H correspondientes a los compuestos ciclopentanpiridinona-amina **4-11**.

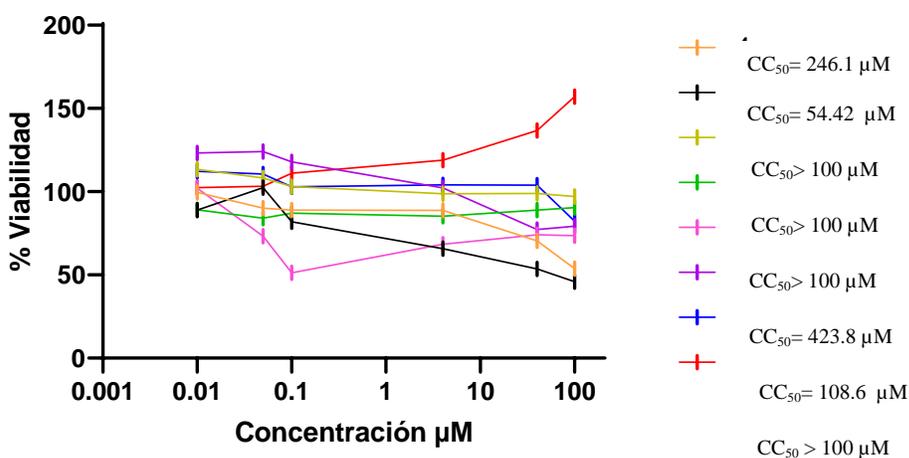
Señal	RMN ^1H , δ en ppm, (mult. J en Hz)							
	4	5	6	7	8	9	10	11
NH	9.57 (ta, 1H)	9.53 (s, 1H)			9.53 (s, 1H)	9.35 (s, 1H)	9.43 (ta, 1H)	
1'	3.50 (c, J = 6.6, 2H)	3.50 (c, J = 6.5, 2H)	3.23 (c, J = 7.1, 4H)	4.12 (m, 2H)	4.06 (m, 2H)	4.09 (t, J = 5.9, 2H)	3.49 (c, J = 6.5 Hz, 2H)	3.67 (t, J = 6.1 Hz, 2H)
2'	1.62 (q, J = 7.2, 2H)	1.6 (q, J = 7.2, 2H)	1.10 (t, J = 7.0, 6H)	5.92 (ddt, J = 17.2, 10.4, 5 Hz, 1H)	5.53 (m, 1H)	5.29 (t, J = 1.3, 1H)	2.28 (c, J = 6.8 Hz, 2H)	1.81 (q, J = 6.5, 2H)
3'	1.36 (m, 2H)	1.38 (m, 2H)		5.24 (dd, J = 17.2, 1.2 Hz, 1H), 5.20 (dd, J = 10.4, 1.2 Hz, 1H)	5.66 (m, 1 Hz, 1H)		5.10 (t, J = 7.1 Hz, 1H)	3.67 (t, J = 6.1 Hz, 2H)
4'	1.36 (m, 2H)	1.31 (m, 2H)			1.71 (dd, J = 6.3, 1.4 Hz, 3H)	1.68 (s, 1H)		
5'	0.91 (t, J = 7.0, 3H)	1.31 (m, 2H)				1.75 (s, 1H)	1.63 (s, 3H)	
6'		0.90 (t, J = 6.9, 3H)					1.71 (s, 3H)	

Evaluación de la citotoxicidad

Para conocer la citotoxicidad de los compuestos se tomó el promedio de viabilidad celular en el ensayo de MTT (Bromuro de 3-(4,5-dimetiltiazol-2-il)-2,5-difeniltetrazolio) de tres pruebas independientes. [7] Las pruebas se realizaron en células JLTRG debido a que serán las células que se utilizarán en los ensayos de actividad anti-VIH-1.

Las células (50,000 células) se sembraron en placas de 96 pozos con 10 μL de cada compuestos a concentraciones diferentes (1000, 400, 40, 1, 0.5, 0.1 μM) para tener concentraciones finales en el pozo de (100, 40, 4, 0.1, 0.05, 0.01 μM), se incubaron por 48 h, posteriormente se agregaron 10 μL de MTT el cual se convierte en un compuesto de la familia formazanos, de color violeta y se incubó por 4h. Para cuantificarlo se disolvió en DMSO y se midió su absorbancia a 570 nm.

Los resultados fueron analizados en GraphPrism y se calculó la CC_{50} de cada compuesto evaluado, los resultados se muestran en la siguiente gráfica:



Gráfica 1. Resultados del ensayo de viabilidad celular de los derivados de ciclopentanpiridinona-amina a concentraciones finales en el pozo de (0.01, 0.05, 0.1, 4, 40 y 100 μM).

En los resultados obtenidos del ensayo de viabilidad celular se observó que los compuestos evaluados no presentaron citotoxicidad en las células a concentraciones evaluadas, a excepción del compuesto **5** que presentó una $\text{CC}_{50} < 100 \mu\text{M}$ resultando ser el más citotóxico. Por lo tanto, a excepción del compuesto **5**, los compuestos **4-11** serán evaluados biológicamente, determinando su actividad anti-VIH-1 e inhibición de la transcriptasa inversa.

CONCLUSIONES

- La cloración del núcleo de ciclopentanpiridinona **2** permitió la obtención del núcleo clorado **3** con un rendimiento del 80%, el cual es intermedio para la obtención de compuestos alquilamina y alquenilamina en la posición C-4. Los derivados de ciclopentanpiridinona con sustituyente amina en C-4, **4-11**, se obtuvieron en rendimientos del 31 al 75%.
- Los derivados de piridinona-alquilamina mostraron una $\text{CC}_{50} > 100 \mu\text{M}$ a excepción del derivado hexilamina (**5**) con una $\text{CC}_{50} = 54.42 \mu\text{M}$.
- A excepción del compuesto derivado de la hexilamina (**5**), el resto de los derivados alquilamina son candidatos a evaluaciones contra el VIH.

BIBLIOGRAFÍA

1. Informe de ONUSIDA para el Día Mundial del Sida 2021. https://www.unaids.org/es/resources/documents/2021/UNAIDS_FactSheet, 29 de noviembre de 2021. Consultado el 22 de mayo de 2022.
2. 90-90-90 Un ambicioso objetivo de tratamiento para contribuir al fin de la epidemia de sida. https://www.unaids.org/sites/default/files/media_asset/90_90_90_es.pdf, 08 de octubre de 2014. Consultado el 22 de mayo de 2022.
3. Portilla, J.; Estrada, V. *Enferm. Infecc. Microbiol. Clin.* **2013**, 3, 2-5.
4. Cabrera A.; Huerta L.; Chávez D.; Medina J. L.. *Compu. Mol. Bio.* **2018**, 8, 1-41.
5. Vite, H.; Méndez, L.; Reyes, O.; Cabrera, A.; Chávez, D.; Medina, J. L.
6. Dollé, V.; Nguyen, C. H.; Aubertin, A. M.; Kirn, A.; Andreola, M.L.; Jamieson, G.; Tarrago-Litvak L.; Bisagni, E. *J. Med. Chem.* **1995**, 38, 4679-4686.
7. Mosmann, T. *J. Immunol. Methods.* **1983**, 65, 55-63.

CISQM-QS-PO04

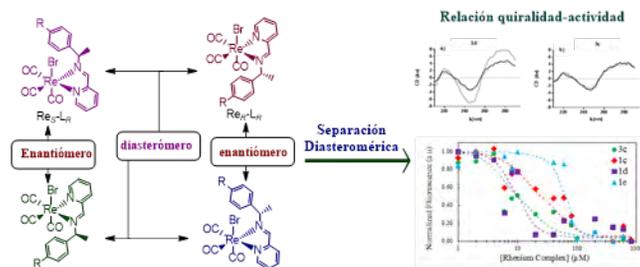
Separación diastereomérica de complejos quirales de renio y su estudio citotóxico: Una aproximación al mecanismo de acción contra el glioblastoma

Manuel Amézquita-Valencia, G. Alejandra Suárez-Ortiz, Daniela Araiza-Olivera, Rodrigo Hernández-Correa
Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Química, Ciudad Universitaria, Ciudad de México, 04510, México.

manuel.amezquita@iquimica.unam.mx

RESUMEN

El Glioblastoma multiforme se caracteriza por ser el tumor maligno primario del sistema nervioso central más común en adultos asociándose invariablemente a un mal pronóstico. Diversos fármacos son empleados para el tratamiento, sin embargo, son escasos y poco eficientes. Algunos estudios proponen a los complejos de coordinación de Renio como posibles agentes antitumorales. Estos complejos han mostrado especificidad a células tumorales, siendo un probable mecanismo la unión al DNA e inhibiendo la síntesis y transcripción de proteínas. En este trabajo se probaron diversos complejos de coordinación de Renio para establecer su uso como posibles agentes antitumorales para el glioblastoma. Se analizó su efecto citotóxico, la capacidad de inhibir la proliferación y migración celular; así como, algunas posibles implicaciones en diversos procesos bioquímicos de la célula y su capacidad para unirse al DNA, encontrándose una relación estrecha entre la quiralidad y la actividad citotóxica.



CISQM-QS-PO06

Cuantificación de metformina y glibenclamida en suero por HPLC

Iván Emanuel Córdova Chale¹, Tania Isolina Coral Martínez¹, Mario Alberto Ramírez Camacho², Julio Cesar Lara Riegos³

¹Laboratorio de Cromatografía. Facultad de Química UADY.

²Centro de Información de Medicamentos. Facultad de Química UADY.

³Laboratorio de Bioquímica y Genética Molecular. Facultad de Química UADY.

alchemychars13@outlook.com; tcoral@correo.uady.mx; mario.ramirez@correo.uady.mx

RESUMEN

Los fármacos antidiabéticos orales: metformina y glibenclamida, son usados clínicamente como agentes terapéuticos para mejorar el control glucémico de los pacientes que viven con diabetes mellitus tipo 2. El objetivo de este trabajo es cuantificar de forma simultánea metformina y glibenclamida en suero por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución (HPLC por sus siglas en inglés) con el fin de que pueda ser utilizado a futuro como herramienta para prescribir la dosis adecuada, optimizar el tratamiento y aplicar una medicina personalizada. Se determinaron las condiciones cromatográficas para la cuantificación de metformina y glibenclamida en suero por Cromatografía Líquida de Alta Resolución (CLAR) con detector de Arreglo de Diodos (DAD). La muestra de suero fue analizada en una columna cromatográfica Agilent Eclipse Plus C18 de 4.6 mm de diámetro y 250 mm de largo con un tamaño de partícula de 5µm acoplada a un detector espectrofotométrico UV-Vis de arreglo de diodos. La fase móvil consistió en acetonitrilo y buffer de fosfatos pH: 5.25 en una proporción de 55:45 v/v en modo isocrático. Metformina y glibenclamida fueron detectados a una longitud de onda de 235 nanómetros. La cuantificación de metformina y glibenclamida en suero es rápida y sencilla por lo que permitirá continuar con estudios de farmacocinética y farmacodinamia de estos agentes hipoglucemiantes para contribuir a la selección de un esquema terapéutico más seguro y eficaz para esta patología.

CISQM-QS-PO07

Síntesis, caracterización espectroscópica y estudio *in silico* de hidroxí-isoxazolinas e isoxazoles con potencial actividad antibacteriana

María Isabel Medrano Escobar¹, Delia Quintana Zavala¹, Juan Alberto Guevara Salazar²

¹Laboratorio de Química Orgánica, Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, Unidad Legaria, Instituto Politécnico Nacional, Legaria No. 694, C.P. 11500, Ciudad de México.

²Departamento de Farmacología. Escuela Superior de Medicina, Instituto Politécnico Nacional, Plan de San Luis y Díaz Mirón, S/N, Col. Santo Tomas, Alcaldía Miguel Hidalgo, C.P. 11340, Ciudad de México.

mmedranoe2000@alumno.ipn.mx; dquintana@ipn.mx; jguevaras@ipn.mx

RESUMEN

Desarrollar nuevos antibióticos es una de las metas propuestas para hacer frente a la resistencia a los antibióticos, un problema que se ha catalogado como una grave amenaza para la salud y que provoca miles de muertes cada año. En este trabajo se presenta la síntesis de cuatro hidroxí-isoxazolinas (**3a-3d**) y tres isoxazoles (**4a-4c**) con potencial actividad antibacteriana, los compuestos obtenidos se caracterizaron física y espectroscópicamente obteniéndose: punto de fusión, solubilidad relativa y polaridad relativa según su R_f . Por otro lado, los espectros característicos de infrarrojo, ultravioleta visible, espectrometría de masas y RMN de ^1H y ^{13}C justifican la estructura de las moléculas propuestas. En el estudio teórico (*in silico*) se determinaron propiedades fisicoquímicas, farmacocinéticas y de farmacodinamia, las siete moléculas se predicen liposolubles y capaces de atravesar membranas biológicas, así como, no presentar efectos tóxicos; mutagénicos, tumorigénicos, o irritantes.

INTRODUCCIÓN

En todas partes del mundo, la resistencia a los antibióticos tiene afectaciones a los sistemas de salud y económicos. La Organización Mundial de la Salud ha declarado las consecuencias de este problema como una de las 10 principales amenazas a la salud pública [1]; para enfrentar esta problemática se requiere invertir en esfuerzos de investigación que den como frutos nuevos fármacos, especialmente antibióticos eficaces para así preservar la salud pública.

Microorganismos como *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae* y *Staphylococcus aureus* son bacterias que han desarrollado resistencia y son responsables de las infecciones bacterianas nosocomiales y de la comunidad más comúnmente padecidas, por otro lado, *Mycobacterium tuberculosis* es el principal agente bacteriano responsable de causar tuberculosis pulmonar, y un claro ejemplo de cepas que han desarrollado multi-resistencia, esta situación compromete los avances en la contención de esta pandemia que se había logrado en gran medida por la aplicación masiva de la vacuna BCG [1, 2]. Después de que la OMS hizo un llamado a los investigadores a hondar en la búsqueda de nuevos antibióticos, en particular para el tratamiento de tuberculosis pulmonar y no pulmonar, algunos fármacos se han desarrollado: isoniazida, rifampicina, etambutol y pirazinamida son ejemplos de antibióticos de primera línea; por otro lado, la cicloserina es una oxazolidinona que desde hace algunos años se emplea como fármaco de segunda línea cuyo mecanismo de acción es la inhibición de la biosíntesis de peptidoglicano un componente principal de la pared celular bacteriana [3,4].

Con el propósito de participar en el ámbito de innovación de antibióticos, se proponen cuatro hidroxí-isoxazolinas con sustituyentes tiofenilo, fenilo, naftilo y furanilo y en todas ellas el trifluorometilo, además tres isoxazoles con sustituyentes fenilos y dimetilos; se reportan los resultados del trabajo de síntesis y la caracterización por propiedades físicas y espectroscópicas, así como un análisis del estudio *in silico*.

EXPOSICIÓN

Los heterociclos con núcleos base como las isoxazolinas son catalogadas como farmacóforos, ya que otorgan actividad biológica a las estructuras que los contienen y de manera particular los azoles y sus derivados como isoxazoles e hidroxí-isoxazolinas se usan desde hace años como agentes terapéuticos para el tratamiento de

infecciones causadas por bacterias Gram positivas y negativas, también se han reportado como buenos antioxidantes, analgésicos, antiparasitarios y anticancerígenos [5].

Las hidroxí-isoxazolininas e isoxazoles, presentan una analogía estructural con la cicloserina (Fig. 1), son anillos de cinco miembros con heteroátomos de nitrógeno y oxígeno unidos entre sí; considerando que actualmente la cicloserina se comercializa como un antibiótico de amplio espectro, se proyecta también la potencial acción antibacteriana de nuestras hidroxí-isoxazolininas e isoxazoles con posible mecanismo de acción la inhibición de la pared celular de peptidoglicano.

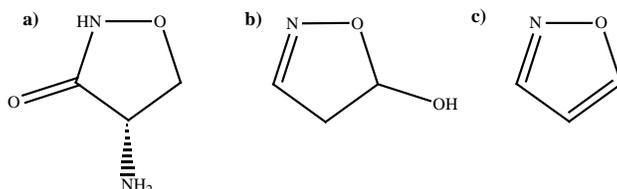


Fig. 1. Estructura de (a) cicloserina, (b) hidroxí-isoxazolininas, (c) isoxazoles.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Síntesis y caracterización física y espectroscópica

Mediante reacciones de condensación se sintetizaron respectivamente cuatro hidroxí-isoxazolininas (**3a-3d**) y tres isoxazoles (**4a-4c**), empleando derivados de dicetonas y clorhidrato de hidroxilamina que se hicieron reaccionar en condiciones de reflujo a cantidades equimolares y disueltas en metanol, después de su purificación los compuestos obtenidos se caracterizaron físicamente midiendo punto de fusión, determinando solubilidad relativa en distintos solventes orgánicos y calculando el desplazamiento en cromatografía capa fina (R_f); en lo que respecta a la caracterización espectroscópica se incluyeron análisis de espectros de Ultravioleta visible, infrarrojo FTIR, espectrometría de masas EM-CG y resonancia magnética nuclear RMN de ¹H y ¹³C.

Estudio teórico (in silico)

Estimación de propiedades fisicoquímicas

Se generó una representación gráfica de las siete moléculas propuestas y seis controles positivos en el Software ChemDraw (versión 17) de este se obtuvieron los códigos SMILE y a partir de este código con los programas ChemSketch y Molinspiration se determinaron propiedades fisicoquímicas, por ejemplo: logP, peso molecular y número de aceptores y donadores de puentes de hidrógeno.

Evaluación farmacocinética y de farmacodinamia

También a partir del código SMILE se predijeron las propiedades farmacocinéticas para cada isoxazol e hidroxí-isoxazolinina esto es el conocido sistema ADME (Absorción, Distribución, Biotransformación y Eliminación) empleando las bases de datos de programas tales como: Molinspiration Predict Bioactivity, admetSAR 2.0 y SwissADME, para la evaluación toxicológica los programas utilizados fueron: OsirisPropertyExplorer y ProTox-II - Prediction of TOXicity of chemicals, finalmente se estimaron las propiedades farmacodinámicas haciendo uso de las plataformas: Epigenetic Target Profiler, SwissADME y SwissTargetPrediction.

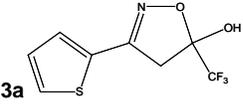
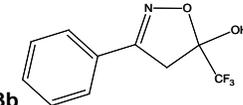
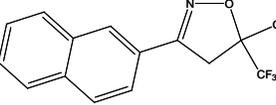
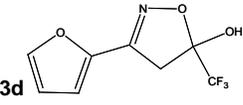
DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Síntesis y caracterización física y espectroscópica

Los compuestos **3a**, **3b**, **3c** y **3d** de la serie de hidroxí-isoxazolininas se sintetizaron con rendimientos entre moderados y buenos (40-73 %) son de aspecto sólido con colores blancos y amarillos tenues, el punto de fusión

osciló entre 138 y 146 °C, en cromatografía de capa fina con fase móvil: *n*-hexano/AcOEt 8:2 se midieron los desplazamientos (R_f) que van de 0.30 a 0.43; en general son altamente solubles en diclorometano, etanol, metanol, acetona y acetato de etilo e insolubles en agua y disolventes polares como hexano. De los isoxazoles sintetizados, dos de ellos son líquidos de color ámbar (**4a** y **4c**), el isoxazol **4b** es de color blanco y aspecto sólido con un punto de fusión 144-146 °C y R_f 0.43 (*n*-hexano/AcOEt 9:1).

Tabla 1. Caracterización espectroscópica de hidroxí-isoxazolininas (**3a-3d**).

Molécula	Caracterización
 <p>3a</p>	IR; ν (cm^{-1}) = 3124.70 (OH), 1149.53 (-C-O), 1435.90 (-C=N), 926.70 (C-F) 749.63 (-Tiofenilo), 725.01 (-N-O); ^1H RMN (CDCl_3 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, 400 MHz): δ (ppm)= 7.56 (d, J = 5.10 Hz, 1H, CH), 7.39 (d, J = 3.70 Hz, 1H, CH), 7.14 (dd, J = 4 Hz, 1H, CH), 3.85 (d, J_{gem} = 18.0 Hz, 1H, CH ₂), 3.59 (d, J_{gem} = 18.0 Hz, 1H, CH ₂), 3.17 (s, 1H, OH); ^{13}C RMN (CDCl_3 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, 101 MHz) δ (ppm) = 157.62 (1C, Cc), 135.46 (1C, Cc), 135.10 (1C, CH), 134.34 (1C, CH), 132.77 (1C, CH), 131.72-123.27 (c, J = 283.3 Hz, 1C, CF ₃), 109.49-108.48 (c, J = 33.6 Hz 1C, C-CF ₃).
 <p>3b</p>	IR; ν (cm^{-1}) = 3140.80 (-OH), 1609.50 ((Ar) C=C), 1369.90 (-C=N), 1151.70 (-C-O), 918.40 (CF), 760.80 (-N-O), 665.70 (Fenilo); ^1H RMN ($\text{CD}_3)_2\text{CO}$, 400 MHz): δ (ppm)= 7.77 (m, 2H, CH), 7.50 (ddd, 3H, CH), 3.96 (d, J_{gem} = 18.30 Hz, 1H, CH ₂), 3.64 (d, J_{gem} = 19.80 Hz, 1H), 3.17 (s, 1H, OH); ^{13}C RMN ($\text{CD}_3)_2\text{CO}$ 101 MHz) δ (ppm) = 156.85 (1C, Cc), 130.74 (1C, CH), 128.87 (2C, CH), 128.62 (1C, Cc), 126.89 (2C, CH), 126.94 – 118.49 (1C, J = 283.30 Hz, c, CF ₃), 104.37-103.36 (1C, J = 33.60 Hz, c, C-CF ₃), 42.56 (1C, CH ₂); EM-CG m/z [M+H] ⁺ 231 (calc. 231.17).
 <p>3c</p>	IR; ν (cm^{-1}) = 3132.10 (-OH), 1605.40 ((Naftilo), 1376.30 (-C=N), 1179.50 (-C-O), 805.80 (C-F), 753.60 (C=C), (-N-O), 700-790 ((Naftilo) =C-H);); ^1H RMN ($\text{CD}_3)_2\text{CO}$, 400 MHz): δ (ppm) = 8.21 (s, 1H, CH), 8.02 – 7.93 (m, 4H, CH), 7.68 – 7.54 (m, 2H, CH), 4.09 (d, J_{gem} = 18.20 Hz, 1H, CH ₂), 3.82 - 8.00 (dd, J_{gem} = 20.00 J = 1.30, 1.40 Hz), 1H, CH); ^{13}C RMN ($\text{CD}_3)_2\text{CO}$, 101 MHz) δ (ppm) = 157.00 (1C, Cc), 134.33 (1C, Cc), 133.12 (1C, Cc), 128.58 (2C, CH), 127.89 (2C, CH), 127.55 (1C, CH), 126.93 (1C, CH), 126.14 (1C, Cc), 122.94 (1C, Cc), 126.93 – 118.55 (1C, J = 283.30 Hz, c, CF ₃), 104.52-103.25 (1C, J = 38.7 Hz, c, C-CF ₃), 42.86 (1C, CH ₂); EM-CG m/z [M+H] ⁺ 281 (calc. 281.23).
 <p>3d</p>	IR; ν (cm^{-1}) = 3139.70 (-OH), 1483.00 (-C=N), 1163.10 (-C-O), 919.90 (CF), 758.60 (-N-O); EM-CG m/z [M+H] ⁺ 221 (calc. 221.13).

En relación a la caracterización espectroscópica para los compuestos **3a – 3d**, en los espectros de infrarrojo se encontraron bandas de estiramiento características del anillo de isoxazolina, particularmente de los grupos funcionales: -N-O, -C-O y -C=N además de los sustituyentes trifluorometilo entre 805.80 y 926.70 cm^{-1} y el grupo hidroxilo (OH) entre 3124.00 y 3140.80 cm^{-1} ; las longitudes de onda máximas detectadas en ultravioleta visible (UV-Vis) se encontraron las longitudes de onda máxima con valores entre 206.06 y 614.00 nm y coeficientes de absorptividad entre 3290.00 y 115.01 $\text{mol}^{-1} \cdot \text{dm}^3 \cdot \text{cm}^{-1}$ respectivamente para hidroxí-isoxazolininas, en los fragmentogramas de todos los compuestos se elucidaron las señales en relación masa carga m/z [M+H]⁺ propios del ión molecular. Por resonancia magnética nuclear ^1H como se muestra en la tabla 1, también se confirmó que las moléculas sintetizadas corresponden a las estructuras planteadas, pudieron observarse señales correspondientes a la presencia del grupo hidroxilo en tres ppm y en general señales de hidrógenos sobre carbonos de hibridación sp^2 en desplazamientos químicos más allá de 7 ppm, las señales antes descritas lógicamente se encontraron únicamente en espectros de las hidroxí-isoxazolininas; para los isoxazoles **4a-4c** las señales que justificaron las estructuras corresponden a hidrógenos de carbonos de hibridación sp^2 o sp^3 como se describe en la tabla 2.

Tabla 2. Caracterización espectroscópica de isoxazoles (**4a-4c**).

Molécula	Caracterización
	IR(CH ₂ Cl ₂) v (cm ⁻¹) = 730.80 (-N-O), 1116.80 (-C-O), 1462.70 (-C=N), 1725.20 (-C=C), 2922.60 (C-H); ¹ H RMN (CDCl ₃ , 400 MHz): δ (ppm)=5.78 (s, 1H,CH), 2.34 (s, 3H,CH ₃), 2.22 (s, 3H, CH ₃); ¹³ C RMN (CDCl ₃ , 101 MHz) δ (ppm) = 169.04 (1C,Cc), 159.87 (1C,Cc), 102.25 (1C,CH), 11.96 (1C, CH ₃), 11.38 (1C, CH ₃);EM-CG m/z [M+H] ⁺ (calc. 97.12).
	IR; v (cm ⁻¹) = 753.60 (-N-O), 1070.90 (-C-O), 1396.40 (-C=N), 1452.70 (-C=C), 3043.70 ((Ar) -C=H), 685.30 (-Fenilo), 1569.20 ((Ar) C=C); ¹ H RMN (CDCl ₃ , 500 MHz): δ= 6.70 (4H,s), 7.38 (7H, 11H, 9H, 13H, 17H, 15H), 7.77 (10H, 8H, 16H, 14H); ¹³ C RMN (CDCl ₃ , 125 MHz) δ= 97.42 (C-4), 125.70 (C-8,C-10), 126.69 (C-7, C11), 127.37 (C-6), 128.82 (C-14, C-16), 128.91 (C-13, C-17), 129.05 (C-12), 1296.90 (C-9), 130.12 (C-15), 162.87 (C-3), 170.29 (C-5); EM-CG m/z [M+H] ⁺ 221(calc. 221.25).
	IR(CH ₂ Cl ₂) v (cm ⁻¹) = 841.90 (-N-O), 1183.50 (-C-O), 1424.50 (-C=N), 1448.70 (-C=C), 2935.30 (C-H), 2858.90 (-C-H-), 720.00-737.50 (-CH ₂ -); ¹ H RMN (CDCl ₃ , 400 MHz): δ (ppm)= 3.11 (7H, s), 3.79 (4bH, d), 4.09 (4aH,d), 7.60 (15H, 16H, dd), 7.98 (13H, 12H, 14H, 17H, dddd), 8.21 (9H,s); ¹³ C RMN (CDCl ₃ , 125 MHz) δ (ppm) =EM-CG m/z [M+H] ⁺ 281 (calc. 281.25).

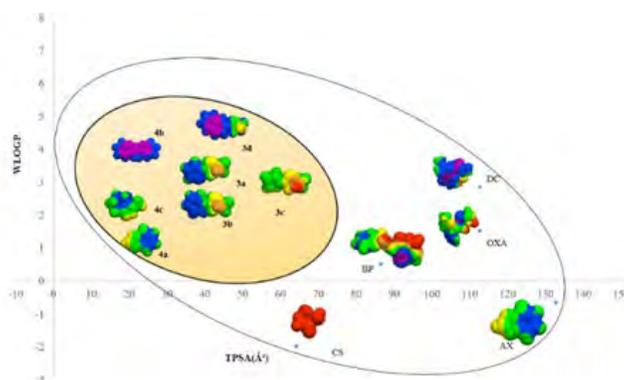
Estudio teórico (in silico)

Estimación de propiedades fisicoquímicas

En farmacología, se consideran como moléculas con potencial para ser administradas vía oral aquellas que cumplan los criterios de la regla de 5 de Lipinski: **logP**: el cual debe ser menor a 5, **peso molecular**: que debe ser menor a 500 g/mol, el **número de átomos aceptores de puente de hidrógeno** (nOH): que debe ser menor a 5, y el **número de átomos donadores de puente de hidrógeno** (nOHNH) que debe ser menor a 10; tal y como se puede observar en la tabla 3 ninguno de los siete compuestos propuestos en este trabajo cuyas propiedades fisicoquímicas se calcularon en el software Molinspiration incurrieron en alguna violación a la regla de 5 de Lipinski por lo que se puede decir que las dos series de compuestos se predice podrían atravesar barreras biológicas. Graficando los parámetros fisicoquímicos: **logP** como indicador del grado de lipo o hidrofiliicidad y el área superficial topológica (**TPSA**) como se observa en la gráfica 1, el diagrama de Egan indica que las moléculas de las series 3 y 4 de podrían teóricamente atravesar la barrera hematoencefálica ya que se encuentran en el área que se asemeja a una yema de huevo hervido otros antibióticos aquí representados solo podrían atravesar la barrera gastrointestinal pues en el gráfico se localizan en el área que se asemeja a la clara de un huevo hervido.

Tabla 3. Propiedades fisicoquímicas de hidroxi-isoxazolina e isoxazoles.

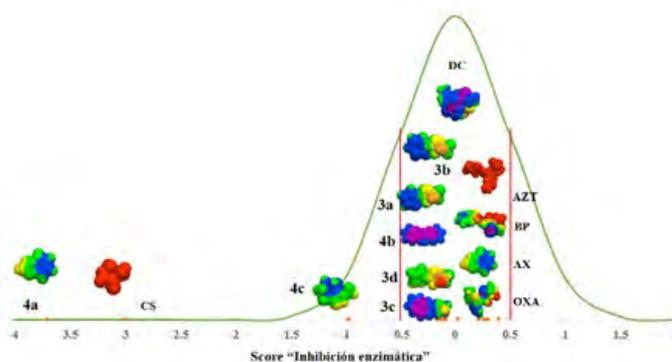
Molécula	logP	PM (g/mol)	n-OH	n-OHNH	n-RotBond	TPSA(Å ²)	VM(Å ³)
3a	2.17	237.20	3	1	2	41.83	168.78
3b	2.27	231.17	3	1	2	41.83	178.07
3c	3.46	281.23	3	1	2	41.83	222.06
3d	1.53	221.13	4	1	2	54.97	159.63
4a	0.86	97.12	2	0	0	26.03	94.58
4b	4.01	221.26	2	0	2	26.03	204.27
4c	1.82	137.18	2	0	0	26.03	134.38



Gráfica 1. Diagrama de Egan. Controles positivos AZT: Aztreonam; CS: Cicloserina; AX: Amoxicilina; BP: Bencilpenicilina; OXA: Oxacilina; DC: Dicloxacilina y Compuestos: 3a-3d Hidroxi-isoxazolinás y 4a-4c Isoxazoles.

Evaluación farmacocinética y de farmacodinamia

Para el sistema ADME los compuestos aquí descritos, se predice que se absorberían adecuadamente en relación a la distribución la biodisponibilidad es en promedio del 55 %, son inductores del CYP3A4 y se alude a que se excretarían por vía renal. Partiendo del cálculo de propiedades farmacodinámicas y la similitud a otros fármacos, las hidroxi-isoxazolinás e isoxazoles se predicen con potencial para ser inhibidores enzimáticos esto según lo obtenido en el software Molinspiration Bioactivity Score (Gráfica 2). En relación con la toxicidad no se predice que a partir de su administración las hidroxi-isoxazolinás e isoxazoles pudieran generar afectaciones al sistema reproductivo o ser mutagénicos, tumorogénicos o irritantes.



Gráfica 2. Score "Inhibición enzimática Controles positivos AZT: Aztreonam; CS: Cicloserina; AX: Amoxicilina; BP: Bencilpenicilina; OXA: Oxacilina; DC: Dicloxacilina y Compuestos: 3a-3d Hidroxi-isoxazolinás y 4a-4c Isoxazoles.

CONCLUSIONES

En cuanto a la síntesis, se obtuvieron en total cuatro hidroxi-isoxazolinás y tres isoxazoles con rendimientos de moderados a buenos (40-73 %). La caracterización de los compuestos sintetizados se realizó mediante propiedades físicas y técnicas espectroscópicas FTIR y EM-CG y RMN ^1H y ^{13}C y se demostró que corresponde a las moléculas planteadas. Según las propiedades fisicoquímicas de las hidroxi-isoxazolinás e isoxazoles estudiados se predicen estas moléculas como liposolubles y con la capacidad de atravesar las barreras gastrointestinal y hematoencefálica. Tocante a las propiedades farmacocinéticas los compuestos de este trabajo cumplen con la regla de 5 de Lipinski, y con el sistema ADME lo que los hace buenos candidatos para su administración oral, en cuanto a la toxicidad resultan ser moléculas sin efectos tóxicos.

REFERENCIAS

1. World Health Organization. *Global action plan on antimicrobial resistance*. World Health Organization, Geneva, **2020**.
2. World Health Organization. *Meeting report of the WHO expert consultation on the definition of extensively drug-resistant tuberculosis*. World Health Organization, Geneva, **2020**.
3. Pascual-Pareja, J. F.; Carrillo-Gómez, R.; Hontañón-Antoñana, V.; Martínez-Prieto, M.; *Enf. Infecc. Microb. Clin.* **2018**, *36*, 507–516.
4. De Chiara, C.; Homšak, M.; Prosser, G. A.; Douglas, H. L.; Garza-Garcia, A.; Kelly, G., et al. *Nat. Chem. Biol.* **2020**, *16*, 686–694.
5. Kumar, G.; Shankar, R. *Med. Chem.* **2021**, *16*, 430–447.

CISQM-QS-PO09

Desarrollo de redes poliméricas interpenetradas (IPNs) de gelatina-polivinilpirrolidona para su potencial aplicación como apósitos cutáneos de tipo hidrogel

Lidia Escutia Guadarrama^{1,2}, David Morales Bernal¹, Sofía Guillermina Burillo Amezcua¹

¹Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica, Instituto de Ciencias Nucleares, Universidad Nacional Autónoma de México.

²Departamento de Química Analítica, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.
lidia.escutia@correo.nucleares.unam.mx

RESUMEN

En este trabajo de investigación, se sintetizaron redes poliméricas interpenetradas de gelatina (GE) y polivinilpirrolidona (PVP). La reticulación de la gelatina al 5 y 10 % se realizó mediante irradiación gamma a diferentes dosis (5, 10, 15 y 30 kGy) y se estudió su capacidad de retención de agua. Los geles formados a partir de la disolución al 5 % e irradiada a 15 kGy, se tomaron como red principal para formar una red interpenetrada de PVP a partir del monómero n-vinil-2-pirrolidona (NVP) y su polimerización vía radicales libres. Se realizó la caracterización por ATR-FTIR y por microindentación para determinar la rigidez de estos materiales.

CISQM-QS-PO10

Diseño *in silico*, síntesis y evaluación *in vitro* de compuestos dirigidos a GPER con posible actividad antiproliferativa en células de cáncer de mama

Luis Angel Gil Ruiz*, Juan Benjamín García Vázquez, Humberto Lubriel Mendoza Figueroa, José Correa Basurto

Laboratorio de Diseño y Desarrollo de Nuevos Fármacos e Innovación Biotecnológica, Escuela Superior de Medicina, Instituto Politécnico Nacional, México. Plan de San Luis Y Díaz Mirón S/N, Casco de Santo Tomas, Miguel Hidalgo, México. CP: 11340. Tel (5255) 57296000 Ext 62828 y 62809

gil64741@gmail.com

RESUMEN

Las enfermedades neoplásicas constituyen un problema urgente de salud a nivel mundial. En este contexto, el cáncer de mama es considerado como una de las principales causas de muerte en el género femenino y muchos de los tratamientos empleados no presentan alta eficacia farmacológica, pero sí múltiples efectos adversos.

Diversos estudios se han centrado en identificar blancos terapéuticos promisorios para el tratamiento de este tipo de cáncer. En esta búsqueda, diversas investigaciones han demostrado que el receptor de estrógenos acoplado a proteínas G (GPER) puede ser un blanco terapéutico para innovar en terapias dirigidas al cáncer de mama debido a que su sobre-expresión se asocia con la proliferación y supervivencia de las células cancerosas.

En el presente proyecto de investigación se emplearon métodos computacionales para llevar a cabo el diseño de moléculas con base en el ajuste que presenten a un mapa farmacofórico dirigido a GPER en tercera dimensión (3D). Posteriormente, los ligandos fueron explorados sobre GPER mediante acoplamiento molecular (docking), así como también, a los ligandos se les realizó la predicción de propiedades farmacocinéticas y toxicológicas (ADMET). Las moléculas más promisorias identificadas en la metodología *in silico* se obtuvieron por medio de síntesis química, se purificaron y caracterizaron utilizando técnicas espectroscópicas (RMN de ^1H y ^{13}C) y espectrométricas (UHPLC-ESI-QTOF-MS) para posteriormente ser evaluadas mediante un ensayo *in vitro* de viabilidad celular por la técnica de MTT en las líneas celulares de cáncer de mama MDA-MB-231 ($\text{ER}\alpha$, $\text{ER}\beta$, GPER $^+$) y MCF-7 ($\text{ER}\alpha$, $\text{ER}\beta$, GPER $^+$).

De los compuestos sintetizados, el compuesto 3ib exhibió un destacable efecto sobre la viabilidad celular en los estudios *in vitro*, mostrando un perfil de inhibición similar en las dos líneas celulares de cáncer de mama empleadas.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



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

**ALIMENTOS. SOMOS LO QUE
COMEMOS - SC**

CISQM-SC-CE03

Comparación de la aportación antioxidante del nopal *Opuntia ficus-indica* en fresco vs deshidratado cultivado en Tepoztlán, Morelos principal productor del país

Neveros Alaniz, A.¹, Garduño Ramírez, M.L.², Domínguez Villegas, V. *¹

¹Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería Universidad Autónoma del Estado de Morelos, ²Centro de Investigaciones Químicas, IICBA Universidad Autónoma del Estado de Morelos andrea.alaniznev@uaem.edu.mx
; valeri.dominguez@uaem.mx

RESUMEN

El estado de Morelos se ha posicionado como el primer productor de nopal a nivel nacional abasteciendo el 30 % de esta cactácea en el país. Los principales municipios productores de nopal son Tlalnepantla, Totolapan, Tlayacapan y Tepoztlán. El presente trabajo se realiza mediante la vinculación productor-universidad para generar una aportación para contar con un campo sustentable buscando el valor agregador del producto y confirmar su aporte nutrimental en cuanto a su capacidad antioxidante.

CISQM-SC-CE04

Determinación de fenoles totales y capacidad antioxidante en cáscaras de dos variedades de cacao (*Theobroma cacao* L. var. Carmelo y var. Trinitario) provenientes de la región de Tabasco

María Guadalupe Villafuerte-Salazar¹, Holber Zuleta-Prada², Diana Guerra Ramírez², Benito Reyes Trejo²

¹Maestría en Ciencia y Tecnología Agroalimentaria, Departamento de Ingeniería Agroindustrial, Universidad Autónoma Chapingo, km. 38.5 Carretera México-Texcoco, Chapingo, Estado de México. C.P. 56230.

²Laboratorio de Productos Naturales, Departamento de Química, Preparatoria Agrícola. Universidad Autónoma Chapingo, km. 38.5 Carretera México-Texcoco, Chapingo, Estado de México. C.P. 56230.

al21125531@chapingo.mx; hzuletap@chapingo.mx

RESUMEN

La cáscara de cacao es uno de los principales subproductos residuales que generan un impacto ambiental, económico y social negativo. Sin embargo, según investigaciones previas, las cáscaras de cacao son una posible fuente de antioxidantes. El objetivo de este trabajo fue determinar el potencial nutracéutico, de cáscaras de cacao (*Theobroma cacao* L. var. Carmelo y *Theobroma cacao* L. var. Trinitario) provenientes de Cunduacán, Tabasco. Las muestras fueron secadas al sol durante 2.5 semanas, posteriormente fueron molidas y tamizadas hasta la obtención de un tamaño de partícula igual a 0.35 mm, para cada muestra se prepararon dos extractos: uno en metanol al 80% y otro en etanol puro. Los resultados se sometieron a un análisis de varianza mediante un diseño completamente al azar y las diferencias fueron establecidas mediante Tukey con $p \leq 0.05$. El contenido de polifenoles varió entre 3.17-24.29 mg EAG g⁻¹. La capacidad antioxidante frente al radical ABTS varió entre 146.86-2973.62 $\mu\text{mol g}^{-1}$, mientras que la actividad reductora de hierro (FRAP) varió entre 15.14-272.19 $\mu\text{mol g}^{-1}$. Finalmente, el contenido de flavonoides varió entre 0.05-1.91 mg EC g⁻¹. Se encontraron diferencias significativas entre extractos, pero no así entre variedades, donde el mayor contenido de fenoles, flavonoides y capacidad antioxidante correspondió a las muestras de los extractos metanólicos. Los resultados sugieren un aprovechamiento de las cáscaras como producto nutracéutico al presentar un contenido significativo de fenoles, flavonoides y capacidad antioxidante.

INTRODUCCIÓN

La cáscara de cacao o concha de cacao, también llamada cocoa pod husk (CPH) por sus siglas en inglés, es la parte externa del fruto (exocarpo), la cual se caracteriza por ser áspera, oval y relativamente gruesa, constituye el principal subproducto que se obtiene después de la eliminación de las semillas y representa del 70-75 % del peso de la fruta fresca [6]. Este porcentaje sin aprovechar repercute negativamente en los ámbitos, económico, social y ambiental, por ello, es necesario realizar estudios cualitativos y cuantitativos que permitan determinar la viabilidad de su uso como ingredientes alimenticios u otras aplicaciones dándoles así un valor agregado.

La CPH puede presentar diferentes colores dependiendo del origen y la variedad, caracterizándose por ser color verde para Forastero, rojo para Criollo y colores variables para Trinitario, de los cuales se desprenden otras variedades, como lo es la variedad Carmelo. La composición química de la CPH está dada por celulosa (35 %), hemicelulosa (11 %), lignina (14,6 %), cenizas (9,1 %), pectina (6,1 %), proteínas (5,9 %), minerales (0,32 % Ca, 3,18 % K, 0,15 % P) y un contenido fenólico de 4.6-6.9 g GAE 100g⁻¹ de biomasa seca [2].

Los antioxidantes son sustancias que retardan o inhiben de forma significativa la oxidación de otras moléculas, generando un efecto neutralizador, lo que les impide causar daño. Entre los principales antioxidantes, se encuentran los compuestos fenólicos que constituyen un amplio grupo de sustancias químicas, que se caracterizan por presentar un anillo aromático con uno o más sustituyentes hidroxilos y abarcan más de 8000 compuestos distintos, entre ellos los flavonoides, cumarinas, crómenos y benzofuranos, los cuales han demostrado poseer importante actividad antioxidante [1].

En la cáscara de cacao, se pueden encontrar taninos, antocianinas y proantocianidinas (Fig.1), conocidos por su fuerte actividad antioxidante [4]. Los estudios hasta ahora realizados señalan contenidos muy variables en cuanto a actividad antioxidante, así como en la cantidad de polifenoles totales, con respecto a estos últimos, se han reportado valores que van desde 207 mg de ácido gálico equivalente (EAG) hasta 6.9 g 100 g⁻¹ de biomasa seca [7,10,11].

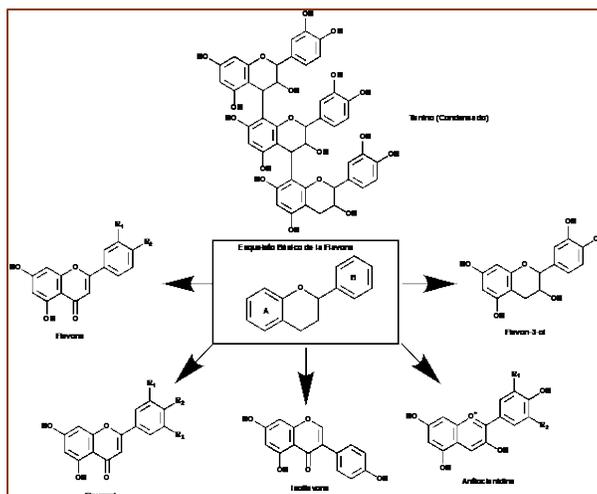


Fig. 1. Estructuras químicas de los principales compuestos fenólicos presentes cáscaras de cacao.

Es por ello que en este trabajo se tuvo por objetivo determinar y comparar el contenido de fenoles, flavonoides totales y la capacidad antioxidante en extractos metanólicos y etanólicos de cáscaras de cacao: *Theobroma cacao* L. var. Carmelo y *Theobroma cacao* L. var. Trinitario, originarios del estado de Tabasco, México, para valorar su uso potencial como fuente de compuestos bioactivos antioxidantes.

MATERIALES Y MÉTODOS

Recolección de muestras y obtención de extractos

Las cáscaras de cacao frescas se colectaron en el municipio de Cunduacán, Tabasco. Se dejaron secar por exposición indirecta al sol durante 2.5 semanas, posteriormente se molieron y tamizaron hasta un tamaño de partícula igual a 0.35 mm. Para la obtención de extractos metanólicos, se pesó 1 g de cada muestra (por triplicado), se le adicionó 10 mL de metanol al 80 % y se ajustó el pH= 3, la muestra se llevó a vortex durante 5 min, después se sónico durante 15 min, luego se llevó a agitación durante 30 min y finalmente se centrifugó a 4000 rpm/15 min para recuperar el sobrenadante y ajustar nuevamente el volumen a 10 mL. En el caso de los extractos etanólicos se utilizó etanol puro y no se ajustó el pH, el resto del procedimiento fue el mismo.

Determinación de fenoles y flavonoides totales

El contenido fenólico total se cuantificó por el método de Folin-Ciocalteu [8], con algunas modificaciones. Para la curva patrón se utilizó ácido gálico en concentraciones de 0,01 a 0.9 mg mL⁻¹. Se tomó 25 µL de las muestras y se les adicionó 125 µL de agua destilada, 20 µL de solución Folin-Ciocalteu al 1 % y 30 µL de Na₂CO₃ al 20 % y se mantuvo en obscuridad durante 30 min a temperatura ambiente, para posteriormente realizar las lecturas a 760 nm en el lector de microplacas Biotek®. El contenido de polifenoles se reportó en mg de ácido gálico (EAG) g⁻¹ de muestra seca.

El contenido de flavonoides totales se determinó de acuerdo a la metodología reportada [5]. En tubos eppendorf se adicionó 0.5 mL del extracto de la muestra, con 2.5 mL de agua destilada, 0.15 mL de NaNO_3 al 5 %, se dejó reposar durante 6 minutos y posteriormente se adicionó 0.3 mL de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ al 10 %, se dejó reposar durante 5 minutos y finalmente se adicionó 1 mL de NaOH al 5 %, se mezcló y agitó durante 3 minutos y se tomó 200 μL para su lectura directa en microplaca a una longitud de onda de 510 nm. Para la curva de calibración se usaron soluciones de catequina entre 6.4×10^{-4} a 0.03 mg mL^{-1} . El contenido de flavonoides totales se reportó en mg equivalentes de catequina (EC) g^{-1} muestra seca.

Determinación de actividad antioxidante reductora de Fe^{3+} (FRAP)

En las microplacas se colocó un volumen de 20 μL de las muestras, se les adicionó 180 μL del reactivo FRAP (2.5 mL de la disolución 2,4,6-tripiridil-s-triazina a una concentración de 10 μM en HCl 40 mM; 2.5 mL de FeCl_3 20 μM y 25 mL de buffer acetato 0.3 μM a un pH de 3.6) y con 60 μL de agua destilada. Después de 10 minutos, se leyó la absorbancia a 593 nm (en el lector de microplacas Biotek®). Se utilizó una curva de calibración de equivalentes de Trolox con una concentración de 3.8 a 46.1 $\mu\text{M mL}^{-1}$. La capacidad antioxidante de los extractos se expresó como μmol Equivalentes de Trolox (ET) g^{-1} muestra.

Determinación de actividad antioxidante por inhibición del radical ABTS

Para medir la capacidad de inhibir radical libre 2,2-azino-bis(3-etilbenzotiazolino-6-ácidosulfónico) o $\text{ABTS}^{\circ+}$, primero fue necesario la formación del mismo con persulfato potásico ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) (140mM, concentración final) incubados a temperatura ambiente y en oscuridad durante 16 h. Una vez formado el radical $\text{ABTS}^{\circ+}$ se diluyó con metanol hasta obtener un valor de absorbancia entre 0.7 a 1.2. Para las muestras se tomó 20 μL de cada una y 180 μL de solución ABTS, las muestras se dejaron tapadas a oscuridad durante 10 min para posteriormente leer la absorbancia a 734 nm. La capacidad antioxidante por inhibición del radical ABTS se expresó como μmol Equivalentes de Trolox (ET) g^{-1} de muestra seca.

Análisis estadístico

Todas las mediciones se realizaron por triplicado de manera independiente, usando un diseño completamente al azar. Los resultados se sometieron a un análisis de varianza y comparación de medias Tukey ($p \leq 0.05$). El análisis de datos se realizó con ayuda del paquete estadístico MiniTab Versión 17.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la Tabla 1 se muestran los resultados obtenidos para el contenido fenoles totales, en donde se observa que el mayor contenido lo presentaron los extractos metanólicos de CPH Carmelo y CPH Trinitario con contenidos de 23.24-24.29 mg EAG g^{-1} de muestra respectivamente, sin presentar diferencias significativas entre variedades, pero sí entre extractos, ya que el contenido de fenoles totales resultó ser menor para los extractos etanólicos de ambas variedades con valores que van desde 3.17-3.48 mg EAG g^{-1} . Estos contenidos de fenoles son representativos y se encuentran dentro del rango de datos reportados para cáscaras de cacao que van desde 2.1-150.9 mg EAG g^{-1} muestra seca, de acuerdo con Shinta et al (2022), quienes estudiaron el contenido fenólico en cáscaras de cacao atribuyéndolo en gran parte a los solventes, los tiempos, las temperaturas o calentamientos empleados en la obtención de los extractos. De acuerdo con lo reportado en la literatura, existe un contenido de 3.23 mg EAG g^{-1} en cáscaras de cacao frescas [10], contenido que incrementa significativamente tras emplear diferentes métodos de deshidratación térmica esto debido a que los compuestos fenólicos están presentes principalmente en forma de estructuras poliméricas, además de estar unidos a las paredes celulares, por lo que el tratamiento térmico puede contribuir a la liberación de estos compuestos fenólicos al romper enlaces y estructuras celulares.

Tabla 1. Contenido de fenoles totales.

Contenido de fenoles totales en extractos metanólicos de cáscara de cacao		Contenido de fenoles totales en extractos etanólicos de cáscara de cacao	
CPH Carmelo	CPH Trinitario	CPH Carmelo	CPH Trinitario
23.24 ± 1.03 ^a	24.29 ± 1.97 ^a	3.48 ± 0.30 ^b	3.17 ± 0.28 ^b

El contenido de fenoles totales (CFT) se expresó como mg equivalentes de ácido gálico (EAG) g⁻¹ muestra seca. Los valores representan la media de tres repeticiones ± la desviación estándar (DE); ^{a,b} letras diferentes por fila significa que existen diferencias significativas entre variedad y/o entre extractos para cada determinación.

En lo que respecta al contenido de flavonoides, los resultados se muestran en la Tabla 2, en donde se observa que sí existieron diferencias significativas entre variedades para el caso de los extractos metanólicos con valores de 1.07- 1.91 mg EC g⁻¹, atribuyendo el mayor contenido a las cáscaras provenientes de la variedad Carmelo, estos valores obtenidos se asemejan a lo reportado en la literatura [10], para cáscaras de cacao con un valor de 0.97 mg EE g⁻¹, mientras que para los extractos etanólicos no existió diferencias significativas entre variedades pero sí entre extractos, al presentar un contenido sumamente inferior al de los extractos metanólicos, esto puede atribuirse a que se utilizó catequina como referencia para la determinación de flavonoides, lo cual limita la posibilidad de cuantificar otros flavonoides presentes en cáscaras de cacao como lo son la epicatequina, la quercetina y algunas proantocianidinas [9-10], las cuales al estar en forma condensada es probable que no sean cuantificables en su totalidad mediante esta metodología.

Tabla 2. Contenido de Flavonoides.

Contenido de flavonoides en extractos metanólicos de cáscara de cacao		Contenido de flavonoides en extractos etanólicos de cáscara de cacao	
CPH Carmelo	CPH Trinitario	CPH Carmelo	CPH Trinitario
1.91 ± 0.26 ^a	1.07 ± 0.18 ^b	0.05 ± 0.01 ^c	0.06 ± 0.01 ^c

El contenido de flavonoides totales se expresa como mg equivalentes de catequina (EC) g⁻¹ muestra seca. Los valores representan la media de tres repeticiones ± la desviación estándar (DE); ^{a,b,c} letras diferentes por fila significa que existen diferencias significativas entre variedad y/o entre extractos para cada determinación.

Finalmente, los resultados de la capacidad antioxidante presentada en las cáscaras de cacao se muestran en la Tabla 3, en donde nuevamente se observa diferencias significativas entre los dos extractos, correspondiendo la mayor capacidad antioxidante debida a la eficiencia de inhibición del radical ABTS⁺ a los extractos metanólicos tanto de la variedad Carmelo como la de la variedad Trinitario, entre los cuales no existió diferencia significativa y los valores se encontraron entre 2973.62 y 2570.91 µmol ET g⁻¹, estos valores son significativamente superiores a los 30.6 µmol ET g⁻¹ reportado en la literatura [10], lo cual se atribuye a la baja selectividad del radical ABTS⁺ ya que reacciona con cualquier compuesto aromático hidroxilado, independientemente de su potencial antioxidante real [3], aunque también se asocia al importante contenido fenólico que presentaron las cáscaras.

Tabla 3. Capacidad antioxidante de los extractos metanólicos y etanólicos de las cáscaras de cacao.

Extractos metanólicos		Extractos etanólicos	
ABTS ± DE (µmol ET g ⁻¹)		ABTS ± DE (µmol ET g ⁻¹)	
Carmelo	Trinitario	Carmelo	Trinitario
2973.62 ± 248.83 ^a	2570.91 ± 361.55 ^a	203.79 ± 12.99 ^b	146.86 ± 13.15 ^c
FRAP ± DE (µmol ET g ⁻¹)		FRAP ± DE (µmol ET g ⁻¹)	
Carmelo	Trinitario	Carmelo	Trinitario
159.45 ± 21.47 ^a	272.19 ± 18.58 ^b	18.07 ± 1.50 ^c	15.15 ± 1.81 ^c

Los valores representan la media de tres repeticiones ± la desviación estándar (DE); ^{a,b,c} letras diferentes por fila significa que existen diferencias significativas entre variedad y/o entre extractos para cada determinación.

En lo que respecta a los resultados del ensayo FRAP, sabemos que esta determinación se basa en la habilidad de los compuestos fenólicos para reducir Fe^{3+} a Fe^{2+} en presencia de 2,4,6-tripiridil-s-triazina, cuya reducción se encuentra acompañada de la formación de un complejo coloreado de Fe^{2+} . Los valores de la actividad antioxidante FRAP se encontraron entre 15.15 y 272.19 μmol de ET g^{-1} correspondiendo los valores más altos a los extractos metanólicos, encontrando diferencias significativas entre variedades y entre extractos, estos resultados se relacionan con los mostrados anteriormente para el contenido fenólico y la actividad antioxidante presentada en el ensayo de ABTS.

CONCLUSIONES

Se logró cuantificar los fenoles, flavonoides y la capacidad antioxidante mediante métodos espectrofotométricos en extractos metanólicos y etanólicos de cáscaras de cacao (*Theobroma cacao* L.) var. Carmelo y var. Trinitario. Los extractos metanólicos de ambas muestras presentaron un contenido importante tanto de fenoles, flavonoides, así como de capacidad antioxidante, lo que sugiere que las cáscaras de cacao pueden ser utilizadas como fuente de compuestos bioactivos antioxidantes, generando así un valor agregado en la cadena de beneficio del cacao.

REFERENCIAS

1. Belitz, H.D.; Grosch, W. *Química de los alimentos*. Editorial Acirbia, S.A. Zaragoza, **1988**.
2. Campos-Vega, R.; Nieto-Figueroa, K. H.; Oomah, B. D. *Trends in Food Sci. Tech.* **2018**, *81*, 172–184.
3. Gülçin, İ. *Arch. Toxicol.* **2011**, *86*, 345–391. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00204-011-0774-2>.
4. Jokić, S.; Gagić, T.; Knez, Z.; Šubarić, D.; Škerget, M. *Molecules.* **2018**, *23*, 1-17.
5. Kubola, J. & Siriamornpun, S. *Food Chem.* **2011**, *127*, 1138-1145.
6. Lu F., Rodríguez G., Van D.I., Westwood J.N., Shaw L., Robinson S.J., Warren G., Chatzifragkou A., Mason M.S., Gomez L., Faas L. *Curr. Opin. Green Sustainable Chem.* **2018**, *14*, 80-88.
7. Ordoñez, E.S; Leon-Arevalo, A.; Rivera-Rojas, H.; Vargas, E. *Scientia Agropecuaria.* **2019**, *10*, 175 – 183.
8. Singleton, V. L.; Rossi, J. A. *Am. J. Enol. Vitic.* **1965**, *16*, 144-158.
9. Dewi, S. R.; Stevens, L. A.; Pearson, A. E.; Ferrari, R.; Irvine, D. J.; Binner, E. R. *Food Bioprod. Process.* **2022**, *134*, 210-222
10. Valadez-Carmona, L., Plazola-Jacinto, C.P., Hernández-Ortega, M., Hernández-Navarro, M.D., Villarreal, F., Necochea-Mondragón, H., Ceballos-Reyese, G. *Innovative Food Sci. Emerging Technol.* **2017**, *41*, 378-386.
11. Vandenberghe, L. P. S.; Valladares-Diestra, K. K.; Bittencourt, G. A.; Murawski de Mello, A. F.; Vásquez, S. Z.; Zwiercheczewski de Oliveira, P.; Pereira, V. G.; Soccol, C. R. *Bioresour. Technol.* **2022**, *344*, 126252.

CISQM-SC-CP01

Amaranto: proteínas de reserva y sus propiedades benéficas para la salud

Alejandro Fajardo De La Rosa¹, *Eduardo Bárzana García¹, *Oscar Hernández Meléndez¹, María Inés Nicolás Vázquez², José Manuel Saniger Blesa³

¹Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.

²Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Campo 1, Universidad Nacional Autónoma de México.

³Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología, Universidad Nacional Autónoma de México.

aafdlr@ciencias.unam.mx

RESUMEN

Las semillas de amaranto poseen un alto valor nutricional y diversas propiedades que mejoran la salud humana. La hidrólisis de las proteínas presentes en esta semilla libera péptidos con una variedad de funciones biológicas. En las proteínas de reserva se encuentran diversos péptidos con capacidad de inhibir diferentes tipos de enzimas. Entre los péptidos bioactivos más representativos se encuentran inhibidores de la Enzima Convertidora de Angiotensina y de la enzima Dipeptidil Peptidasa IV. Se ha confirmado la presencia en amaranto de péptidos con diversas propiedades, entre ellas cáncer-preventivas. Además de su alto contenido de proteínas ricas en aminoácidos esenciales y la presencia de péptidos bioactivos, la semilla de amaranto es una fuente de compuestos con actividad antioxidante tales como la rutina. Extractos alcohólicos y acuosos de amaranto contienen compuestos fitoquímicos con propiedades antioxidantes, anti- diabéticas, anti-trombóticas, anti-diarreicas, entre otras, presentes en la semilla y la planta de amaranto.

CISQM-SC-CP02

Estudio químico, nutrimental y funcional de semillas de garbanzo

Enrique Martínez-Manrique, Verónica Jiménez-Vera

Laboratorio de Bioquímica y Fisiología de Granos, L-8, Unidad de Investigación Multidisciplinaria, Campo 4, FES-Cuautitlán, UNAM. Km 2.5 Carretera Cuautitlán-Teoloyucan, CP. 54700 Cuautitlán Izcalli, México, México.
tallerdecereales.fesc@yahoo.com.mx

RESUMEN

El garbanzo (*Cicer arietinum* L.) es una de las tres leguminosas más importantes del mundo con un potencial valor nutrimental alto. Por otro lado, la obesidad es un problema importante en México, provocado, entre otras cosas, por una mala alimentación, sin embargo, ha surgido como alternativa, complementar los alimentos con alto poder calórico con granos no convencionales como el garbanzo. Por lo tanto, el objetivo de este trabajo fue evaluar la calidad nutrimental y funcional de la semillas de garbanzo para recomendar o no su uso en el desarrollo de nuevos alimentos. El garbanzo se molió y tamizó. A la harina integral, se le realizó análisis químico proximal y se evaluó su calidad nutrimental y funcional. Los resultados mostraron altos porcentajes de proteína, grasa y fibra; un valor de PER y digestibilidad *in vivo* muy buenos y almidón digerible bajo; por último, tuvo una capacidad antioxidante alta, así como altos valores de fibra dietética y almidón resistente. Por lo tanto, se puede concluir que la harina integral de garbanzo puede ser un complemento en la elaboración de alimentos con alto poder calórico como las botanas, para mejorar su calidad nutrimental y funcional.

INTRODUCCIÓN

El garbanzo (*Cicer arietinum* L.) es una leguminosa, que de acuerdo con la Organización de las Naciones Unidas para la alimentación y la Agricultura es la tercera leguminosa alimenticia más importante a nivel mundial. Además, es una buena fuente de proteínas, como las leguminosas, pero con mayor contenido de grasa y fibra que semillas como el frijol y la lenteja y con posibles ingredientes funcionales [1]. Por otra parte, México sufre problemas graves de obesidad y sobrepeso en su población, y esto a traído consigo el aumento en enfermedades como diabetes, hipertensión y afecciones cardiacas. Entre algunas casusas se encuentran el sedentarismo y una mala alimentación, esta última debida al alto consumo de alimentos con alto contenido de azúcares y grasas, un ejemplo de este tipo de alimentos son los productos de panificación y las botanas. Una de las opciones que han surgido con un importante impacto y buena aceptación, es el uso de semillas no convencionales como ingredientes de estos alimentos para mejorar su calidad nutrimental y funcional [2], como algunos ejemplos se tiene el uso de harinas integrales de granos de amaranto [3-4] y chía [5] y en nuestro grupo de trabajo se estan estudiando otros granos como la linaza, el girasol y el garbanzo. Además de su valor nutricional, se ha reportado que el garbanzo posee componentes Bioactivos los cuales son beneficiosos mejorando las funciones metabólicas y previniendo enfermedades [6]. También, es bastante conocido que las leguminosas como el garbanzo se complementan con los cereales, ya que cuando se consumen en una misma comida, suministran una mezcla de proteínas con una mayor variedad de aminoácidos, lo que mejora el valor proteico de la dieta [7]. Por lo tanto, el objetivo de este trabajo fue evaluar la calidad nutrimental y funcional de las semillas de garbanzo para recomendar o no su uso en el desarrollo de nuevos alimentos.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Se utilizó semilla de garbanzo (*Cicer arietinum* L.) variedad Kabuli cosecha 2021. Se llevó a cabo la molienda utilizando primero un molino de discos para trocear el grano por la dureza que presenta, después se molieron los trozos en un molino KRUPS GX4100, posteriormente se tamizo con una malla #40 serie Tyler. Se determinó la composición química de acuerdo a lo establecido por la A.O.A.C [8], humedad, proteínas, cenizas, grasa, fibra y

313

carbohidratos (por diferencia). Para la calidad nutrimental se evaluó: Digestibilidad *in vitro* [9], cuantificación de triptófano [10], relación de eficiencia proteica y digestibilidad *in vivo* [11] Almidón total [12] y Almidón digerible (por diferencia). Para evaluar las propiedades funcionales: Capacidad Antioxidante [13], fenoles totales [14], Fibra dietética [15] y Almidón resistente [16]. Así como también se determinaron los compuestos antinutrimetales: Taninos [17], Ácido fítico [18] e Inhibidores de Tripsina [19].

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los resultados obtenidos del análisis químico de la harina de garbanzo se muestran en la tabla 1. Se puede observar que tienen una cantidad alta de proteína, grasa, cenizas y fibra cruda, comparada con cereales como el trigo o maíz que son usados en la elaboración de productos de panificación y botanas, también el contenido de grasa y fibra son mayores que otras leguminosas como la lenteja, el frijol o los chicharos [1].

Tabla 1. Análisis Químico Proximal de harina integral de garbanzo.

	Humedad %	Proteína %	Grasa %	Cenizas %	Fibra Cruda %	Carbohidratos* %
Garbanzo	8.7± 0.17	15.23± 0.52	5.98± 0.34	3.0± 0.32	6.34± 0.26	60.75

*Por Diferencia

En cuanto a la calidad nutrimental (tabla 2), la harina de garbanzo tiene una digestibilidad *in vitro* baja pero similar a lo reportado en otro trabajo, en donde se dice que estos valores pueden deberse a la estructura de sus proteínas y la presencia de factores antinutricionales [20] y tiene un contenido de triptófano adecuado para los requerimientos para un adulto que son de 0.6 g por 100 g de proteína de acuerdo a la FAO [21], además, se reportan concentraciones elevadas de otros aminoácidos como lisina que son limitantes en cereales, por eso se recomienda combinar estos dos tipos de semillas para complementarse [22]. El contenido de almidón digerible es bajo, en comparación con los cereales y otras leguminosas, lo que es bueno porque su consumo no aumentaría de manera importante el índice glicémico.

Tabla 2. Compuestos nutrimentales presentes en la harina integral de garbanzo.

	Digestibilidad <i>in vitro</i> %	Triptófano (g aa/ 100 g Proteína)	Almidón total %	Almidón digerible %
Garbanzo	71.28±1.59	0.64±0.07	38.4±2.05	23.13

El valor de la relación de eficiencia proteica (PER) obtenido (tabla 3), mayor de dos, indica una proteína de muy buena calidad, según la escala reportada por Friedman [23]. Además, es más del doble del valor de PER encontrado para la harina de trigo que fue de 0.85. Su digestibilidad *in vivo* mejoró un 20 % con respecto a la prueba *in vitro* y llegó a un valor bueno para proteínas vegetales que serían mayores a 80 % (21), y es un valor similar al de harinas de garbanzo cocidas, extruidas u horneadas [24], estos valores nos indican que esta proteína podría ser bien asimilada en un alimento.

Tabla 3. Análisis de la calidad de la proteína presente en la harina integral de garbanzo.

Muestra	PER Ajustado	Digestibilidad <i>in vivo</i> (%)
Garbanzo	2.06	86

En cuanto a los compuestos funcionales (tabla 4), se observó que el contenido de fibra dietética y almidón resistente del garbanzo son altos, comparado con los cereales como el trigo y maíz, y fueron mayores que lo reportado por

[25] y está en los rangos superiores reportados por [1], esto compuestos son importantes porque ayudan al buen funcionamiento del sistema digestivo ya que fomentan el desarrollo de la flora intestinal que beneficia al organismo, aumentan la saciedad y hacen más lenta la digestión [26]. También, el garbanzo presentó una alta capacidad antioxidante muy por arriba del trigo (6.33 %) y el maíz (8.33 %) y alto contenido de fenoles comparados con estos dos cereales que tienen menos de 1 % ambas semillas. Estos valores son importantes por su relación directa con la disminución del daño celular provocado por radicales libres [27-28].

Tabla 4. Análisis de ingredientes funcionales presentes en la harina integral de garbanzo.

Muestra	Fibra dietética %	Almidón resistente %	Capacidad antioxidante %	Compuestos fenólicos (mg EAG/g muestra)
Garbanzo	18.59± 0.44	15.27±0.14	88.83±0.05	2.03±0.06

Los resultados del contenido de compuestos antinutrimientales en la harina de garbanzo (tabla 5), mostraron un bajo contenido de taninos y ácido fítico, y los inhibidores de tripsina no fueron detectados. Esto es importante porque indica una buena disposición de los nutrientes contenidos en la harina del garbanzo para el que la consuma; ya que estos compuestos pueden tener un efecto negativo en la asimilación de nutrientes presentes en el garbanzo, por ejemplo los taninos reducen la digestibilidad de proteínas y la asimilación de vitaminas y minerales; el ácido fítico disminuye la disponibilidad de minerales y los inhibidores de tripsina disminuye la actividad de esta enzima.

Tabla 5. Contenido de compuestos antinutrimientales en la harina integral de garbanzo.

Muestra	Taninos %	Ácido Fítico %	Inhibidores de Tripsina
Garbanzo	0.20±0.01	1.75±0.01	ND

CONCLUSIONES

Con base en los resultados obtenidos del análisis de la harina integral de garbanzo se puede concluir que tiene una buena calidad química, nutricional y funcional y una baja concentración de compuestos antinutrimientales, lo que permite recomendar su uso en la elaboración de productos alimenticios porque puede ser un complemento en la elaboración de alimentos con alto poder calórico como los productos de panificación "pan bolillo u hojaldras" y botanas tipo "takiz y tostitos", entre otros, para mejorar su calidad nutricional y funcional.

AGRADECIMIENTOS

Trabajo realizado con el apoyo del proyecto PAPIME-UNAM-DGAPA PE-200522 y Cátedras de Investigación CI-2253 de la FES-Cuautitlán, UNAM.

REFERENCIAS

1. Aguilar-Raymundo, V.; Vélez-Ruiz, J. *Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos*. **2013**, 7, 25-34.
2. Rivera, D.J.Á.; Colchero, M.A.; Fuentes, M.L.; González, C.M.T.; Aguilar, S.C.A.; Hernández, L. G.; Barquera S. *La obesidad en México*. Instituto Nacional de Salud Pública. Primera edición. México, **2018**.
3. Martínez-Manrique, E.; Lucero-Ramos, A., Jiménez-Vera, V. *Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos*. **2020**, 5, 42-47.
4. Reyes-Moya, L. A.; Martínez-Ruiz, A.; Jiménez-Vera, V.; Martínez-Manrique, E. *Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos*. **2019**, 4, 1021-1026.

5. Jiménez-Vera, V.; Aguilar Martínez, D.; Martínez-Manrique, E. *Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos*. **2018**, 3, 1-6.
6. Martínez, M.J.; Marioli, C., Silva, M.; Aguilar, R., Badini, R.; Inga, M.; Filli, M.; Allende, M. J. *El cultivo del garbanzo (Cicer arietinum L.) en Argentina* Gobierno de la provincia de Córdoba. Argentina. **2020**.
7. Olmedilla, A. B.; Farré, R. R.; Asensio, V. C.; Martín, P. M. *Actividad Dietética*. **2010**, 14, 72-76.
8. A.O.A.C. Official methods of Analysis of Association of Official Analytical Chemists, Cunnif, Published. AOAC International. 2005, (Métodos: 925.09, 923.03, 920.39, 954,01 y 989.03).
9. Hsu, H.; Vavak, D.L.; Satterlee L. D.; Miller, G. A. *J. Food Sci. Technol.* **1977**, 42, 1269-1273
10. Rama, R. V.; Tara, M. R.; Krishnan, C. K. *J. Food Sci. Techn.* **1974**, 11, 213-216.
11. A.O.A.C. Official Methods of Analysis of the AOAC. 15th edition, published by AOAC Inc, Arlington. 1990, 2, 1020.
12. Goñi, L.; García-Alonso, A.I.; Saura-Calixto, F. *Nutrition Res.* **1997**, 17, 427- 437.
13. Londoño, J. *Antioxidantes: importancia biológica y métodos para medir su actividad*. Corporación Universitaria Lasallista. Capítulo 9. Parte III. Antioquia – Colombia. **2012**.
14. García, M. E.; Fernández, S. I.; Fuentes L. A. *Determinación de polifenoles totales por el método de Folin-Ciocalteu*. Depto. de Tec. de Alim. Univ.Politécnica de Valencia, España. **2015**.
15. CUNNIF, P. *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 16th edition, USA. **1995**.
16. Goñi, L.; García-Alonso A.I.; Mañas E.; Saura-Calixto F. *Food Chem.* **1996**, 56, 445-449.
17. Deshpande, S.; Cheryan, M. *J. Sci. Food.* **1987**, 52, 332: 334.
18. Haug, W.; Lantzsch, H.J. *J. Sci. Food Agric.* **1983**, 34, 14232-1426.
19. Smith, C.; Van Megen, W.; Twaalfhoven, L.; Hitchcock, C. *J. Sci. Food Agric.* **1980**, 31, 341-350.
20. Portari, G.; Tavano, O.; da Silva, M.; Neves, V. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, Campinas. **2005**, 25, 807-812.
21. FAO. *Dietary protein quality evaluation in human nutrition*. Food and nutrition paper No. 92. **2011**.
22. González, C.L.; Filardo, K. S.; Juárez, G.J.; Güemes, V.N.; Bernardino N.A. *Características nutricionales del garbanzo. Capítulo 7*. En: Aguilera, O.M.; Reynoso, C.R.; Gómez, A.C.; Uresti, M.R.; Ramírez de León, J. (Coordinadores). Los alimentos en México y su relación con la salud. Plaza y Valdés Editores. **2014**.
23. Friedman, M. *J. Am. Chem. Soc.* **1996**, 44, 6-29.
24. Nosworthy, M.; Medina, G.; Franczyk, A.; Neufeld, J.; Appah, P; Utioh, A; Frohlich, P; Tar´an, B.; House. J. *Food Sci Nutr.* **2020**, 8, 2950–2958.
25. Guldiken, B.; Yovchev, A.; Nosworthy, M.; Stone, A.; House, J.; Niefer, S.; Nickerson, M. J. *Texture Stud.* **2020**, 51, 300–307.
26. Villarroel P.; Gómez C.; Vera C.; Torres J. *Revista chilena de nutrición*. **2018**, 45, 271278
27. Niño-Medina, G.; Muy-Rangel, D.; Garza-Juárez, A.; Vázquez-Rodríguez, J. A.; Méndez-Zamora, G.; Urías-Orona, V. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*. **2017**, 67, 68-73.
28. Colina, J.; Guerra, M.; Guilarte, D.; Alvarado, C. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*. **2012**, 62, 303-310.

CISQM-SC-CP04

Estudio en la caracterización de Tequila 100% agave y sus clases por técnicas electroquímicas empleando electrodos de óxido de grafeno

Walter M. Warren-Vega^{1,2}, Rocío Fonseca-Aguiñaga^{1,3}, Linda V. González-Gutiérrez², Luis A. Romero-Cano^{1,*}

¹Grupo de Investigación en Materiales y Fenómenos de Superficie. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad Autónoma de Guadalajara. Av. Patria 1201, C.P. 45129. Zapopan, Jalisco. México.

²Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica (CIDETEQ) S.C., Parque Tecnológico Sanfandila, Pedro Escobedo, Querétaro, 760703, MEXICO.

³Laboratorio de Isotopía. Consejo Regulador del Tequila A. C. Av. Patria 723, C.P. 45030. Zapopan, Jalisco. México.

mwarren@cideteq.mx

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se realizó el estudio para la caracterización electroquímica de Tequila 100 % agave en sus diferentes clases empleando un electrodo de óxido de grafeno. Para tal motivo se realizó la síntesis del óxido de grafeno por medio del método de Hummers. La caracterización del material consistió en el estudio por FT-IR, RAMAN y XRD. Por otra parte, la caracterización fisicoquímica de las muestras de tequila se realizó por cromatografía de gases y líquidos y se complementó con los estudios electroquímicos realizados por voltamperometría cíclica y de pulso diferencial. Los resultados muestran que es posible utilizar técnicas electroquímicas como técnica auxiliar para asegurar la calidad y autenticidad de la bebida. Los estudios de voltamperometría muestran que existen reacciones de oxidación a 0.36 V vs. Ag/AgCl_(sat) y a 0.56 V vs. Ag/AgCl_(sat) asociándose a la concentración de compuestos orgánicos presentes en la bebida.

INTRODUCCIÓN

En años recientes han ganado gran aceptación en el mercado distintas bebidas alcohólicas producidas a partir de la fermentación y destilación de plantas de agave, las cuales se cosechan en todo el territorio mexicano. De entre ellas destacan el tequila, mezcal, bacanora, raicilla y sotol. A fin de salvaguardar la calidad de cada una de las bebidas anteriormente mencionadas existen Normas Oficiales vigentes que declaran parámetros de calidad y autenticidad de las bebidas [1]. De entre todas ellas resulta de interés para su estudio el Tequila, debido al alto volumen de ventas que presenta a nivel nacional e internacional.

El Tequila corresponde a una bebida alcohólica producida a partir de plantas de *Agave tequilana* Weber variedad azul cosechadas dentro del estado de Jalisco y algunos municipios de Nayarit, Michoacán, Guanajuato y Nayarit [1]. Su proceso de producción comienza en los campos de agave cuando se seleccionan las plantas que se jimarán para llevarse a las fábricas para su transformación. Posteriormente en fábrica, le siguen los procesos de molienda, cocción, fermentación, destilación, filtración, dilución y envasado. Con el objetivo de salvaguardar la autenticidad y calidad del producto en años recientes se han desarrollado diversas técnicas analíticas auxiliares a la cromatografía de gases y líquidos declarada en la NOM-006-SCFI-2012 [1]. De entre todas ellas destaca la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas de relaciones isotópicas, debido a que ha sido demostrado que es posible determinar el tipo de planta utilizada para la producción de la bebida y asegurar su tiempo de maduración [2]. Sin embargo, una de las desventajas que presenta es que es una técnica compleja ya que requiere un pretratamiento de la muestra. En este sentido, el presente proyecto de investigación propone como alternativa el uso técnicas electro analíticas basadas en voltamperometría empleando electrodos de óxido de grafeno, ya que pueden considerarse como técnicas robustas, rápidas y de bajo costo, ya que no requiere un pretratamiento de la muestra. Se espera que la caracterización de muestras de Tequila 100 % agave en todas sus clases otorgue información fundamental a fin de determinar parámetros electro analíticos útiles para corroborar y asegurar la autenticidad y calidad de la bebida.

MATERIALES Y MÉTODOS

Muestras

Se caracterizaron 8 muestras de Tequila 100 % agave en sus diferentes clases (2 Blanco, 2 Reposado, 2 Añejo y 2 Extra añejo) proporcionadas por el Consejo Regulador del Tequila (CRT). Los resultados presentados en este documento corresponden al valor promedio de las mediciones.

Caracterización fisicoquímica de la bebida

El contenido de metanol, alcoholes superiores, ésteres, aldehídos y furfural se determinó de acuerdo con la metodología descrita por NMX-V-005-NORMEX-2018 [3]. El análisis se realizó en un cromatógrafo de gases Agilent 7890B acoplado a un detector de ionización de flama y un muestreador automático con inyección capilar. El furfural se cuantificó mediante cromatografía líquida mediante el método descrito por NMX-V-004-NORMEX-2018 [4], utilizando un cromatógrafo líquido de alta resolución Infinity 1260.

Síntesis del óxido de grafeno

La síntesis del óxido de grafeno se realizó siguiendo la metodología propuesta por Hummers & Offeman con modificaciones propuestas por Guerrero-Contreras & Caballero-Briones (2015) [5, 6].

Caracterización del óxido de grafeno

La caracterización del material se realizó empleando espectroscopía RAMAN en un micro espectrofotómetro Thermo Scientific DXR RAMAN a una longitud de 628 nm en un intervalo de 1000 cm^{-1} a 2000 cm^{-1} . Para la Difracción de Rayos X se empleó un difractorómetro XRD marca Bruker, modelo D8 advance; los experimentos se realizaron a temperatura ambiente a $0.17^\circ\text{ min}^{-1}$, en un rango de 10 a 70° (2θ). Por último, los espectros FTIR se obtuvieron en la región de 400 a 4000 cm^{-1} empleando un espectrofotómetro Thermo Scientific, Nicolet, iS5 FT-IR equipado con módulo de ATR.

Preparación de los electrodos óxido de grafeno

El óxido de grafeno sintetizado se soportó sobre un electrodo de carbón vitreo (diámetro de 3 mm) siguiendo la metodología propuesta por Zhao et al., (2011) [7] para ser utilizado como electrodo de trabajo en los estudios electroquímicos.

Estudios Electroquímicos en la bebida de Tequila 100 % agave

Los estudios para la caracterización electroquímica de Tequila 100 % agave en todas sus clases se realizaron en una celda electroquímica (15 mL) de tres electrodos siendo: electrodo de referencia ($\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$), contraelectrodo (alambre de platino) y el electrodo de trabajo (óxido de grafeno). Los estudios de voltamperometría cíclica se realizaron a una velocidad de barrido de 100 mV/s , en una ventana de potencial de -1.0 V a 1.5 V vs $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$. Posteriormente, se realizaron estudios de Voltamperometría de Pulso Diferencial (DPV) para lo cual se estableció un voltaje de 0.75 V vs $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$ por un tiempo de dos minutos. Se registró un barrido de potencial de 10 mV/s en una ventana de -0.3 a 1.0 V vs $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$ con un paso de 5 mV , una amplitud de 50 mV y un tiempo de modulación de 50 ms .

Para la limpieza del electrodo se realizó una cronoamperometría a 1.2 V vs $\text{Ag}/\text{AgCl}_{(\text{sat})}$ por un tiempo de 2 minutos con la finalidad de oxidar todos los compuestos que se hayan adsorbido en el electrodo, posteriormente se realizó un lavado en un baño ultrasónico con agua bidestilada y se secó a temperatura ambiente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Caracterización del óxido de grafeno

La caracterización del óxido de grafeno sintetizado se muestra en la Fig. 1. A partir del difractograma de la muestra (Fig. 1(a)) es posible obtener la distancia interplanar entre las capas de óxido de grafeno (3.99 Å), para tal fin se empleó el pico de difracción ubicado en $2\theta = 11.18^\circ$, el cual corresponde a los planos (001) del carbono [8]. A fin de determinar los grupos funcionales presentes en el material se realizó un estudio por espectroscopia infrarroja (Fig. 1(b)), a partir del espectro FTIR se concluye que el material presenta principalmente grupos oxigenados generados al proceso de oxidación, ya que se pueden apreciar señales características al estiramiento del enlace -OH (pico a 3350 cm^{-1}) y vibración del enlace C=O (pico a 1730 cm^{-1}). Así también es posible observar una banda de absorción a 1580 cm^{-1} correspondiente al enlace C=C relacionado a anillos aromáticos presentes en el material. También se pueden distinguir otras dos bandas a 1220 cm^{-1} y 1036 cm^{-1} relacionadas a las vibraciones del enlace C-OH y el estiramiento del grupo epoxi C-O-C [9]. Lo anterior se complementa satisfactoriamente con los estudios de espectroscopia RAMAN (Fig. 1(c)) en la cual se distingue dos picos a 1350 y 1500 cm^{-1} que corresponden a las bandas D y G del carbono [10]. La banda D se ha atribuido a las imperfecciones estructurales adquiridas durante el proceso de oxidación debido a la adición de grupos hidroxilos y epóxidos en la superficie planar del material. En cambio, la banda G es debida a un modo vibratorio en el plano, característico del movimiento de los pares de sp^2 de enlaces C-C. La relación entre estas bandas (I_D/I_G) es de 0.59 relacionando a la estabilidad de capas del grafito con la adición de grupos funcionales.

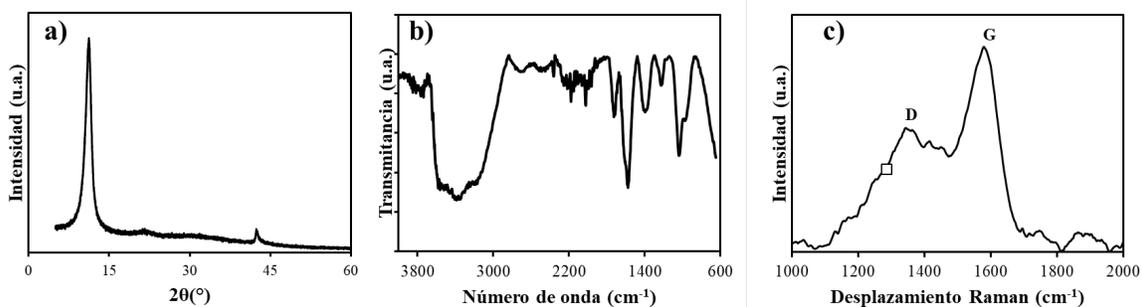


Fig. 1. Caracterización fisicoquímica de óxido de grafito: (a) Difractograma, (b) Espectro FT-IR y (c) Espectro Raman.

Caracterización de Tequila 100 % agave en sus diferentes clases por cromatografía de gases y líquidos

Los resultados de los estudios de caracterización del Tequila 100 % agave en todas sus clases por cromatografía se muestran en la Tabla 1. Se aprecia que para todos los casos se cumplen los criterios de calidad solicitados por la NOM-006-SCFI-2012. El aumento en la concentración de alcoholes superiores, esteroides, aldehídos y furfural, así como la disminución del metanol, para las distintas clases de Tequila estudiadas, se relaciona con el proceso de maduración que sufre la bebida en el interior de barricas de roble, ya que durante este proceso ocurren reacciones de oxidación y esterificación [2].

Tabla 1. Caracterización de muestras de Tequila 100 % agave en sus diferentes clases empleando cromatografía y voltamperometría de pulso diferencial.

Muestra	Metanol (mg/100 mL A.A.)	Alcoholes superiores (mg/100 mL A.A.)	Esteres (mg/100 mL A.A.)	Aldehídos (mg/100 mL A.A.)	Furfural (mg/100 mL A.A.)	P _{DPV1}		P _{DPV2}	
						V (V)	i (mA)	V (V)	i (mA)
Blanco	218.84	354.20	31.50	5.58	0.61	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Reposado	228.11	343.66	39.76	6.54	0.59	0.33 ±0.00	0.05 ±0.02	0.54 ±0.01	0.06 ±0.04
Añejo	204.30	341.55	60.92	8.95	0.77	0.37 ±0.00	0.10 ±0.00	0.56 ±0.01	0.21 ±0.05
Extra-añejo	184.62	441.95	108.56	18.53	2.00	0.39 ±0.00	0.26 ±0.02	0.58 ±0.00	0.69 ±0.06

Caracterización de Tequila 100 % agave en sus diferentes clases por técnicas electroquímicas

La caracterización de muestras de Tequila 100 % agave en sus diferentes clases por voltamperometría cíclica se muestra en la Fig. 2(a). Para todos los casos se observan dos picos a 0.16 V (P_{VC1}) y 0.75 V (P_{VC2}) vs. Ag/AgCl_(sat), respectivamente. El potencial a circuito abierto se encontró a 0.27 V vs. Ag/AgCl_(sat), con el cual nos permite apreciar que P_{VC1} puede relacionarse a compuestos adsorbidos posterior al proceso de barrido en sentido positivo, podemos apreciar que la intensidad de corriente disminuye a medida que incrementa el tiempo de maduración de la bebida (Tabla 1). Por otra parte, la corriente asociada al P_{VC2} incrementa a medida que incrementa el tiempo de maduración de la bebida, por lo cual es posible asociar a reacciones de oxidación de compuestos orgánicos volátiles tales como alcoholes superiores, esterres y aldehídos (Tabla 1).

A fin de corroborar los resultados anteriores se realizaron estudios de voltamperometría de pulso diferencial siguiendo la metodología descrita en los apartados anteriores. Mediante esta técnica es posible pre concentrar las especies descritas en la Tabla 1. Se concluye que mediante esta técnica es posible determinar dos nuevos picos a 0.36 ± 0.03 V (P_{DPV1}) y 0.56 ± 0.02 V (P_{DPV2}) vs. Ag/AgCl_(sat), respectivamente, en los cuales se ve un incremento de corriente llegando a relacionar de manera preliminar con las concentraciones escritas con los estudios de cromatografía previamente reportados en la Tabla 1.

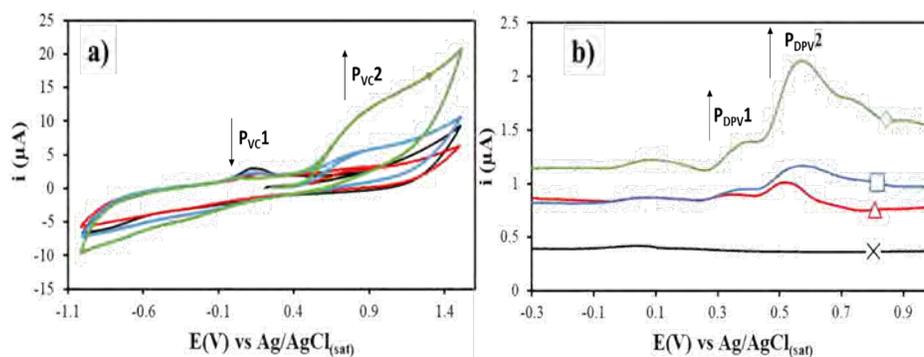


Fig. 2. Caracterización electroquímica: (a) Voltamperometría cíclica ($V=100$ mV/s a una ventana de potencial -1 a 1.5 V vs Ag/AgCl_(sat)) y (b) Voltamperometría de pulso diferencial ($V=10$ mV/s, paso de 5 mV y amplitud de 50 mV) para muestras de Tequila 100% agave clase: x blanco, Δ reposado, \square añejo y \diamond extra añejo.

CONCLUSIONES

Es posible el uso de voltamperometría cíclica y de pulso diferencial como técnica analítica auxiliar para asegurar la calidad de muestras de Tequila 100% agave en todas sus clases. Mediante el uso de electrodos de óxido de grafeno es posible analizar la bebida sin necesidad de un pretratamiento de la muestra. Los estudios de voltamperometría muestran que existen reacciones de oxidación a 0.36 V vs. Ag/AgCl(sat) y a 0.56 V vs. Ag/AgCl(sat) asociándose de manera preliminar a la concentración de compuestos orgánicos presentes en la bebida determinadas por cromatografía de gases.

El presente estudio de investigación muestra información fundamental útil para el desarrollo de sensores electroquímicos útiles para evaluar la calidad de Tequila 100% agave de manera rápida e in situ.

BIBLIOGRAFÍA

1. Diario Oficial de la Federación, M. NOM-006-SCFI-2012. Norma Oficial Mexicana: Bebidas Alcohólicas-Tequila-Especificaciones.; Mexico City, Mexico, 2012.
2. Fonseca-Aguñaga, R.; Warren-Vega, W. M.; Miguel-Cruz, F.; Romero-Cano, L. A. *Molecules* **2021**, *26*, 1719.
3. Diario Oficial de la Federación, M. NMX-V-005-NORMEX-2018, Bebidas Alcohólicas-Determinación de Aldehídos, Ésteres, Metanol, y Alcoholes Superiores-Métodos En Ensayo (Prueba); Mexico City, Mexico, 2020.
4. Diario Oficial de la Federación, M. NMX-V-004-NORMEX-2018 – Bebidas Alcohólicas – Determinación de Furfural- Métodos de Ensayo (Prueba); Mexico City, Mexico, 2020.
5. Guerrero-Contreras, J.; Caballero-Briones, F. *Mater. Chem. Phys.* **2015**, *153*, 1–12.
6. Hummers Jr., W. S.; Offeman, R. E. *J. Am. Chem. Soc.* **1958**, *80*, 1339.
7. Zhao, F.; Wang, F.; Zhao, W.; Zhou, J.; Liu, Y.; Zou, L.; Ye, B. *Microchim. Acta* **2011**, *174*, 383–390.
8. Gaidukevic, J.; Aukstakojyte, R.; Navickas, T.; Pauliukaite, R.; Barkauskas, J. *Appl. Surf. Sci.* **2021**, *567*, 150883.
9. (Alkhouzaam, A.; Qiblawey, H.; Khraisheh, M.; Atieh, M.; Al-Ghouti, M. *Ceram. Int.* **2020**, *46*, 23997–24007.
10. López-Díaz, D.; López Holgado, M.; García-Fierro, J. L.; Velázquez, M. M. *J. Phys. Chem. C* **2017**, *121*, 20489–20497.

CISQM-SC-QF01

Amaranto: proteínas de reserva y sus propiedades benéficas para la salud

Alejandro Fajardo De La Rosa¹, *Eduardo Bárzana García¹, *Oscar Hernández Meléndez¹, María Inés Nicolás Vázquez², José Manuel Saniger Blesa³

¹Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.

²Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Campo 1, Universidad Nacional Autónoma de México.

³Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología, Universidad Nacional Autónoma de México.

RESUMEN

Las semillas de amaranto poseen un alto valor nutricional y diversas propiedades que mejoran la salud humana. La hidrólisis de las proteínas presentes en esta semilla libera péptidos con una variedad de funciones biológicas. En las proteínas de reserva se encuentran diversos péptidos con capacidad de inhibir diferentes tipos de enzimas. Entre los péptidos bioactivos más representativos se encuentran inhibidores de la Enzima Convertidora de Angiotensina y de la enzima Dipeptidil Peptidasa IV. Se ha confirmado la presencia en amaranto de péptidos con diversas propiedades, entre ellas cáncer-preventivas. Además de su alto contenido de proteínas ricas en aminoácidos esenciales y la presencia de péptidos bioactivos, la semilla de amaranto es una fuente de compuestos con actividad antioxidante tales como la rutina. Extractos alcohólicos y acuosos de amaranto contienen compuestos fitoquímicos con propiedades antioxidantes, anti- diabéticas, anti-trombóticas, anti-diarreicas, entre otras, presentes en la semilla y la planta de amaranto.

CONGRESO INTERNACIONAL
de la Sociedad Química de México **2022**

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



**SÍNTESIS. TRAYENDO AL
MUNDO SUSTANCIAS
NUEVAS - SN**

CISQM-SN-CE01

Epoxidación de eugenol como punto de partida en la obtención de derivados 1,2,3-triazólicos

Carlos F. Alavez Ek¹, Edy H. Magil López¹, Maribel Rodríguez Aguilar¹, Alma K. Tzec Nahuat¹, Roger G. Cauich Kumul¹, Gonzalo J. Mena Rejón², Angel D. Herrera España¹

¹División de Ciencias de la Salud, UAEQROO. Av. Erick Paolo Martínez, Col. Magisterial, C.P. 77039, Chetumal, Quintana Roo, México.

²Facultad de Química, UADY, C. 43, Col. Inalámbrica, C.P. 97069, Mérida, Yucatán, México.
angel.herrera@uqroo.mx

RESUMEN

El eugenol es un derivado fenólico comúnmente encontrado en la esencia del clavo y que posee una amplia gama de actividades biológicas. Este producto de origen natural ha demostrado ser útil como material de partida en la síntesis de otros productos naturales, así como un importante bloque de construcción para la elaboración de compuestos funcionalizados bioactivos con alto grado de complejidad (e.g. quinolonas, isoquinolinas, cumarinas, isocromatos, cumarinas y triazoles). En el presente trabajo se describe la síntesis y caracterización por RMN-¹H y ¹³C de un derivado 1,2,3-triazólico de eugenol. El nuevo derivado se obtuvo a través de una secuencia de tres reacciones, iniciando con la epoxidación de eugenol y con un rendimiento global del 31 %.

INTRODUCCIÓN

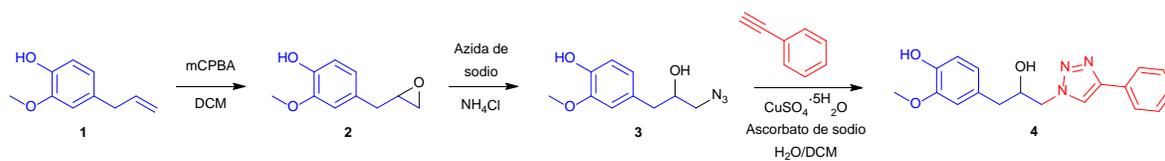
Los aceites esenciales son sustancias naturales que otorgan el aroma a algunas especies vegetales, estos compuestos suelen tener una gran variedad de actividades biológicas entre las que se incluyen la antimicrobiana, anestésica y neuroprotectora. [1] El eugenol es un aceite esencial con estructura fenil propanoide que se encuentra comúnmente en el clavo, nuez, canela y pimienta, y posee una amplia gama de propiedades farmacológicas que incluyen actividad anestésica, antioxidante, antimicrobiana, antiinflamatoria, anticancerígenos, neuroprotectora, hipolipidémica y antidiabética. [2-4] Adicionalmente, este producto natural ha sido utilizado en la elaboración de derivados sintéticos con un grado de complejidad estructural avanzada (e.g. quinolonas, isoquinolinas, cumarinas, isocromatos, cumarinas y triazoles), los cuales han demostrado una mejora en la actividad biológica respecto al producto inicial. [5-8]

Por otro lado, los compuestos triazólicos y sus derivados han sido ampliamente empleados en la producción de compuestos bioactivos, principalmente con actividad antimicrobiana, antifúngica y citotóxica. [9] Recientemente, describimos la obtención de un derivado triazólico del acetato de eugenol (AcEu). Este derivado se obtuvo mediante la generación de una bromohidrina sobre el doble enlace del AcEu, la posterior sustitución nucleofílica con azida de sodio y finalmente la reacción de cicloadición con fenilacetileno. [10] La baja regioselectividad en la producción de la bromohidrina correspondiente en el AcEu se vio reflejado en el bajo rendimiento global (21 %).

Con la finalidad de mejorar el rendimiento en la producción de compuestos heterocíclicos de eugenol, en el presente trabajo se describe la síntesis y caracterización de un derivado 1,2,3-triazólico, haciendo uso de la reacción de epoxidación como punto de partida.

METODOLOGÍA

La síntesis del derivado 1,2,3-triazólico de eugenol (**4**) se llevó a cabo mediante la ruta sintética presentada en el esquema 1.



Esquema 1. Ruta sintética para la obtención del derivado 1,2,3-triazólico de eugenol.

Síntesis del compuesto 2

A una disolución de eugenol (1.6 g, 10 mmol) en diclorometano (DCM) se agregó de forma lenta una disolución de m-CPBA (3.4 g, 20 mmol) en DCM, se mantuvo en agitación durante 90 minutos en un baño de hielo, y la reacción se siguió por cromatografía en capa delgada (ccd). La mezcla de reacción se trató con 25 mL de una disolución acuosa de NaHCO_3 al 10 % (x2) y 25 mL de agua destilada (x3), la fase orgánica se secó con Na_2SO_4 anhidro. El producto se purificó por cromatografía en columna empleando mezclas de acetato de etilo y hexano como fase móvil. El producto se obtuvo como un aceite amarillo (0.8 g, 44.4 %).

Síntesis del compuesto 3

A una disolución del compuesto **2** en etanol (0.8 g, 4.44 mmol), se añadieron 0.36 g de cloruro de amonio (6.7 mmol) y 0.72 g de NaN_3 (11.1 mmol). La mezcla se mantuvo a reflujo durante 4 horas. La reacción fue evaluada por ccd. Posteriormente, se evaporó el etanol y se añadieron 25 mL de acetato de etilo y 25 mL de agua destilada, la fase orgánica se lavó con 25 mL de salmuera (x2) y se secó con Na_2SO_4 anhidro. El producto se obtuvo como un aceite amarillo (0.93 g, 94.6 %) y fue empleado posteriormente sin purificación.

Síntesis del compuesto 4

El compuesto **3** (0.93g, 4.2 mmol) se disolvió en DCM y se le añadieron 0.22 g de ascorbato de sodio disueltos en agua (1.1 mmol), 0.472 g de fenilacetileno (4.6 mmol) y 0.1 g de sulfato de cobre pentahidratado (0.4 mmol). La reacción se mantuvo en agitación durante dos horas. A la mezcla de reacción se le añadió agua/DCM (1:1), y la fase orgánica se lavó con 20 mL de agua destilada (x2) y se secó con Na_2SO_4 anhidro. El producto se purificó por cromatografía en columna empleando mezclas de acetona y hexano como fase móvil. El producto se obtuvo como un sólido blanco (1.0 g, 73.8 %).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A partir de la epoxidación del eugenol y siguiendo la ruta sintética planteada en el esquema 1 fue posible la obtención del derivado 1,2,3-triazólico **4** con un rendimiento global de 31 %. De esta manera se mejoró en un 48 % el rendimiento químico obtenido previamente. [10]

El derivado **4** fue caracterizado por RMN- ^1H y ^{13}C , así como por experimentos DEPT-135 y 90. En el espectro de RMN ^1H se observan las señales de los nueve protones correspondientes a los tres anillos aromáticos. El protón en posición 8 se observó a 4.45 ppm, mientras que los metilenos en posición 7 y 9 se observaron a 2.70 y 4.21 ppm, respectivamente.

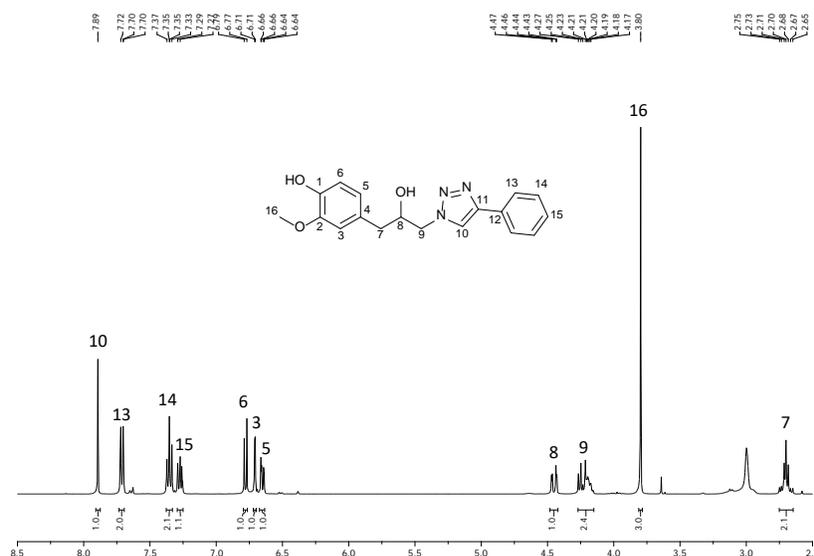


Fig. 1. Espectro de RMN ^1H del compuesto 4 (400 MHz, $\text{CDCl}_3/\text{CD}_3\text{OD}$).

En los espectros de RMN ^{13}C , DEPT-135 y DEPT-90 se observaron 16 señales asignadas a los 18 átomos de carbono presentes en la estructura del compuesto 4: un metilo, dos metilenos, 10 metinos y cinco carbonos cuaternarios (Fig. 2). En la región de carbonos alifáticos se observaron las señales correspondientes a los carbonos en las posiciones 7, 8 y 9 a 40.6, 71.2 y 55.2 ppm, respectivamente; así como la señal del grupo metoxilo en posición 16 a 55.8 ppm.

La asignación de las señales en los espectros de RMN ^1H y ^{13}C se llevó a cabo por comparación con los datos reportados para el eugenol y otros derivados relacionados estructuralmente. Para una asignación inequívoca de las señales del derivado 4 se requiere de experimentos adicionales, tales como experimentos de RMN-2D.

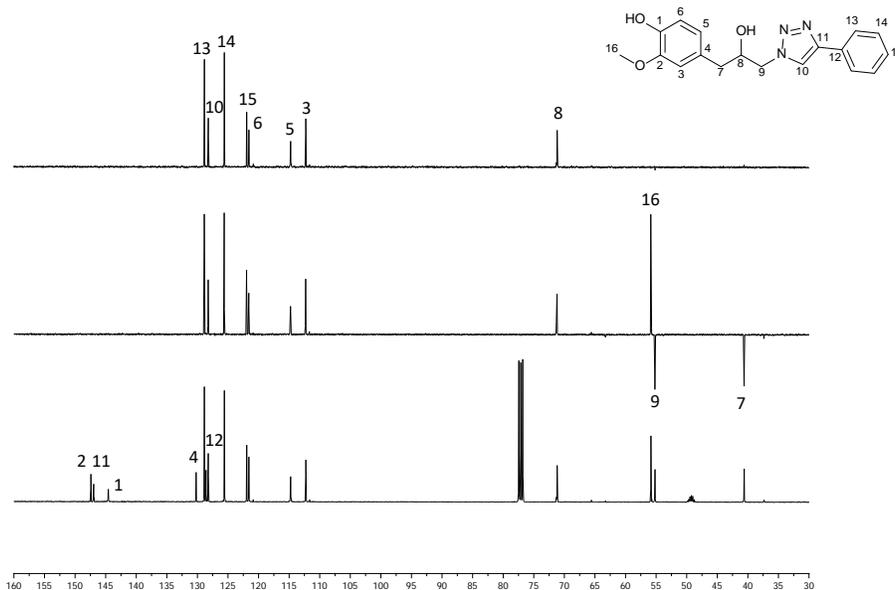


Fig. 2. Espectro de RMN ^{13}C , DEPT 135 y 90 del compuesto 4 (100 MHz, $\text{CDCl}_3/\text{CD}_3\text{OD}$).

CONCLUSIÓN

En conclusión, se obtuvo un derivado 1,2,3-triazólico de eugenol mediante una secuencia de tres reacciones, iniciando con la epoxidación de eugenol. El producto se obtuvo con un rendimiento global del 31 %, mejorando el rendimiento químico obtenido previamente en un derivado análogo de AcEu.¹⁰ El compuesto fue caracterizado por RMN ¹H, ¹³C y experimentos DEPT 135 y 90. La obtención de este derivado ofrece una nueva alternativa para la generación de nuevos derivados heterocíclicos de eugenol con potenciales actividades biológicas.

BIBLIOGRAFÍA

1. López-Luengo, M. T. *Offarm* **2004**, *23*, 88–91.
2. Khalil, A. A.; Rahman, U. U.; Khan, M. R.; Sahar, A.; Mehmood, T.; Khan, M. *RSC Adv.* **2017**, *7*, 32669–32681.
3. Rajput, J. D.; Bagul, S. D.; Pete U. D.; Zade, C. M.; Padhye, S. B.; Bendre, R. S. *Mol Divers.* **2018**, *22*, 225–245.
4. Rietjens, I. M. C. M.; Cohen, S. M.; Fukushima, S.; Gooderham, N. J.; Hecht, S.; Marnett, L. J.; Smith, R. L.; Adams, T. B.; Bastaki, M.; Harman, C. G.; Taylor, S. V. I. *Chem. Res. Toxicol.* **2014**, *27*, 1092–1103.
5. T. B. de Souza, I. S. Caldas, F. R. Paula, C. C. Rodrigues, D. T. Carvalho, D. F. Dias. *Chem. Biol. Drug Des.* **2020**, *95*, 124–129.
6. Oubella, A.; Taia, A.; Byadi, S.; Lahcen, M. A.; Bimoussa, A.; Essaber, M.; Podlipnik, C.; Morjani, H.; Itto, M. Y. A.; Aatif, A. *Biomol. Struct. Dyn.* **2022**, DOI:10.1080/07391102.2022.2037466.
7. de Souza, T. B.; Raimundo, P. O. B.; Andrade, S. F.; Hipólito, T. M. M.; Silva, N. C.; Dias, A. L. T.; Ikegaki, M.; Rocha, R. P.; Coelho, L. F. L.; Veloso, M. P.; Carvalho, D. T.; Días, D. F. *Carbohydr. Res.* **2015**, *410*, 1–8.
8. dos Santos, T.; Coelho, C. M.; Elias, T. C.; Siqueira, F. S.; Nora, E. S. S. D.; de Campos, M. M. A.; de Souza, G. A. P.; Coelho, L. F. L.; Carvalho, D. T. *J. Braz. Chem. Soc.* **2019**, *30*, 1425–1436.
9. Aouad, M. R.; Soliman, M. A.; Alharbi, M. O.; Bardaweel, S. K.; Sahu, P.K.; Ali, A. A.; Messali, M.; Rezki, N.; Al-Soud, Y. A. *Molecules* **2018**, *23*, 2788.
10. Herrera-España, A. D.; Alavez-Ek, C. F.; Magil-López, E. H.; Rodríguez-Aguilar, M.; Tzec-Nahuat, A. K.; Cauch-Kumul, R. G.; Mena-Rejón, G.. *Rev. Mex. Inv. Prod. Nat.* **2022**, *1*, 192.

CISQM-SN-CP01

Use of Mander's reagent in the synthesis of oxoalkene nitriles

Alicia Elvira Cruz-Jiménez, Jeferson B. Mateus-Ruiz, J. Armando Luján-Montelongo*

Departamento de Química, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados (Cinvestav). Av. Instituto Politécnico Nacional 2508, Ciudad de México, 07360, México.
jalujanm@cinvestav.mx; alicia.cruz@cinvestav.mx

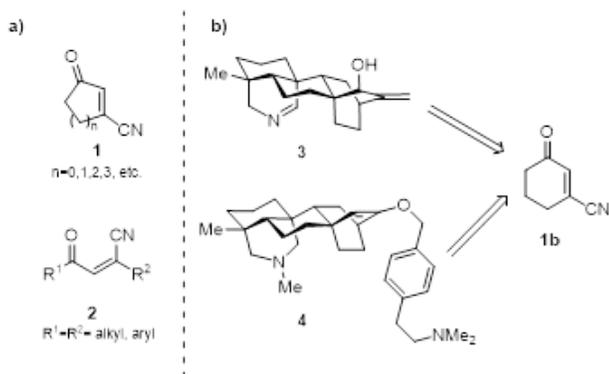
ABSTRACT

A novel methodology to access oxoalkene nitriles from 1,3-dicarbonyl compounds using ethyl and methyl cyanofornate (Mander's reagent) has been developed. Both reagents have been described as alcoxycarbonyl group donors. Interestingly, application of these reagents over 1,3-dicarbonyl compounds produced oxoalkene nitriles through deoxycyanation. Although this method was not general and the yield were low to moderate, this is the first time that both Mander's reagent and ethyl cyanofornate have been used for the deoxycyanation of 1,3-dicarbonyl compounds.



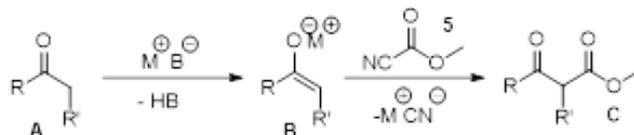
INTRODUCTION

Oxoalkene nitriles (e. g. **1**, **2**, scheme 1(a)) constitute an appealing class of compounds which have singular electrophilicity due to two electron attracting groups within their structure (carbonyl and cyano). [1] These compounds can be interconverted and functionalized through reduction, [2] alkylation reactions with Grignard reagents, [3] cycloaddition reactions, [4] among others. In addition, oxoalkene nitriles have emerged as structural foundations within the total synthesis of natural products. An example was reported by Ma et al., where two natural products: azitine (**3**) and navirin C (**4**), both with biological properties, were synthesized from 3-oxociclohex-1-ene-1-carbonitrile (**1b**, scheme 1(b)). [5]



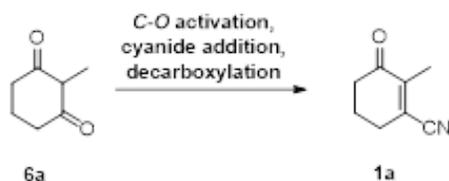
Scheme 1. (a) General structure of known cyclic and acyclic oxoalkene nitriles; (b) Two natural products (**3**, **4**) synthesized from oxoalkene nitrile **1b**.

Methyl cyanofomate, also known as Mander's reagent (**5**), is a carboxyl-donor compound bearing a cyano group as a leaving group. Therefore, the carbonyl is susceptible towards nucleophilic attacks, expelling cyanide, thus used in methoxycarbonylations of ketone-derived enolates (**B**), delivering β -ketoesters (**C**, Scheme 2). [6]



Scheme 2. Mander's reagent and its use in β -ketoester synthesis.

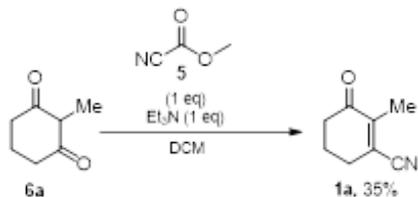
Although C-acylation is the most common use of Mander's reagent and other cyanofomates, other synthetic applications include cycloadditions, cyanohydrin synthesis, and β -enamino esters synthesis, [7] among others. Interestingly, seldom are the methodologies where cyanofomates are used for the installation of cyanide. [8] As we were interested in the preparation of 2-methyl-3-oxocyclohex-1-ene-1-carbonitrile (**1a**), and we envisioned its formation from an 1,3-dicarbonyl precursor (**6a**), here we present a direct synthesis of oxoalkene nitriles (scheme 3).



Scheme 3. Direct synthesis of oxoalkene nitriles from β -diketones (deoxycyanation approach).

METHODOLOGY

Early experimentation began with the syntheses of halogenated derivatives of 2-methylcyclohex-2-en-1-one and 2-methyl-1,3-cyclohexanedione,[9] followed by nucleophilic substitution using a variety of sources of cyanide (NaCN, KCN, TMSCN). [10] Unfortunately, reproducibility was an issue and low recovery of oxoalkene nitrile **1a** prevailed. An extensive experimental survey revealed methyl cyanofomate, when tested on 2-methyl-1,3-cyclohexanedione (**6a**), delivered satisfactory results as the target oxonitrilic product could be obtained (scheme 4). After obtaining the proof of principle for the deoxycyanation of **6a** using Mander's reagent, several 1,3-dicarbonylic substrates were essayed and mechanistic insight was elaborated through control experiments and *in silico* modeling.



Scheme 4. A successful, early, attempt to prepare oxoalkene nitrile **1a** using Mander's reagent.

RESULTS AND DISCUSSION

1,3-Cyclohexanedione (**6b**) was chosen as the probe, and equimolar Et₃N and methyl cyanofomate (**5**) were used. We were able to observe the formation of oxoalkene nitrile **1b**, which was obtained in 34 % yield as judged by its characteristic vinyl signal at 6.5 ppm in ¹H NMR. Subsequently, diverse conditions were explored, including the absence of base, acidic conditions, organic and inorganic bases, and the use of additives such exogenous cyanide source or DMAP, which was expected to interact with Mander's reagent and release cyanide.

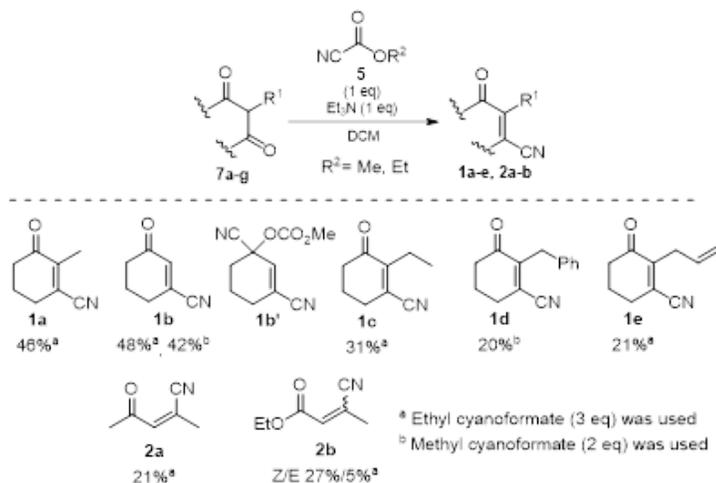
Table 1. Evaluation of different bases in the deoxycyanation reaction of 1,3-cyclohexanedione **4b**.

Entry	NCCO ₂ R (eq)	Base (eq)	Additive	Yield
1	NCCO ₂ Me (1.0)	Et ₃ N	-	34%
2	NCCO ₂ Me (1.0)	-	-	-
3	NCCO ₂ Me (1.0)	AcOH	-	-
4	NCCO ₂ Me (1.0)	CS ₂ CO ₃	-	15%
5	NCCO ₂ Me (1.0)	K ₂ CO ₃	-	traces
6	NCCO ₂ Me (1.0)	LiOH	-	traces
7	NCCO ₂ Me (1.0)	DIPEA	-	35%
8	NCCO ₂ Me (1.0)	Et ₃ N	DMAP (0.05)	25%
9	NCCO ₂ Me (1.0)	DIPEA	DMAP (0.05)	15%
10	NCCO ₂ Me (1.0)	Et ₃ N	TMSCN (0.1)	20%
11	NCCO ₂ Me (1.0)	Et ₃ N	TMSCN (0.1) TBAF (0.1)	traces
12	NCCO ₂ Me (1.0)	Et ₃ N	LiCl (0.1)	21%
13	NCCO ₂ Me (1.0)	TMP	-	14%
14	NCCO ₂ Me (1.0)	Piperidine	-	-
15	NCCO ₂ Me (1.0)	Bu ₃ N	-	9%
16	NCCO ₂ Me (1.0)	DBU	-	-
17	NCCO ₂ Me (1.5)	Et ₃ N	-	37%
18	NCCO₂Me (2.0)	Et₃N	-	42%
19 ^a	NCCO ₂ Me (3.0)	Et ₃ N	-	39%
20 ^a	NCCO ₂ Et (1.0)	Et ₃ N	-	31%
21 ^a	NCCO ₂ Et (2.0)	Et ₃ N	-	37%
22 ^a	NCCO₂Et (3.0)	Et₃N	-	48%
23	NCCO ₂ Et (4.0)	Et ₃ N	-	28%
24	NCCO ₂ Bn (2.0)	Et ₃ N	-	29%

^at= 6h

No reaction was observed under acidic conditions or without the presence of base (entries 2 and 3). Inorganic bases were not effective (entries 4 - 6), as **1b** was not observed or was detected as trace. Amine bases (entries 7 - 16) seemed convenient, although we were intrigued on their role as it has been reported that tertiary amines (e.g., Et₃N, DMAP) interact with cyanofomates to release cyanide. [11] The best result was observed with Et₃N and DIPEA

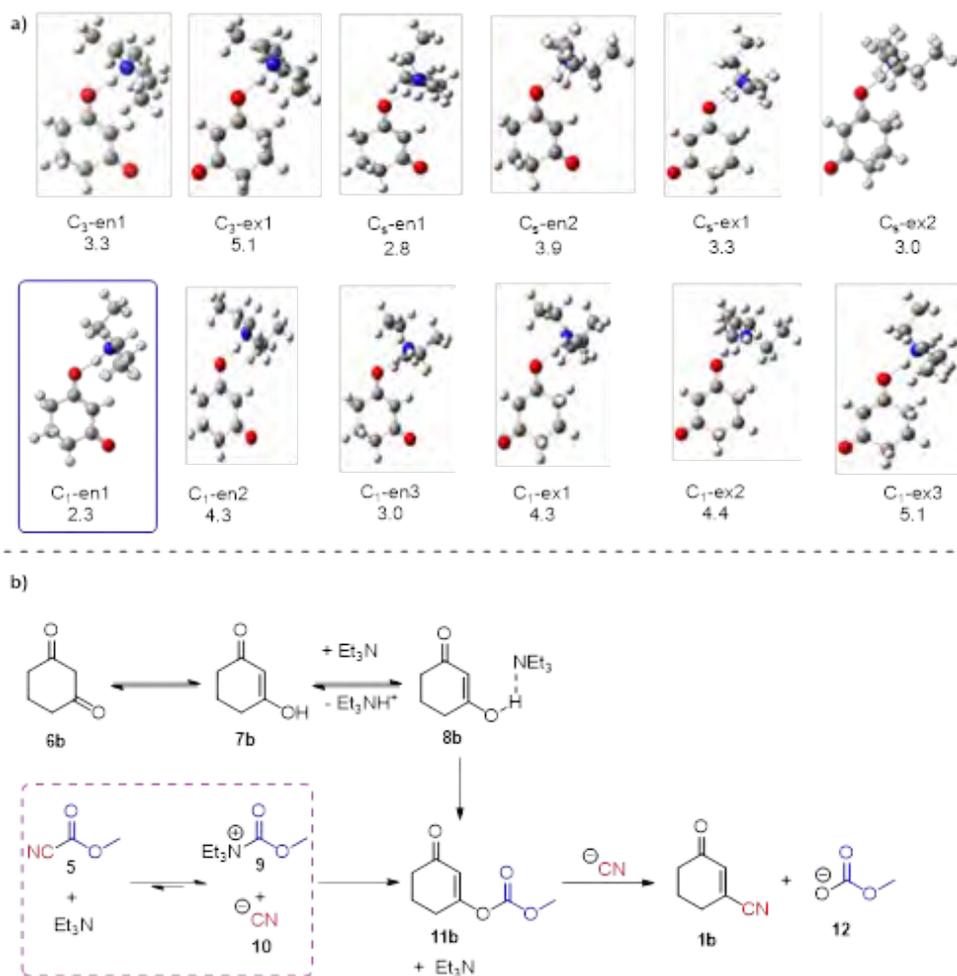
(entries 1 and 7). Interestingly, other non-nucleophilic bases such as DBU (entry 16) were not effective. Ethyl cyanofornate, a less expensive alternative to methyl cyanofornate, delivered higher yields compared to Mander's reagent when higher loads of both reagents were used (entries 17 to 23). This is attributed to ethyl cyanofornate increase resiliency towards decomposition with Et₃N, in comparison of methyl cyanofornate. [12] Reaction of tertiary amine bases with cyanofornates ejects cyanide, which is counterproductive as oxoalkene nitrile product evolves towards cyanohydrin derivative (**1b'**, see below). In contrast, benzyl cyanofornate was lower yielding (entry 24). Once the optimal condition for obtaining oxoalkene nitriles was achieved, diversification of various substrates was carried out to obtain a variety of cyclic and acyclic compounds (scheme 5).



Scheme 5. Products obtained through the deoxycyanation reaction.

Other substrates with larger α -substituents were less productive (as observed for **1c**, **1d** and **1e**). Additionally, oxoalkene nitrile such as 2-benzyl (**1d**) and 2-allyl (**1e**) required longer reaction times and heating (24 h and 40 °C) to achieve moderate yields. Selected acyclic substrates produced the corresponding oxoalkene nitrile; for example, acetylacetone stereoselectively yielded the expected oxoalkene nitrile **Z-1f** in 21 % yield whereas ethyl acetoacetate yielded **Z-1g** and **E-1g** oxoalkene nitrile in 27 % and 5 % yield respectively.

The first consideration for the unexpected absence of the C-methoxycarbonylation of probe **6b**, was the formation of a triethylamine-enol adduct **8**. Through *in silico* studies of this supramolecular array, all possible enolate adducts were modeled and optimized. Frequency analyses revealed that enolate C₁-en1 was almost 0.7 kcal/mol more stable than the least energy *exo* conformer (Cs-ex2) (scheme 6a). This *endo* shielding caused by the triethylammonium fragment, effectively prevents the system to evolve towards C-acylation, thus O-carboxymethylation would be more favored. This is followed by an addition-elimination step with cyanide to deliver the oxoalkene nitrile. As mentioned in previous paragraphs, another feature was the ability of Et₃N to interact with **5** to form the [Et₃NCOOMe]⁺CN⁻ adduct (**9**, **10**). This adduct would serve also for the formation of **11** and evolution towards **1b**. (scheme 6**b**).



Scheme 6. (a) Enol cyclohexanodione-Et₃N adducts: all stable conformers and relative free energies in kcal/mol (M06-2X/6-311+G(2d, p) theory level); (b) Mechanistic proposal for the deoxycyanation of 1,3-dicarbonyl compounds using Mander's reagent and Et₃N.

CONCLUSIONS

The first direct deoxycyanation of 1,3-dicarbonyl compounds was unveiled by using alkyl cyanoformates, such as Mander's reagent and ethyl cyanoformate, to synthesize oxoalkene nitriles. [13] Although the present state of the method is mainly limited to 2-substitued-1,3-diketones, we believe this presents opportunities for further synthetic applications of alkyl cyanoformates. We are working on 2-functionalized 1-oxocycloalkenenitriles for further applications on synthetic campaigns.

ACKNOWLEDGMENT

This work was supported by Fondo SEP-Cinvestav 2018 (069), and Ciencia de Frontera 2019 (51493). The authors acknowledge the computing time granted by LANCAD and CONACYT in the Supercomputer Hybrid Cluster "Xihucoatl" at General Coordination of Information and Communication Technologies (CGSTIC) of CINVESTAV.

URL: <https://clusterhibrido.cinvestav.mx/>. ACJ wants to thank Conacyt (708711) and CINVSTAV for sponsorship to attend this conference.

REFERENCES

1. Fleming, F. F.; Iyer, P. S. *Synthesis* **2006**, 893-913; b) Lujan-Montelongo, J. A.; Lu, P.; Liu, W.; Fleming, F. F. *Chem. Eur. J.* **2013**, *19*, 8746-8750; d) Fleming, F. F.; Wei, G.; Steward, O. W. *J. Org. Chem.* **2008**, *73*, 3674-3679.
2. Fleming, F. F.; Iyer, P. S. *Synthesis*, **2006**, 2006, 893-913.
3. a) Fleming, F. F.; Wei, G.; Zhang, Z.; Steward, O. W. *J. Org. Chem.* **2007**, *72*, 5270-5275; b) Tietze, L. F.; Vock, C. A.; Krimmelbein, I. K.; Wiegand, J. M.; Nacke, L.; Ramachandar, T.; c) Gatz, C. *Chem. Eur. J.* **2008**, *14*, 3670-3679; d) Fleming, F. F.; Wei, G.; Zhang, Z.; Steward, O. W. *Org. Lett.* **2006**, *8*, 4903-4906.
4. a) Cantrell, T. S. *Tetrahedron*, **1971**, *27*, 1227-1237; b) Saito, I.; Shimoazono, K.; Matsuura, T. *J. Org. Chem.* **1982**, *47*, 4356-4358; c) Cavazza, M.; Guella, G.; Pietra, F. *Helv. Chim. Acta*, **1988**, *71*, 1608-1615; d) Umekubo, N.; Taniguchi, T.; Monde, K.; Hayashi, Y. *Asian J. Org. Chem.* **2021**, *10*, 3261-3265.
5. Liu, J.; Ma, D. A. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2018**, *57*, 6676-6680.
6. a) Mander, L.; Sethi, S. P. *Tetrahedron Lett.* **1983**, *24*, 5425-5428; b) Mander, L. N.; Shing, T. K. M.; Yeung, Y. Y.; Lujan-Montelongo, J. A. Methyl Cyanofornate. In *Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis*; Fuchs, P. L., Bode, J. W., Charette, A. B., Rovis, T., Eds.; John Wiley & Sons, Ltd: Chichester, **2018**.
7. Selected examples: a) Bosch, L.; Vilarrasa, J. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2007**, *46*, 3926-3930; b) Matcha, K.; Narayan, R.; Antonchick, A. P. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2013**, *52*, 7985-7989; c) Tian, S. K.; Deng, L. *J. Am. Chem. Soc.* **2001**, *123*, 6195-6196; d) Esmaeili, A. A.; Ghalandarabad, S. A.; Zangouei, M. *Tetrahedron Lett.* **2012**, *53*, 5605-5607; e) Iimori, T.; Nii, Y.; Izawa, T.; Kobayashi, S.; Ohno, M. *Tetrahedron Lett.* **1979**, *20*, 2525-2528; f) Veronese, A. C.; Gandolfi, V.; Longato, B.; Corain, B.; Basato, M. *J. Mol. Catal.* **1989**, *54*, 73-80.
8. a) Shimizu, T.; Hiranuma, S.; Hayashibe, S.; Yoshioka, H. *Synlett*, **1991**, 1991, 833-835, b) Shao, Y. D.; Tian, S. K. *Chem. Commun.* **2012**, *48*, 4899-4901; c) Hill, C. *Chem. Commun.* 1998, (22), 2467-2468; d) Abell, J. P.; Yamamoto, H. *J. Am. Chem. Soc.* **2009**, *131*, 15118-15119; e) Saravanan, S.; Khan, N. U. H.; Kureshy, R. I.; Abdi, S. H.; Bajaj, H. C. *ACS Catal.* **2013**, *3*, 2873-2880; f) Saravanan, S.; Sadhukhan, A.; Khan, N. U. H.; Kureshy, R. I.; Abdi, S. H.; Bajaj, H. C. *J. Org. Chem.* **2012**, *77*, 4375-4384; g) Kumar, P.; Saravanan, S.; Khan, N. U. H.; Hussain, F.; Singh, S. *Eur. J. Inorg. Chem.* **2014**, 2014, 5077-5083
9. Tietze, L. F.; Vock, C. A.; Krimmelbein, I. K.; Wiegand, J. M.; Nacke, L.; Ramachandar, T.; Islam, K. M. D.; Gatz, C. *Chem. Eur. J.* **2008**, *14*, 3670.
10. a) Lujan-Montelongo, J. A.; Fleming, F. F. *Org. Synth.* **2013**, *90*, 229; b) Audenaert, F.; De Keukeleire, D.; Vandewalle, M. *Tetrahedron* **1987**, *43*, 5593.

CISQM-SN-CP02

Autoensamble de una jaula molecular a partir de la condensación del ácido 2-formilfenilborónico, 1,3-diaminopropano y 2,3,6,7,10,11-hexahidroxitriifenileno

Angel D. Herrera España¹, Herbert Höpf², Hugo Morales Rojas^{2,*}

¹División de Ciencias de la Salud, Universidad Autónoma del Estado de Quintana Roo. Av. Erick Paolo Martínez, Col. Magisterial, C.P. 77039, Chetumal, Quintana Roo, México.

²Centro de Investigaciones Químicas, IICBA, Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Av. Universidad 1001, C.P. 62209, Cuernavaca, Morelos, México.

hugom@uaem.mx

RESUMEN

La condensación del ácido 2-formilfenilborónico, 1,3-diaminopropano y 2,3,6,7,10,11-hexahidroxitriifenileno en acetonitrilo condujo a la obtención de una jaula molecular con geometría prismática trigonal con buenos rendimientos. La jaula molecular fue caracterizada por FT-IR, EM-AR, RMN-¹H, ¹³C y ¹¹B. Adicionalmente, el análisis por difracción de rayos X de monocristal evidenció la inclusión de una molécula de nitrobenzono en el interior de la cavidad del macrociclo.

CISQM-SN-CP05

Síntesis, caracterización y acoplamiento molecular de *N*-4-[(4'-clorofenil)-tiazol-2-il]alquilamidas como inhibidores de *quorum sensing* en *Pseudomonas aeruginosa*

Sandra P. Coronado Tovar, Carlos Alcides Chávez Soriano, Alicia Reyes Arellano*

Departamento de Química Orgánica, Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN. Prolongación de Carpio y Plan de Ayala S/N, Casco de Santo Tomás, Azcapotzalco, 11340 Ciudad de México, México.

areyesarellano@yahoo.com.mx; sp.coronadotovar@gmail.com

RESUMEN

Quorum sensing es un mecanismo por el cual, bacterias y hongos se comunican mediante semioquímicos, que, en respuesta a la fluctuación celular, inician la transcripción de genes específicos como la síntesis de factores de virulencia. Bacterias de importancia clínica como *Pseudomonas aeruginosa* utilizan este mecanismo con semioquímicos como las *N*- acil homoserin lactonas, por lo que la inhibición de este mecanismo resulta una estrategia terapéutica para atenuar la virulencia. En este estudio reportamos la síntesis de *N*-4-[(4'-clorofenil)-tiazol-2-il]alquilamidas como bioisómeros de las *N*- acil homoserin lactonas con rendimiento de buenos a muy buenos. El estudio de acoplamiento molecular mostró que los compuestos **1a-1c** en las proteínas LasR y MvfR presentan una mayor afinidad en el sitio de unión en comparación a su respectivo ligando endógeno. El compuesto **1c** presenta la mayor afinidad, con un valor de ΔG de -10.95 kcal/mol y -9.22 kcal/mol para LasR y MvfR respectivamente.

CISQM-SN-CP11

Reacción de adición Aza-Michael de arilaminas a maleimida facilitada en el DES cloruro de colina / ácido p-Toluensulfónico y agua

Abelardo Gutiérrez Hernández¹, Francisco Méndez Ruíz^{2*}, Claudia Araceli Contreras-Celedón^{1*}

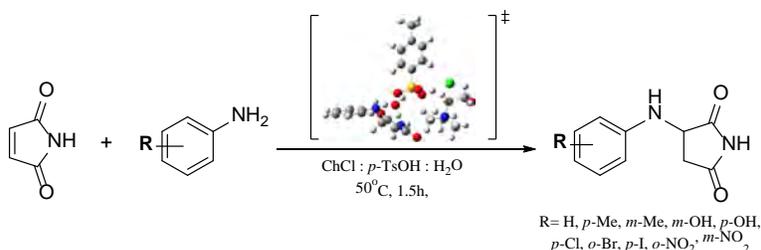
¹Instituto de Investigaciones Químico-Biológicas, Edificio B1, Ciudad Universitaria, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México.

²Departamento de Química, División de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, México D. F. 09340, México.

celedon@umich.mx; 1211407k@umich.mx

RESUMEN

Desde el punto de vista de la química sustentable, los disolventes son considerados un área estratégica, a raíz de esto, una serie de disolventes alternativos conocidos como Deep Eutectic Solvents (DESs) se han popularizado durante la última década, destacando frente a otros disolventes alternativos debido a su baja o nula toxicidad, versatilidad en su preparación, y propiedades catalíticas, dentro de estas ventajas, el papel de los DES como catalizadores sigue siendo un tema poco explorado, comprender las interacciones DES-sustrato que llevan a favorecer ciertas reacciones requieren un estudio multidisciplinario. En el presente trabajo, presentamos un estudio sistemático del DES cloruro de colina/ácido p-toluenosulfónico (ChCl:p-TsOH) y agua en la reacción de adición conjugada aza-Michael de arilaminas a maleimida. Los análisis espectroscópicos y teóricos avalan los buenos rendimientos mejorados en contraste con los obtenidos con disolventes orgánicos comunes. El objetivo de este trabajo es describir y justificar el papel del DES en la reacción de adición de aza-Michael que proporciona derivados de aminopirrolidin-2,5-dionas.



INTRODUCCIÓN

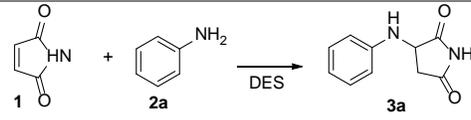
Los disolventes orgánicos son un recurso indispensable en la práctica química, y dado que la gran mayoría de los procesos sintéticos conocidos han sido llevados a cabo en medios líquidos, resulta difícil imaginar el desarrollo actual de la química sin disolventes, sin embargo, la gran mayoría de los disolventes conocidos son derivados del crudo, y por lo tanto son un recurso limitado, aunado a esto los grandes volúmenes utilizados diariamente, sobre todo en la práctica industrial, representan una fuente significativa de contaminación ambiental que repercute en buena medida en la calidad del aire, sumándose al efecto de las emisiones debidas al uso de combustibles fósiles, es por esto que los disolventes ocupan una posición estratégica en el marco de la química sostenible, y en respuesta a esta problemática surgieron los denominados disolventes neotéricos o alternativos, entre los cuales destacan los disolventes orgánicos de punto de fusión bajo (DES, por sus siglas en inglés). Los DES se han popularizado en la última década como medios de reacción en síntesis de compuestos orgánicos [1], sin embargo, es aún un área relativamente poco explorada, cada nueva metodología descrita utilizado alternativas a los

disolventes orgánicos comunes representa un aporte importante a la eventual transición a una química sostenible, es por eso que nos planteamos como objetivo realizar por primera vez un estudio sistemático del impacto de un DES en la reacción de adición aza-Michael de arilaminas a maleimida, esto nos permitió desarrollar una nueva metodología para la obtención de derivados pirrolidin-2,5-dionas en condiciones de reacción suaves y con buenos rendimientos, el trabajo experimental se complementa con un estudio *in silico* que nos brinda información valiosa respecto a las interacciones DES-sustrato que demuestran favorecer este tipo de reacciones.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Partiendo de la maleimida y anilina sin sustituyentes como reacción modelo, se realizaron una serie de ensayos a fin de seleccionar el mejor DES para llevar a cabo la reacción de adición aza-Michael (Tabla 1), los productos de reacción fueron identificados mediante RMN ¹H y ¹³C, FTIR y espectrometría de masas.

Tabla 1. Reacción de adición en diferentes DES.

	
DES	Rendimiento % de 3a
ChCl : Urea	35
ChCl : ZnCl ₂	50
ChCl : Ácido tartárico	60
ChCl : <i>p</i> -TsOH	55

Se probaron 4 diferentes DES, de los cuales se seleccionó el DES de cloruro de colina con ácido paratoluensulfónico (ChCl: *p*-TsOH), tomando en cuenta, además del rendimiento, la viscosidad, practicidad en la preparación y disponibilidad de las materias primas para su preparación. Una vez determinado el mejor DES se procedió a optimizar las condiciones de reacción, destacando la adición de agua como un factor clave para el aumento en el rendimiento de reacción, optimizadas las condiciones de reacción, se realizó un estudio comparativo de las mismas, empleando diferentes disolventes (Tabla 2)

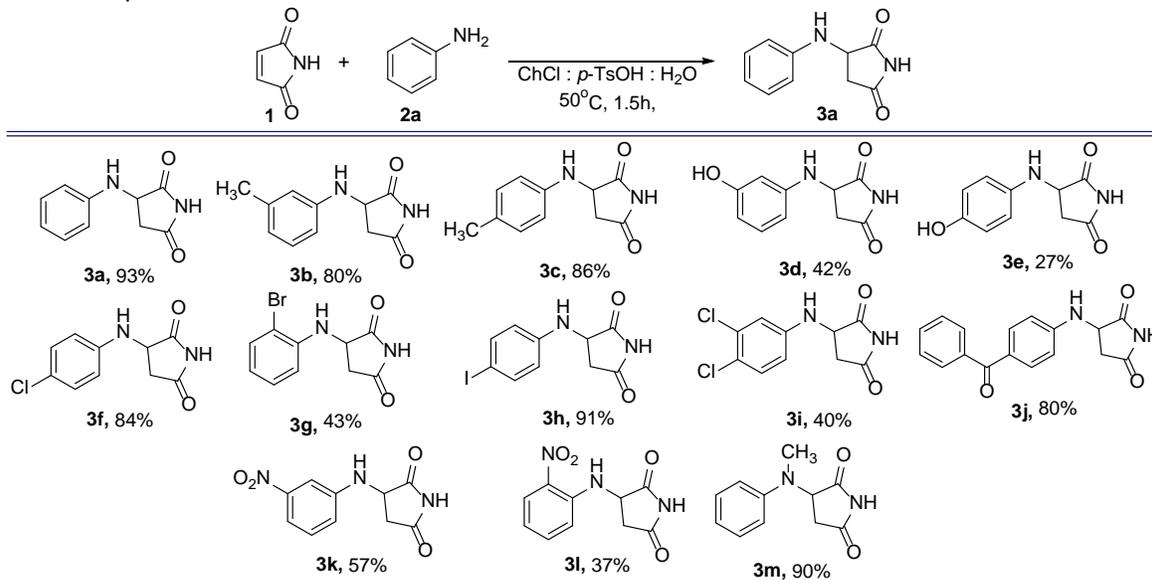
Tabla 2. Comparación de las condiciones de reacción optimizadas en otros disolventes.

Experimento	Disolvente	Condiciones de reacción	Rendimiento % de 3a
1	ChCl: <i>p</i> -TsOH: H ₂ O	50°C, 1.5h	93
2	ChCl: ZnCl ₂	50°C, 1.5h	61
3	ChCl: ácido tartárico	70°C, 1.5h	87
4	ChCl: urea	50°C, 1.5h	64
5	MeOH	60°C, 20h	21
6	THF	60°C, 20h	18
7	Tolueno	60°C, 20h	11
8	Ciclohexano	60°C, 20h	n. o. ^a

Como primer ensayo, los DES se utilizaron a su temperatura de preparación, por lo cual se consideró repetir el ensayo ahora a la temperatura optimizada para el DES ChCl:ZnCl₂, todos los DES probados mostraron un rendimiento superior al obtenido utilizando disolventes orgánicos comunes en condiciones de reacción similares.

Con las condiciones optimizadas, se procedió a evaluar el impacto de los sustituyentes en los rendimientos de reacción, los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Serie de pirrolidin-2,5-dionas obtenidas.



La nueva metodología empleando el DES mostró buenos resultados, cabe mencionar que el uso de agua como aditivo en los DES es una práctica común y tiene la finalidad de disminuir la viscosidad de la mezcla de reacción [2], sin embargo, en este caso impactó de forma muy positiva en el rendimiento de reacción. Experimentalmente esto sugiere que las interacciones DES-agua-sustrato favorecen la reacción de adición, lo cual nos llevó a explorar la superficie de energía potencial para obtener las propiedades cinéticas y termodinámicas de la reacción e identificar las estructuras, grado de participación e interacciones del sistema ChCl:p-TsOH:H₂O con el sustrato.

En la Fig. 1 se observan, el mecanismo general de reacción conocido y los perfiles de energía determinados para tres casos planteados en la reacción de adición (la reacción en ausencia del DES, la reacción en el DES y la reacción en el DES con agua), en los casos donde se utiliza el DES se observan las curvas de energía más bajas, y todas las especies son más estables que los reactivos, incluidos los estados de transición, por lo cual la reacción se ve tremendamente favorecida en estos sistemas, la adición de agua al sistema logra bajar aún más la curva, en la Fig. 2 se observa el caso más representativo del rol del agua, al disminuir la energía del estado de transición mediante la formación de un ciclo de seis miembros.

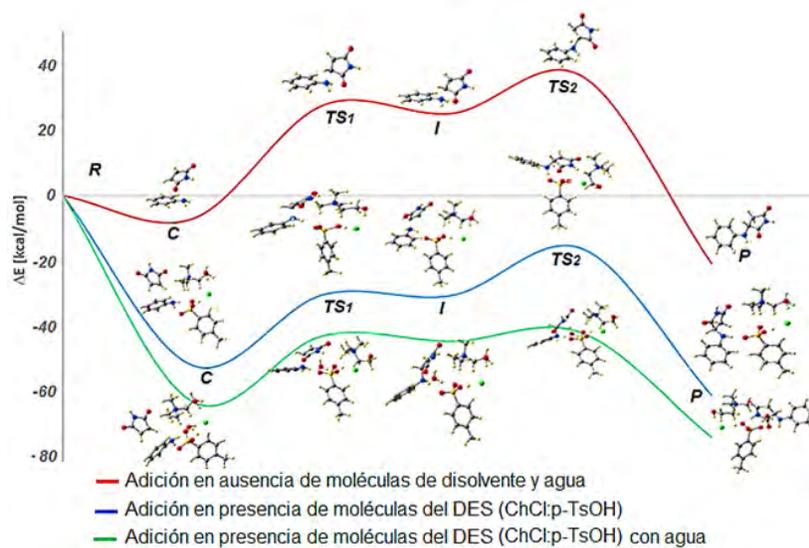


Fig. 1. Perfiles de energía para la reacción de adición.

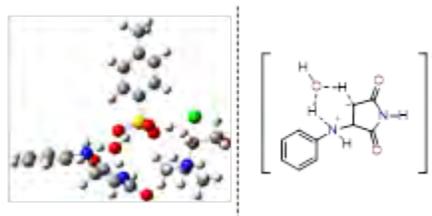


Fig. 2. TS2 Formado en presencia de agua.

CONCLUSIONES

El presente trabajo proporciona información experimental y teórica sobre las propiedades cinéticas, termodinámicas e interacciones entre el DES y los sustratos anilinas y maleimida en la reacción de adición aza-Michael, siendo el primer trabajo que describe de forma completa este DES en particular, la metodología planteada permite la obtención rápida de una gran variedad de aminopirrolidin-2,5-dionas.[3]

REFERENCIAS

1. Alonso, D. A.; Baeza, A.; Chinchilla, R.; Guillena, G.; Pastor, I. M.; Ramón, D. J. *Eur. J. Org. Chem.* **2016**,4, 612–632.
2. Gabriele, F.; Chiarini, M.; Germani, R.; Tiecco, M.; Spreti, N. *J. Mol. Liq.* **2019**, 291, 111301.
3. Gutiérrez-Hernández, A.; Richaud, A.; Chacón-García, L.; Cortés-García, C. J.; Méndez, F.; Contreras-Celedón, C. A. *J. Org. Chem.* **2021**, 86 (1), 223–234.

CISQM-SN-CP13

Síntesis de un alcohol propargílico derivado de acetofenona

Mario Alejandro López Castillejos¹, Gaspar Aké Uh¹, Rubén Marrero Carballo¹, Gumersindo Mirón López,²
Gonzalo Joaquín Mena Rejón², Rolando David Cáceres Castillo¹

¹Laboratorio de Química Farmacéutica, Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán. Calle 43, No. 613, Col. Inalámbrica. Mérida, Yucatán. C.P. 97255.

²Laboratorio de Resonancia Magnética Nuclear, Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán. Calle 43, No. 613, Col. Inalámbrica. Mérida, Yucatán. C.P. 97255.

marioqa97@gmail.com

RESUMEN

En este trabajo se presentan los resultados de la evaluación de diversas condiciones para la síntesis de un alcohol propargílico proveniente de la reacción entre fenilacetileno y la acetofenona, por desprotonación del primero con n-BuLi y tetrahidrofurano (THF) como disolvente a -78 °C. Se encontró que la adición de la acetofenona al medio, puede realizarse a temperaturas de -15 °C, con posterior tratamiento de la reacción realizando extracciones con acetato de etilo (AcOEt), lavados con NaHCO₃ y *brine*. Con este procedimiento fue posible la obtención del producto con un rendimiento superior al 90 %.

INTRODUCCIÓN

La familia de compuestos oxigenados, como lo son los alcoholes propargílicos, está presente en numerosos compuestos biológicamente activos, que incluyen alcaloides, feromonas, prostaglandinas o vitaminas, entre otros más. También se valoran como bloques de construcción para la síntesis de estructuras más complejas. [1] Una de las formas más comunes para realizar esta clase de compuestos es la adición nucleofílica de acetiluros metálicos a compuestos con grupos carbonilos o iminas, formando así un nuevo enlace C-C y un centro estereogénico en una sola transformación. Para esta reacción se ha reportado el uso de cantidades estequiométricas o en exceso de reactivos metálicos como organolíticos, organomagnésicos (reactivos de Grignard) y los dialquilzinc, esto con la finalidad de incrementar la nucleofilia del alquino y así promover dicha reacción. [2] Sin embargo, los compuestos carbonílicos de baja reactividad o solubilidad a -78 °C requieren el uso de catalizadores o condiciones adicionales para su transformación. Es por ello que en este trabajo, se evalúan las condiciones de esta reacción, utilizando un derivado de organolitio formado *in situ*.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Las reacciones susceptibles a humedad y aire se realizaron en material de vidrio seco por calentamiento y en atmósfera inerte de nitrógeno. El tetrahidrofurano (THF), disolvente utilizado para la reacción, fue seco por 72 horas usando malla molecular de 3 Å. Los análisis por cromatografía en capa delgada (CCD) se realizaron en cromatofolios de aluminio impregnados de gel de sílice F₂₅₄, con grosor de 0.25 mm marca Merck; empleando luz de ultravioleta (UV) de onda corta (254 nm) como agente revelador. Las purificaciones por columna cromatográfica emplearon gel de sílice marca Merck (malla 230-400) como fase estacionaria y como fase móvil mezclas de hexano (Hex) con acetato de etilo (AcOEt) o diclorometano (CH₂Cl₂).

Los espectros de resonancia magnética nuclear (RMN) se obtuvieron con un equipo Bruker Avance 400 con una sonda BBO de 5 mm a 25 °C, empleando CDCl₃ u otro disolvente deuterado adecuado. Los datos se presentan como desplazamiento químico (δ) en partes por millón (ppm) y las constantes de acoplamiento (J) se reportan en Hz.

La metodología general consistió en la desprotonación de un alquino terminal (fenilacetileno) utilizando *n*-BuLi en cantidades equimolares, con el fin de formar en THF, a baja temperatura (-78 °C, baño de acetona/CO₂(s)), el ion acetiluro para el ataque nucleofílico al grupo carbonilo de la acetofenona. Posteriormente, se adiciona una solución saturada de cloruro de amonio que permite detener la reacción y continuar con el tratamiento indicado [Fig. 1, Tabla 1].

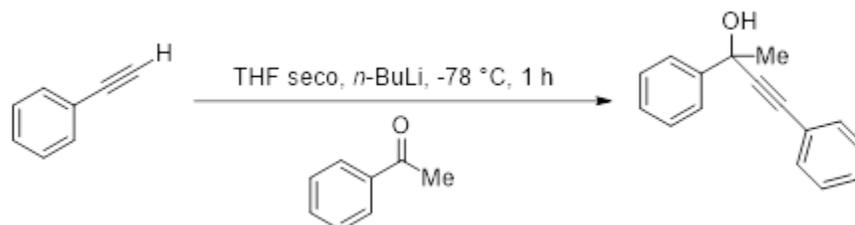


Fig. 1. Esquema de la síntesis del alcohol propargílico.

Tabla 1. Condiciones experimentales evaluadas para la síntesis del alcohol propargílico.

Entrada	Equivalente Reactivo		T. adición (°C)	Tiempo (h)	Tratamiento
	Fenilacetileno	<i>n</i> -BuLi			
1	2	2	-78	18-24	CH ₂ Cl ₂
2	2	2	-25	20	CH ₂ Cl ₂
3	2	2	-15	20	CH ₂ Cl ₂
4	2	2	-15	20	AcOEt, NaHCO ₃ y brine
5	3	3	-15	20	AcOEt, NaHCO ₃ y brine

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Las condiciones iniciales para la obtención del alcohol propargílico se muestra en la entrada 1, en este experimento se consideró una proporción de 2 equivalentes para ambos reactivos (fenilacetileno y *n*-BuLi) con respecto a la acetofenona (1 eq, 1.4 mmol). [3] Para esta entrada se realizó el monitoreo por CCD a tiempos de 15, 17, 20 y 24 horas, contabilizados a partir de haber terminado el goteo de la acetofenona al medio. En este, se observó un mínimo cambio en el consumo del sustrato durante el último intervalo. Posteriormente en el análisis por RMN-¹H en CDCl₃ del crudo de reacción, se observó una transformación de la acetofenona a alcohol propargílico del 55 %. La realización de una replica de estas condiciones permitió establecer la transformación con un rendimiento del 65 %.

El análisis se continuó con la finalidad de definir si un aumento en la temperatura de adición del carbonilo permitía la obtención del producto (Entrada 2). [4] Los compuestos de organolitio son relativamente estables al mantenerse a baja temperatura, y se ha reportado que su descomposición ocurre a una temperatura de 0 °C. [5] Es por esto que, se realizó una transición de -78 °C a -40 °C por 10 min, seguido del cambio hasta -25 °C. Para estas condiciones el crudo de reacción presentó una conversión del 94 %. Con este resultado, se decidió evaluar la adición a -15 °C (Entrada 3), manteniendo los demás parámetros de la reacción, encontrando una conversión del 98 %.

Hasta este punto, en todos los espectros obtenidos se había observado la aparición de un doblete no proveniente de alguno de los reactivos o disolventes empelados durante toda la reacción, además de una ligera degradación del producto (observado por CCD). Por lo que se decidió continuar con las condiciones de la entrada 4, en donde se busca reducir la acidez remanente de la adición del NH₄Cl realizando la extracción con AcOEt y lavados de la

fase orgánica con NaHCO_3 y *brine*. Adicionalmente, se aumentaron las cantidades empleadas de acetofenona a 4.5 mmol. Con estos cambios se encontró una transformación del sustrato del 98 %, acorde a lo observado en la $\text{RMN-}^1\text{H}$ del crudo de reacción. La purificación de este se realizó mediante una cromatografía en columna con gel de sílice y mezclas de Hex-AcOEt.

Finalmente se decidió evaluar el escalamiento de esta reacción a una escala de 7 mmol de sustrato. En esta, se decide realizar el incremento a 3 equivalentes de los reactivos, obteniendo una conversión del 97 %. Los rendimientos de estas dos últimas entradas son equiparables con aquellos reportados que emplean catalizadores de zinc, y mejores que los reportados con el empleo de reactivos de Grignard. [2, 3, 6] La purificación para esta entrada empleo mezclas eluyentes de Hex/ CH_2Cl_2 , obteniendo el producto con un rendimiento del 93%. Este cambio permitió confirmar la degradación ligera de este alcohol al exponerse a disolventes clorados.

La identificación del producto en los espectros de resonancia muestra, en el caso de ^1H , el cambio en el desplazamiento que sufre los hidrógenos en el grupo metilo (1) debido a la pérdida de la protección anisotrópica que otorgaba el grupo carbonilo [Figura 2]. Mismo efecto es observado para el carbono 2 de la acetofenona, quien sufre el ataque nucleofílico y se convierte en un carbono sp^3 . La comparación de los espectros nos permite ver en ambos casos la adición de los cinco hidrógenos del anillo aromático del ion acetiluro y sus respectivos carbonos involucrados, resaltando los presentados a 83.31 ppm y 95.11 ppm, que representan a los carbonos involucrados en el triple enlace.

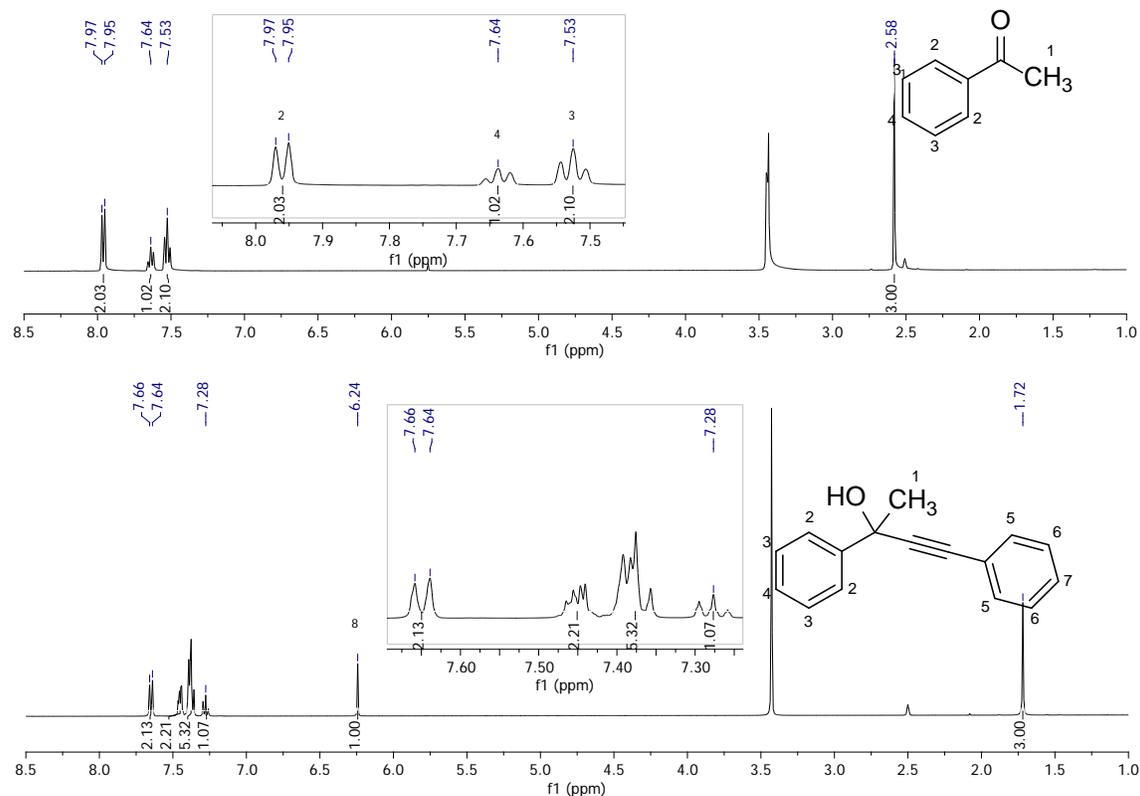


Fig. 2. Espectros de $\text{RMN-}^1\text{H}$ (DMSO-d_6 , 400 MHz) de la acetofenona y el alcohol propargílico correspondiente.

¹H RMN (400 MHz, DMSO-d₆): δ 1.72 (3H, s, CH₃), 6.24 (1H, s, -OH), 7.28 (2H, tt, *J* = 7.37 Hz), 7.35-7.41 (5H, m), 7.43-7.47 (2H, m) y 7.62-7.66 (2H, m).

¹³C RMN (100 MHz, DMSO-d₆): δ 34.23, 68.33, 83.31, 95.11, 122.82, 125.36, 127.58, 128.52, 129.01, 129.17, 131.74 y 147.16.

CONCLUSIONES

La formación de alcoholes propargílicos puede llevarse a cabo adicionando el sustrato carbonílico a temperaturas entre -25 °C y -15 °C, obteniendo buenos rendimientos. Así, el presente trabajo muestra la posibilidad de emplear temperaturas entre -25 y -15 °C, para adicionar los sustratos deseados, situación que resulta de utilidad para especies que presentaran baja solubilidad. El manejo de disolventes con una considerable acidez, como los disolventes clorados, puede producir una degradación minoritaria del alcohol propargílico. Con ello, alcoholes con mayor reactividad pudieran tener un mayor problema en este aspecto.

REFERENCIAS

1. González-Granda, S.; Méndez-Sánchez, D.; Lavandera, I.; Gotor-Fernández, V. *ChemCatChem*. **2020**, *12* (2), 520–527. <https://doi.org/10.1002/cctc.201901543>.
2. Ohshima, T. *4.19 To Catalytic Asymmetric 1,2-Alkynylation*; Elsevier Ltd., 2012; Vol. 4. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-095167-6.00418-3>.
3. Kotani, S.; Kukita, K.; Tanaka, K.; Ichibakase, T.; Nakajima, M. *J. Org. Chem.* **2014**, *79* (11), 4817–4825. <https://doi.org/10.1021/jo5005394>.
4. A. Morra, N.; L. Pagenkopf, B. *Org. Synth.* **2008**, *85*, 53–63. <https://doi.org/10.15227/orgsyn.085.0053>.
5. Midland, M. M.; Tramontano, A.; Cable, J. R. *J. Org. Chem.* **1980**, *45* (1), 28–29. <https://doi.org/10.1021/jo01289a006>.
6. Tanaka, K.; Kukita, K.; Ichibakase, T.; Nakajima, M. *ChemComm.* **2011**, *47*, 5614–5616. <https://doi.org/10.1039/c1cc10734h>.

CISQM-SN-CP14

Síntesis de benzo[b]carbazoldionas a partir de 1,4-naftoquinona en disolventes eutécticos

Juan Alberto López de León, Claudia Araceli Contreras Celedón

Instituto de Investigaciones Químico Biológicas de la UMSNH, Edificio B1, Ciudad Universitaria, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacán 58060, México. claudia.contreras@umich.mx; juan.lopez@umich.mx

RESUMEN

En este proyecto se propone una nueva estrategia de síntesis para la obtención de heterociclos benzofusionados en una reacción de dos pasos, partiendo de la 1,4-naftoquinona como materia prima a la cual se le realiza una reacción de aminación y posterior una ciclación oxidativa intramolecular bajo catálisis de paladio evitando el uso de compuestos orgánicos volátiles (COV) como disolventes y en cambio utilizando como medio de reacción un disolvente eutéctico profundo (DES) el cual presenta ventajas importantes al tratarse de disolventes químicamente verdes debido a su biodegradabilidad entre otras características.

INTRODUCCIÓN

El impacto ambiental que tienen las industrias sobre el medio ambiente y los recursos naturales ha sido considerable a tal grado que se ha convertido en uno de los grandes problemas que nos enfrentamos actualmente a nivel mundial. La mayoría de las reacciones en química orgánica sintética llevadas a cabo en procesos industriales y en laboratorios de investigación usan disolventes orgánicos volátiles, debido a que permiten disolver una amplia gama de compuestos orgánicos y pueden ser eliminados fácilmente gracias a su volatilidad. Sin embargo, los disolventes orgánicos son a menudo tóxicos, inflamables, no reciclables y, además, poseen capacidades caloríficas bajas. Es por ello que la química actual tiene un reto muy importante tanto en los laboratorios como en la industria y es el innovar procesos y desarrollar protocolos que permitan reducir o eliminar el uso de sustancias peligrosas así también con los residuos que se genera.

Por lo que en este proyecto de tesis se propone una estrategia de síntesis en la obtención de heterociclos benzofusionados mediante una reacción de ciclación oxidativa intramolecular utilizando un disolvente eutéctico profundo (DES) como medio de reacción, que es una estrategia de gran interés y representa muchas ventajas importantes en el proceso como pueden ser que son estables en un amplio rango de temperatura, no son inflamables, lo que lo hace más seguro para reacciones a altas temperaturas, son biodegradables y reutilizables en muchos de los casos por lo que este procedimiento de síntesis aporta aún más al desarrollo de nuevas estrategias de síntesis con un enfoque más comprometido con el medio ambiente.

ANTECEDENTES

Entre las diferentes clases de heterociclos de nitrógeno, los carbazoles están muy extendidos en la naturaleza. El interés de estos compuestos inició en 1964, cuando se descubrió que el 3-formil-1-metoxicarbazol (4) posea actividad antimicrobiana [1], este compuesto también conocido como murrayanina, ha sido aislado de la planta *Murraya koenigii*. En la actualidad se ha demostrado que los carbazoles poseen además una gran variedad de actividades biológicas, entre ellas están: antibacteriana, antifúngica, antiviral, antiinflamatoria y antitumoral [2].

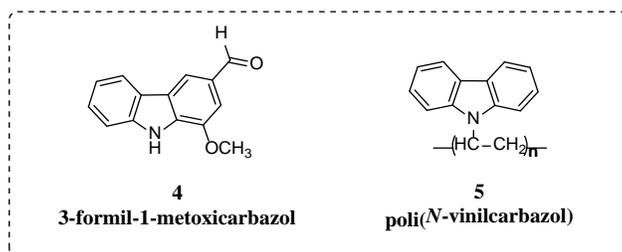


Fig. 1. Carbazoles con propiedades importantes.

Además, las moléculas de carbazol, debido a su estructura, presentan una intensa fluorescencia junto con una alta fosforescencia por exposición a la luz ultravioleta [3]. Debido a la característica de fluorescencia, los carbazoles son muy importantes como componentes de sensores de fluorescencia, siendo de interés para el diseño de marcadores fluorescentes de células de cáncer [4]. Luego que se descubriera que el compuesto poli(*N*-vinilcarbazol) (5) poseía propiedades fotoconductoras, fotoelectrónicas y electroluminiscentes. Desde entonces se han descrito otras propiedades tecnológicas relevantes para los derivados de carbazol, entre ellas como cromóforos con actividad óptica no lineal y fotorrefractivo [6].

La formación de enlaces C-C y C-heteroátomo normalmente se ha llevado a cabo a través de reacciones de acoplamiento catalizadas por metales de transición, las cuales son metodologías de suma importancia en la química orgánica moderna. Desde el descubrimiento de la reacción de Heck al término de la década de los años sesenta, se ha venido desarrollando una gran cantidad de reacciones de homoacoplamiento y acoplamiento catalizadas por metales de transición. Dentro de este tipo de reacciones hay una de especial interés y se encuentra entre los procesos más populares en la síntesis orgánica, las reacciones de acoplamiento por activación C-H catalizadas por paladio, ya que son reacciones donde el sustrato electrofílico no porta algún grupo saliente comúnmente usado y sin embargo se produce la activación de un enlace C-H que normalmente se encuentra situado en las proximidades de un grupo activante heteroatómico. Esto conduce a reacciones orgánicas útiles y han sido empleadas en infinidad de aplicaciones sintéticas, con un importante interés para la industria química y farmacéutica.

Este método se considera el más sostenible y directo para construir ya que evita el uso de reactivos organometálicos preformados que pueden ser sensibles al aire y a la humedad, caros y a menudo tóxicos. No obstante, una de las grandes desventajas que sigue habiendo en este tipo de reacciones de acoplamiento es el uso de disolventes altamente polares y tóxicos como puede ser la *N*, *N*-dimetilformamida, *N*-metil-2-pirrolidona y *N*, *N*-dimetilacetamida, es por ello que la elección del mejor disolvente sigue siendo un desafío para los químicos.

OBJETIVO GENERAL

1. Desarrollar una estrategia de síntesis de derivados de benzocarbazoldiona a partir de la naftoquinona como materia prima empleando como disolvente una mezcla eutéctica.

1.1. Objetivos particulares:

1.1.1. Elección del mejor disolvente eutéctico (DES) y determinación de las condiciones de reacción para llevar a cabo la aminación de la naftoquinona con anilina para obtener 2-fenilamino-1,4-naftoquinona **1a**.

1.1.2. Una vez optimizadas las condiciones de reacción se llevará a cabo la síntesis de una serie de derivados de 2-arilamino-1,4-naftoquinona utilizando arilaminas sustituidas con diferentes grupos funcionales.

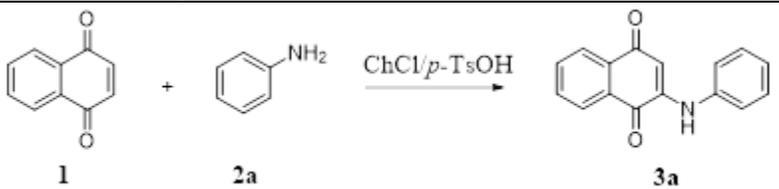
1.1.3. Elección del mejor disolvente eutéctico (DES) para la reacción de ciclación y optimización de la reacción.

1.1.4. Llevar a cabo la reacción de ciclación oxidativa de los derivados 2-arilamino-1,4-naftoquinonas para la síntesis de los correspondientes benzocarbazoldionas.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

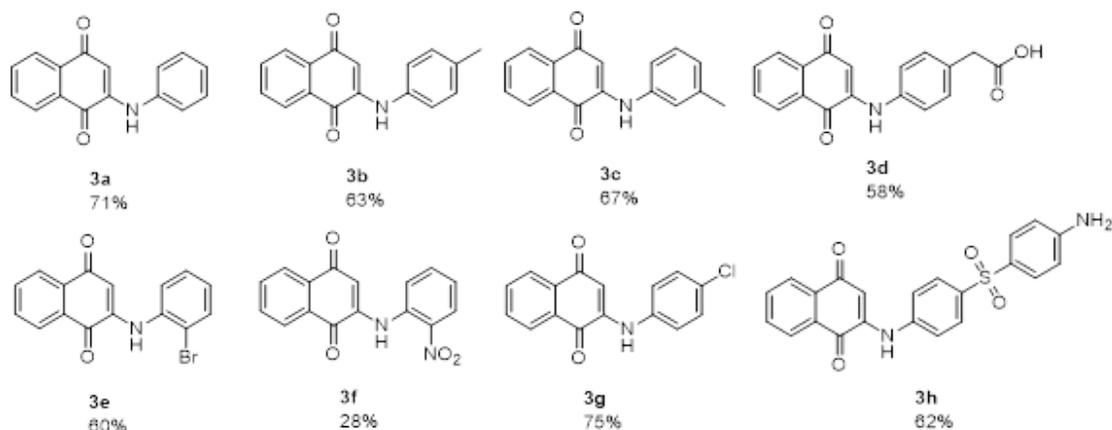
Para la primera etapa de este proyecto se inició con el estudio para determinar el disolvente adecuado para la reacción de aminación de la naftoquinonas. Para ello se sintetizaron diferentes disolventes eutécticos (DES) para ser usadas como medio de reacción. De los 4 sistemas de DES utilizados solo el DES ChCl/*p*-TsOH demostró ser el mejor disolvente para la obtención del producto de adición **3a**, el cual fue elegido como mejor disolvente para esta etapa. Una vez determinado el mejor DES para la reacción de aminación de la 1,4-naftoquinona **1** se continuó evaluando algunas variables como temperatura, tiempo y rendimiento obtenido del producto **3a**, los resultados se muestran en la tabla 1. Para la reacción modelo se usó 1,4-naftoquinona **1** y anilina **2a**.

Tabla 1. Condiciones de reacciones exploradas.

				
Entrada	Anilina 2a (Equiv.)	H ₂ O (mL)	Temperatura (°C)	3a (% rendimiento)
1	1	-	t.a.	Trazas
2	1	-	50	21
3	1	-	70	Trazas
4	1.5	-	50	37
5	2	-	50	71

Al usar temperatura en la reacción se observó la formación del producto **3a** (Entrada 2), sin embargo, al usar 70 °C se obtuvo trazas del producto, lo siguiente fue variar la concentración de anilina en los experimentos 4 y 5 donde se observó resultados positivos, en los dos casos hubo un incremento del rendimiento, no obstante, cuando se usaron 2 equiv. de anilina el rendimiento fue mucho mayor, logrando obtener un 71 % de rendimiento.

Por lo tanto, en este apartado se obtuvo las condiciones de reacción óptimas usando DES ChCl/*p*-TsOH como disolvente a una temperatura de 50°C y agitación magnética con 1 equiv. de naftoquinona **1** y 2 equiv. de anilina **2a** para la síntesis de 2-fenilamino-1,4-naftoquinona **3a**. Bajo estas condiciones de reacción se llevó a cabo la obtención de derivados de 2-arilamino-1,4-naftoquinonas (**3a–3h**, Esquema 1) empleando naftoquinona y diversas aminas aromáticas sustituidas.



Esquema 1. Derivados de 2-aramino-1,4-naftoquinonas sintetizadas.

Para la síntesis de benzocarbazoldionas **4** se inició con el estudio del DES más adecuado para la reacción de ciclación intramolecular a través de una activación C-H, la cual podría requerir de un catalizador de paladio para poderse llevar a cabo. Se realizó una serie de experimentos en 4 tipos de DES y para estos ensayos se usó el producto **3a** como materia prima, los resultados se muestran en la tabla 2.

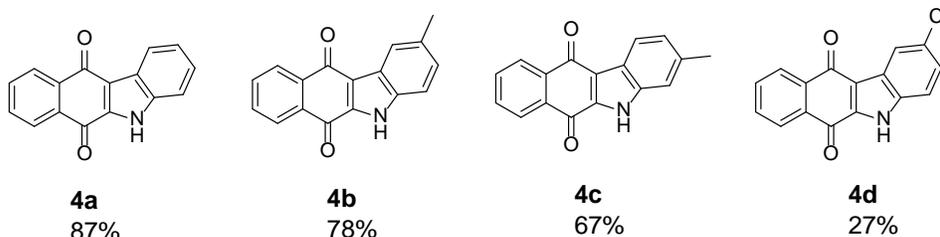
Tabla 2. Síntesis de **4a** en diferentes DES.

Entrada	DES	Pd(OAc) ₂ (Equiv.)	Cu(OAc) ₂ (Equiv.)	Temperatura (°C)	4a (% Rendimiento)
1	ChCl/Urea	-	-	130	n.d. ^a
2	ChCl/ZnCl ₂	-	-	130	n.d. ^a
3	ChCl/Ácido Tartárico	-	-	130	n.d. ^a
4	ChCl/ <i>p</i> -TsOH	-	-	130	n.d. ^a
5	ChCl/Urea	1	-	120	Trazas
6	ChCl/ZnCl ₂	1	-	120	22
7	ChCl/Ácido Tartárico	1	-	120	Trazas
8	ChCl/ <i>p</i> -TsOH	1	-	120	43
9	ChCl/ <i>p</i> -TsOH	0.5	1	120	51
10	ChCl/ <i>p</i> -TsOH	0.2	1	120	64
11	ChCl/<i>p</i>-TsOH	0.2	2	120	87
12	ChCl/ <i>p</i> -TsOH	0.1	1	120	32
13	ChCl/ <i>p</i> -TsOH	0.1	2	120	40

^aNo detectado

Los resultados obtenidos en estos ensayos demostraron que la reacción de ciclación intramolecular no fue posible en ausencia de Pd(OAc)₂ (Entradas 1-4). Cuando se usó Pd(OAc)₂ solo el DES ChCl/*p*-TsOH dio un resultado prometedor para la formación del producto **4a** por lo que fue el disolvente elegido también para esta etapa. Sin embargo se observó que al utilizar Pd(OAc)₂ como catalizador y Cu(OAc)₂ como cocatalizador en el disolvente elegido se obtuvieron buenos resultados en la obtención del producto ciclado **4a**, siendo una proporción de 0.2 equiv. de Pd(OAc)₂ y 2 equiv. de Cu(OAc)₂ el que genera un excelente rendimiento (Entrada 11).

Finalmente se realizó la reacción de ciclación oxidativa intramolecular en derivados de 2-amilamino-1,4-naftoquinona usando las mismas condiciones de reacción ya optimizadas y se logró obtener los derivados que aparecen en el esquema 2.



Esquema 2. Derivados de benzo[*b*]carbazol-6,11-dionas sintetizadas.

CONCLUSIONES

En este proyecto se logró desarrollar una nueva estrategia de síntesis en ausencia de bases y ligandos para la obtención de derivados de benzo[*b*]carbazol-6,11-dionas, ya que fue posible llevar a cabo la adición de aminas aromáticas a 1,4-naftoquinonas utilizando DES como medio de reacción. Además, se logró la utilización de las aminonaftoquinonas obtenidas como precursores en la síntesis de benzo[*b*]carbazoldionas, logrando desarrollar una nueva estrategia de síntesis utilizando DES como medio de reacción, por lo que lo hace un procedimiento totalmente nuevo como alternativa al uso de los disolventes volátiles comunes.

REFERENCIAS

1. Chakraborty, D. P., Barman, B. K., & Bose, P. K. *Sci. Cult.* **1964**, *30*, 445.
2. Sridharan V., Martín M. A., & Menéndez J. C. *Eur. J. Org. Chem*, **2009**, 4614-4621.
3. Herz, W., Grisebach, H., Kirby, G. W., Steglich, W., & Tamm, C. *Springer-Verlag*, **2003**, *85*, 125.
4. Chan, C.C.; Kuo, I. K.; Lin, J.J.; Lu, Y.-C.; Chen, C.-T.; Back, H.-T.; Lou, P.-J.; Chang, T.-C. *Chem. Biodivers.* **2004**, *1*, 1337.
5. Sridharan, V., Martín, A.M., Menéndez, J.C. *Synlett.* **2006**, *15*, 2375-2378.

CISQM-SN-CP15

Apertura de sapogeninas 23-espirostánicas promovida con TiCl_4

Jesús Enrique Cortes-Cruz¹, Alejandro Corona-Díaz¹, J. Pablo García-Merinos¹, J. Betzabe González-Campos¹,
Judith A. Aviña-Verduzco¹, Rosa Santillan², Yliana López^{1*}

¹Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Edificio B-1, Ciudad Universitaria, Morelia, Mich., C.P. 58030, México.

²Departamento de Química, CINVESTAV-IPN, 07360, México, D. F.

yliana.lopez@umich.mx

RESUMEN

Las sapogeninas espirostánicas son consideradas como estructuras prometedoras debido a sus diferentes propiedades farmacológicas, biológicas e importancia a nivel industrial para la síntesis de hormonas esteroidales. La reactividad de estos compuestos frente a diferentes condiciones ácidas ha sido objeto de estudio desde hace varios años por nuestro grupo de trabajo, [1, 2] esto debido a su facilidad para formar diferentes esteroides de estructura novedosa y con potencial actividad biológica, también hemos reportado que, dependiendo del tipo de ácido, estos espirostános tienden a formar productos con diferentes rearrreglos en la cadena lateral. Es por ello que en el presente trabajo se describen los resultados obtenidos de la apertura espirocetálica con el ácido de Lewis TiCl_4 , de los 22-oxo-23-espirocetales previamente sintetizados a partir de sapogeninas espirostánicas de la serie 25R.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años ha existido el interés de estudiar la apertura selectiva de los anillos E y F de las sapogeninas esteroidales, esto con la finalidad de obtener nuevos derivados esteroidales biológicamente interesantes. [3] En nuestro grupo de trabajo se ha demostrado que el tratamiento de las sapogeninas espirostánicas con distintos ácidos de Lewis o de Brønsted-Lowry o incluso variando equivalentes de un mismo ácido, producen diferentes compuestos, algunos análogos a otros esteroides de origen natural con actividades biológicas, como, anti-inflamatoria, antifúngica, antitumoral, hipoglucémicas, entre otras. También se ha demostrado que la regioselectividad de los anillos E y F de las sapogeninas de la serie 25R y 25S, presenta una tendencia muy marcada frente a condiciones de apertura con distintos ácidos de Lewis. [4] Con base en lo anterior se decidió explorar la reactividad de los 22-oxo-23-espirocetales 1-4 de la serie 25R frente a la apertura con TiCl_4 .

MÉTODOS

Los espectros de infrarrojo (IR) se determinaron en un espectrómetro Thermo Scientific Nicolet iS10 usando reflectancia total atenuada ($\bar{\nu}$, cm^{-1}). Los puntos de fusión se determinaron en un aparato Fisher-Scientific y Fisher-Johns y no están corregidos. Los espectros de Resonancia Magnética Nuclear de (^1H , ^{13}C , DEPT, HSQC, COSY, NOESY y HMBC) se determinaron en los espectrofotómetros Varian Mercury Plus 400 y Bruker Acend 400 MHz y Bruker Avance 400 MHz. Los desplazamientos químicos (δ) se expresan en (ppm) y las constantes de acoplamiento (J) se describen en Hertz (Hz), utilizando tetrametilsilano (TMS) como referencia interna para ^1H y ^{13}C . Todas las muestras fueron disueltas en CDCl_3 . Los espectros de masa alta resolución (HRMS) fueron adquiridos en un espectrómetro Agilent Technologies, modelo 1100 acoplado a un cromatógrafo de gases TOF con una fuente APCI. Los reactivos se adquirieron de la casa comercial Sigma-Aldrich.

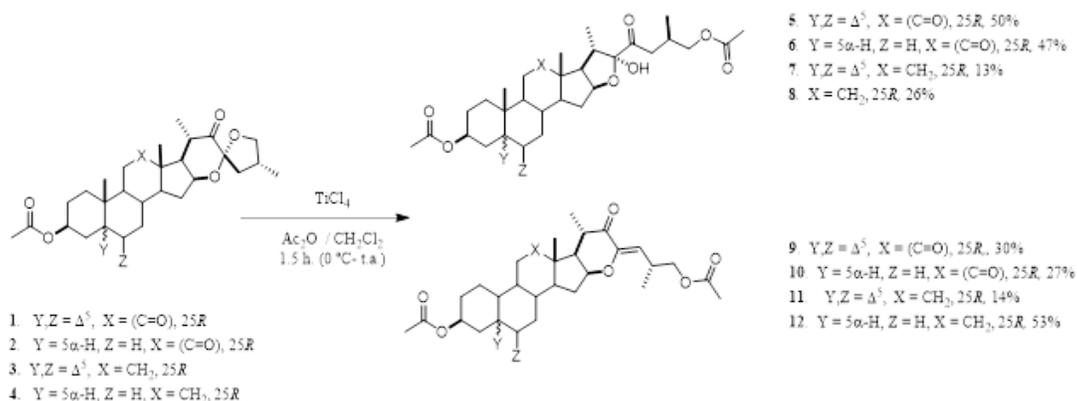
El seguimiento de las reacciones se llevó a cabo por medio de cromatografía en capa fina (CCF), utilizando cromatoplasmas (4 cm x 3 cm) de gel de sílice de 0.2 mm de espesor soportado en placas de aluminio, provistos además de un factor de revelado F254 usando como fase móvil Hexano/AcOEt (7:3). El revelado de las

cromatoplacas se realizó con una lámpara de luz ultravioleta a 254 nm, también con una solución de H₂SO₄/agua (30 % V/V).

La purificación de los productos obtenidos se realizó mediante cromatografía en columna, empacadas con gel de sílice grado (70-230 Mesh).

RESULTADOS

Se llevó a cabo la apertura espirocetálica de los 22-oxo-23-espirocetales (**1**, **2**) con TiCl₄ mediante las condiciones de reacción mostradas en el esquema 1; bajo estas condiciones se observó la formación minoritaria de los productos tipo piranona (anillo E) **9** y **10** en rendimientos del 27 y 30 % respectivamente, los cuales anteriormente habían sido reportados en nuestro grupo de trabajo, de manera regio- y estereoselectiva utilizando BF₃·Et₂O como ácido de Lewis y en buenos rendimientos; [3] a diferencia del BF₃·Et₂O con el uso de TiCl₄ también se observó la formación de los furostanoles **5** y **6** en rendimientos moderados (47 y 50 %). Cuando estas condiciones de reacción fueron extrapoladas con las materias primas **3** y **4** (derivadas de diosgenina y tigogenina) los furostanoles **7** y **8** fueron obtenidos en menor rendimiento (13 y 26 %) también acompañados de los productos tipo piranona **11** y **12** (14 y 53 %).



Esquema 1. Apertura de 22-oxo-23-espirocetales **1-4** con TiCl₄ en anhídrido acético.

La asignación de la estructural de los derivados tipo piranona **9-12** se realizó por comparación con los datos espectroscópicos previamente reportados en nuestro grupo de trabajo. [3] A manera de ejemplo en la Fig. 1 se muestra el espectro de RMN de ¹H del compuesto **10** donde se observa la presencia de una señal doble en 5.67 ppm con *J*₂₄₋₂₅ = 9.3 Hz, asignada a H-24. Además, una señal múltiple en 3.96 ppm que corresponde a los hidrógenos diastereotópicos de 26. También se observan dos señales múltiples en 2.96 y 2.60 ppm asignadas para H-25 y H-20 respectivamente, así como las señales simples que pertenecen a los metilos 18 y 19 en 1.27 y 0.96 ppm y dos señales dobles para los metilos secundarios 21 y 27 en 1.18 y 1.04 ppm.

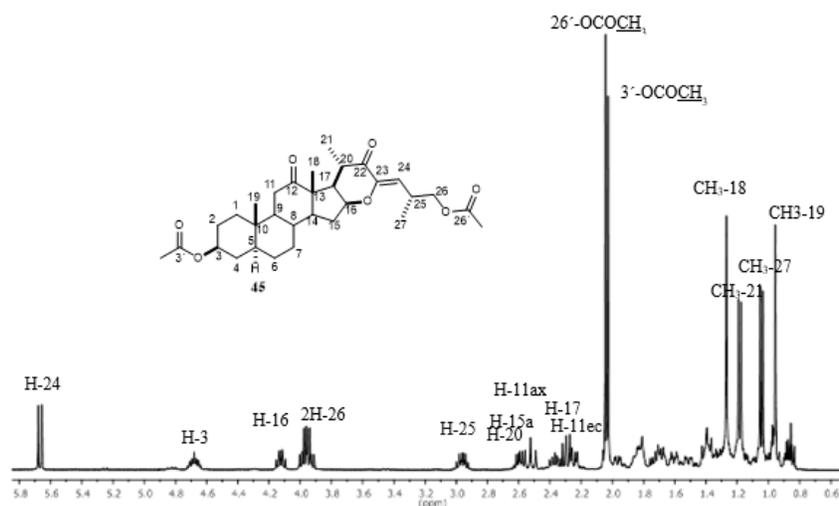


Fig. 1. Espectro de RMN ^1H (400 MHz) para **10** en CDCl_3 .

Para la caracterización estructural de los nuevos furostanoles **5-8**, el análisis de los espectros de IR presentó bandas anchas en 3437, 3481, 3426 and 3456 cm^{-1} dando evidencia de la presencia del grupo funcional hidroxilo. En la Fig. 2 se muestra un ejemplo del espectro de RMN de ^1H de **6**, observando en 4.69 ppm una señal múltiple que integra para dos, asignada a H-16 y H-3 respectivamente. En 4.09 ppm se observó una señal simple ancha asignada al grupo $-\text{OH}$ sustituido en C-22, además los hidrógenos diastereotópicos de la posición 26 se observaron como una señal múltiple en 3.96 ppm confirmando la apertura del anillo F de la cadena terminal. También se localizaron las señales características que corresponden a los metilos cuaternarios CH_3 -18 y CH_3 -19 en 1.18 ppm y 0.95 ppm respectivamente, así como los metilos secundarios CH_3 -21 y CH_3 -27 en 1.04 ppm y 0.96 ppm.

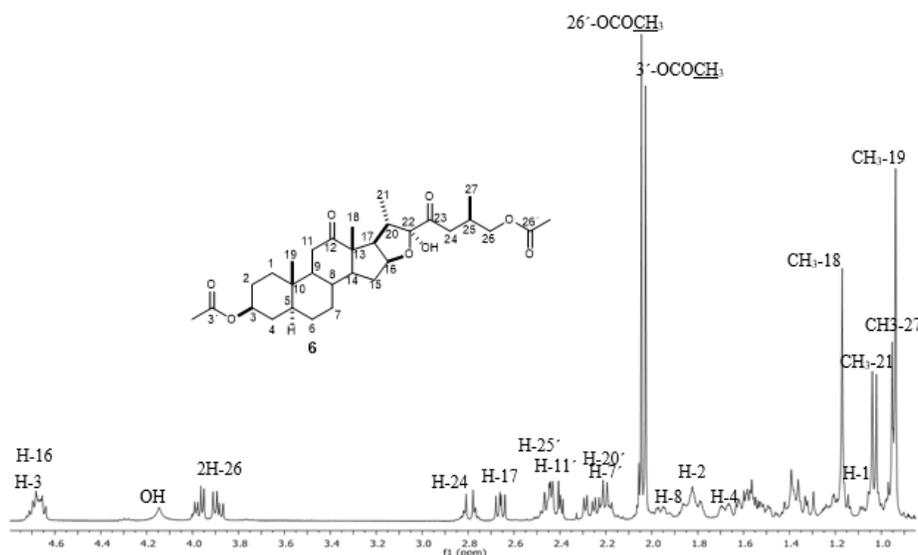


Fig. 2. Espectro de RMN ^1H (400 MHz) para **6** en CDCl_3 .

En el espectro de RMN de ^{13}C de **6** (Fig. 3) se observaron las 31 señales esperadas, dentro de las que destacan dos señales características de grupos carbonilos en 212.6 ppm y 207.1 asignadas a los C-12 y C-23 con ayuda del experimento de HMBC. Las dos señales de los carbonilos de acetato sustituidos en C-26 y C-3 se asignaron en 171.0 y 170.5. Los carbonos adyacentes al átomo de oxígeno C-16, C-3 y C-26 se asignaron en 82.5, 73.1 y 68.3 ppm respectivamente.

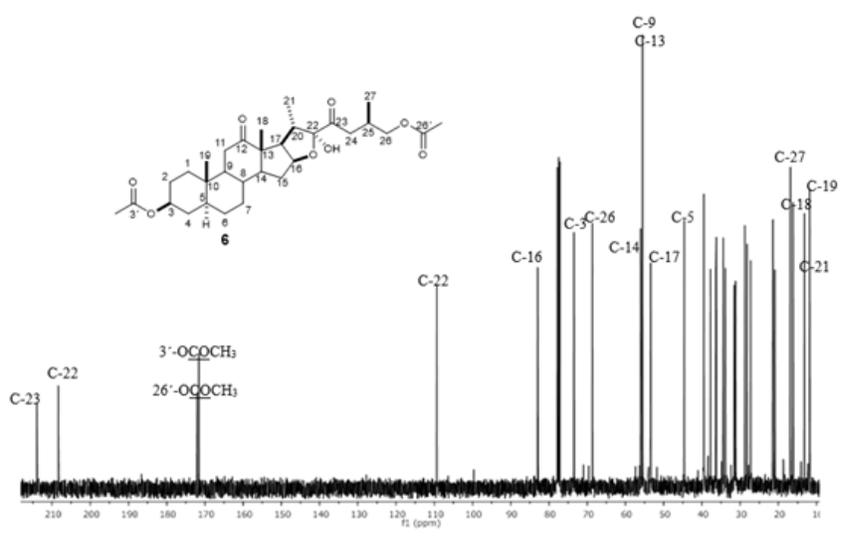
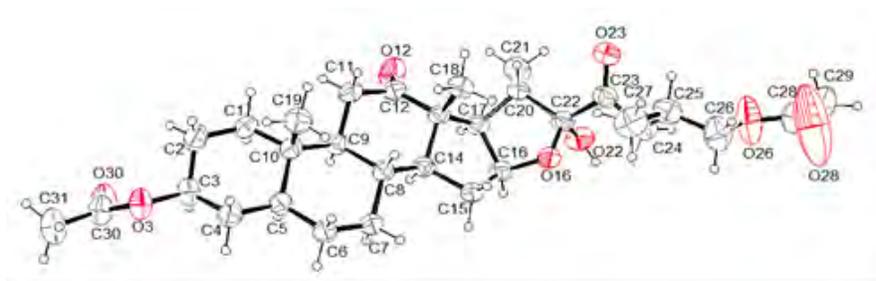


Fig. 3. Espectro de RMN ^{13}C (400 MHz) para **6** en CDCl_3 .

En relación con la estereoquímica de los furostan-22-oles, la configuración α del grupo 22-hidroxilo al inicio se asignó de manera tentativa tomando como referencia los antecedentes que indican que esta configuración es la que prevalece en la naturaleza y, en consecuencia, el isómero β es menos documentado. En este contexto, considerando que los derivados **5-8** mostraron desplazamientos químicos en el rango de 108.7 a 109.7 ppm para el carbono hemiacetalico, se asignó la orientación 22α -hidroxilo por comparación con los desplazamientos de ^{13}C reportados para furostanoles sustituidos en α . [4-6]

La estructura de **6** se confirmó con ayuda del análisis por difracción de rayos-X, ya que éste compuesto se obtuvo en forma de cristales incoloros. El análisis cristalino mostró configuración *S* y *R* en los C-20 y C-25 respectivamente. Además, se confirmó la sustitución en α del grupo hidroxilo del carbono hemiacetalico C-22. El grupo acetilo en O-26 se mostró ligeramente desordenado, lo que puede ser atribuido a la rotación libre de este fragmento. El análisis del empaquetamiento cristalino reveló interacciones intermoleculares a través de enlaces de hidrógeno convencionales O (22)-H (22) ...O (30), 1.99 (11) Å con ángulo D-H...A = 150° menor a la suma de los radios de van der Waals (Fig. 4). [6]



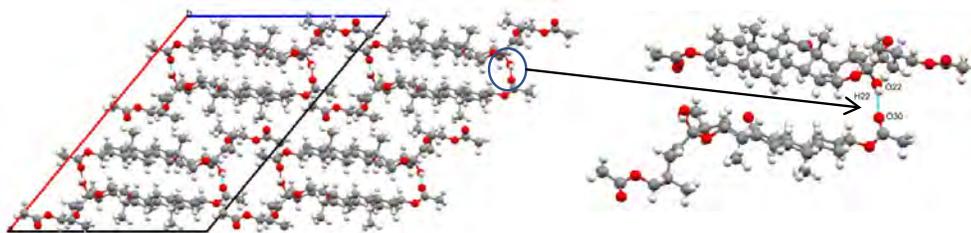


Fig. 4. Estructura molecular del (22S,25R)-3 β ,26-diacetato-22 α -hidroxi-16,22-epoxi-5 α -furostan-12,23-diona (**6**) con elipsoides al 30 % de probabilidad. **b)** Estructura molecular a lo largo del eje cristalográfico *b*.

CONCLUSIONES

La apertura de los 22-oxo-23-espirocetales **1-2** y **3-4** con TiCl_4 produce regio y estereoselectivamente los derivados colestánicos **9-12** anteriormente descritos en nuestro grupo de investigación con el uso de $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$, así como los nuevos furostanoles **5-8**. Además, se estableció que la apertura de estos compuestos (**1-4**) con TiCl_4 (Ac_2O , CH_2Cl_2 , a 0°C 30 min y 1 h temperatura ambiente) favorece la obtención de los furostanoles **5-6** en rendimientos moderados (50-47 %) y **7-8** en bajos rendimientos (13-26 %). Adicionalmente la sustitución $\alpha\text{-OH}$ en el nuevo centro quiral C-22 de los compuestos **5-8**, se confirmó mediante el análisis de difracción de rayos-X del compuesto **6** y por comparación con los desplazamientos químicos de ^{13}C de otros análogos hemiacetálicos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo económico del CONACYT (286638) y CIC de la UMSNH.

BIBLIOGRAFIA

1. Corona-Díaz, A.; García-Merinos, J. P.; Ochoa, M. E.; del Río, R. E.; Santillan, R.; Rojas-Lima, S.; Morzycki, J. W.; López, Y. *Steroids* **2019**, *152*, 108488.
2. López, Y.; Rodríguez, L.; del Río, R. E.; Farfán, N.; Morzycki, J. W.; Santillan, R. Regioselective cleavage of 22-oxo-23-spiroketals. *Steroids* **2012**, *77*, 534–541.
3. Mendoza Juarez, V. A., *Apertura ácida de Sapogeninas espirostánicas 25R en microondas*. Tesis de maestría, UMSNH, Morelia, Mich, 2021.
4. Corona Díaz, A., *Síntesis de nuevos derivados colestánicos vía apertura de sapogeninas espirostánicas con ácidos de Lewis*. Tesis doctoral, UMSNH, Morelia, Mich, 2015.
5. Nishizawa, M.; Iwamoto, Y.; Takao, H.; Imagawa, H.; Sugihara, T. *Organic Letters* **2000**, *2*, 1685–1687.
6. Barile, E.; Capasso, R.; Izzo, A. A.; Lanzotti, V.; Sajjadi, S. E.; Zolfaghari, B. *Planta Medica* **2005**, *71*, 1010–1018.

CISQM-SN-CP18

Síntesis, comportamiento fotofísico en disolución, agregados, estado sólido y estudio computacional de nuevos derivados de 2,2'-bis(indolil)metano-trifenilamina

Edgard Fabián Blanco Acuña, Héctor García Ortega*

Facultad de Química, Departamento de Química Orgánica, Universidad Nacional Autónoma de México, 04510, Ciudad de México, México.
hector.garcia@unam.mx

RESUMEN

Se sintetizó una serie de nuevos derivados de 2,2'-bis(indolil)metano-trifenilamina (**2,2'-BIM-TFA**) con alto grado de torsión y rotación intramolecular. Se estudió el comportamiento de absorción y emisión en disolución, agregados y estado sólido de los cinco derivados **2,2'-BIM-TFA**. Solo dos compuestos mostraron un ligero comportamiento solvatoocrómico. Los agregados formados en mezclas THF-agua no manifestaron emisión fluorescente, pero a altas concentraciones se favoreció la formación de agregados emisivos, encontrando que el agua actúa como apagador de fluorescencia de los agregados. Adicionalmente, los derivados de **2,2'-BIM-TFA** exhibieron fluorescencia en estado sólido. Los estudios DFT permitieron dilucidar las geometrías moleculares altamente retorcidas, así como la distribución y energía de los orbitales moleculares frontera (HOMO-LUMO).

INTRODUCCIÓN

Los bis(indolil)metanos (BIM) son compuestos orgánicos constituidos por dos indoles unidos a través de un metileno. Debido a la mayor reactividad de la posición 3 del indol, los 3,3'-BIM son más comunes que sus isómeros 2,2'-BIM (Fig. 1) [1]. Estos sistemas se caracterizan por presentar actividad biológica antibacteriana [2], antitumoral [3], citotóxica [4], y anticancerígena [5]. Además, los BIM también poseen interesantes propiedades fotofísicas que han permitido su aplicación como sensores cromo/fluorogénicos para el reconocimiento de cationes y aniones [6, 7]. En consecuencia, una gran variedad de metodologías sintéticas ha sido desarrolladas, basadas principalmente en la reacción de Friedel-Crafts entre derivados de indol y compuestos carbonílicos [8]. Por su parte, la trifenílamina (TFA) se ha utilizado en los últimos años como un andamio clave para la construcción de materiales orgánicos fluorescentes inteligentes. Esto debido a que permite obtener sistemas moleculares altamente retorcidos que tienden a presentar emisión inducida por la agregación (AIE, por sus siglas en inglés) [9]. Los luminógenos AIE (AIEnógenos) son típicamente moléculas con estructura de hélice, no luminiscentes como especies aisladas, pero emisivas cuando forman agregados moleculares y/o en estado sólido [10]. Los AIEnógenos tienen interesantes aplicaciones en sondas biológicas [11], detección química [12], sistemas optoelectrónicos [13], entre otros [10].

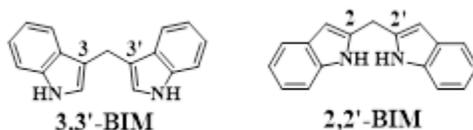


Fig. 1. Estructuras de 3,3'- y 2,2'-BIMs.

En este sentido, aquí se describe la síntesis de una serie de 2,2'-BIMs incorporando el fragmento TFA para la obtención de compuestos con estructuras altamente retorcidas (Fig. 2). Asimismo, se estudió el comportamiento fotofísico en disolución, agregados y estado sólido. Además, se realizó un estudio computacional DFT para dilucidar las estructuras moleculares, así como la distribución y energía de los orbitales de frontera HOMO-LUMO de los derivados 2,2'-BIM-TPA de interés.

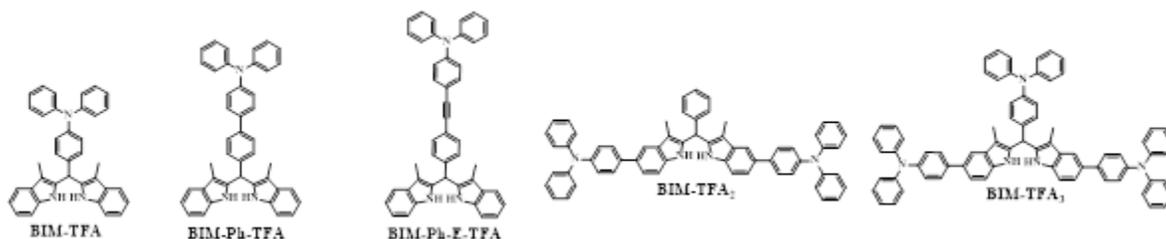


Fig. 2. Estructuras de derivados 2,2'-BIM-TFA sintetizados.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Material es

Todos los reactivos y materias primas empleadas como fueron adquiridos de SIGMA-ALDRICH® y los disolventes de CONQUIMEX®. Todos los disolventes fueron destilados y los materiales de partida se usaron sin purificación previa. Los espectros de RMN de ^1H y ^{13}C se realizaron con el espectrómetro VARIAN modelo NMR, 400 MHz. Los espectros de UV-Vis y fluorescencia se adquirieron en los espectrofotómetros Thermo Scientific Evolution 220 y Cary eclipse y PerkinElmer FL 8500, respectivamente.

Métodos

Procedimiento general para la síntesis de bis(indolil)metanos

El correspondiente 3-metil-1*H*-indol (2 eq) se disolvió en CH_2Cl_2 seco. Luego se añadió el respectivo aldehído (1 eq) y ácido *p*-toluenosulfónico monohidrato (1 eq) o $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ (0.15 eq). La reacción se agitó a temperatura ambiente por 2 a 3 h. Una vez completada la reacción, se evaporó el disolvente, se disolvió el crudo en AcOEt, se lavó con NaHCO_3 al 10 % y luego con salmuera. La fase orgánica se secó con Na_2SO_4 y el producto se purificó por cromatografía en columna, utilizando gel de sílice como fase estacionaria y hexano:AcOEt como eluyente.

DISCUSIÓN Y RESULTADOS

Síntesis

La síntesis del indol (**2**) y de los aldehídos derivados de TFA fue realizada siguiendo las metodologías reportadas en la literatura mediante reacciones de Fischer, Vilsmeier-Haack y acoplamiento de Suzuki y Sonogashira. Por su parte, la síntesis de los **2,2'-BIM-TFA** se llevó a cabo mediante reacciones de Friedel-Craft sobre el indol correspondiente con diferentes aldehídos aromáticos (Esquema 1). Todos los derivados **2,2'-BIM-TFA**, se obtuvieron con buenos rendimientos de reacción utilizando CH_2Cl_2 y $\text{PTSA} \cdot \text{H}_2\text{O}$ como disolvente y catalizador ácido, respectivamente. No obstante, para la síntesis de **BIM-Ph-E-TFA** se empleó $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ como catalizador ácido para evitar la hidratación del alquino. Las señales de RMN de ^1H y ^{13}C observadas en aproximadamente 6.0 y 40.5 ppm, respectivamente, corresponden al grupo metino (CH), lo que confirmó la formación del fragmento BIM. Asimismo, las señales de RMN de ^{13}C a 88.04 y 90.28 ppm y la banda a 2210 cm^{-1} en el espectro infrarrojo corroboraron la presencia del alquino interno en **BIM-Ph-E-TFA**.

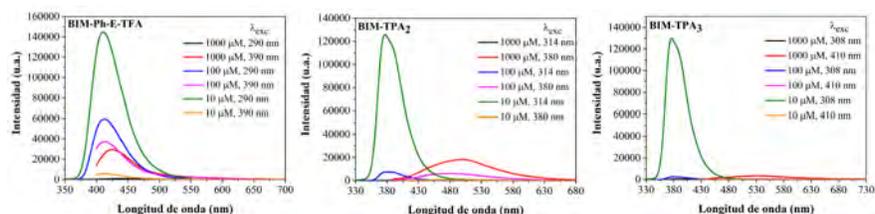


Fig. 4. Comportamiento fluorescente de los derivados **2,2'-BIM-TFA** en THF y mezclas THF-H₂O a diferentes concentraciones y longitudes de onda de excitación (λ_{exc}).

Una vez descartado el apagamiento debido al fenómeno ACQ, se estudió comportamiento fluorescente a 1000 μ M en presencia de agua (Fig. 5). Esto permitió observar que desde f_{agua} 10 % hasta 30 % la fluorescencia fue notablemente apagada, lo cual indica que el agua actúa como un apagador de la fluorescencia debido a la interacción por puentes de hidrogeno con los grupos NH del fragmento BIM.

Interesantemente, se observó fluorescencia en estado sólido bajo la lámpara UV en los cinco derivados **2,2'-BIM-TFA** (Fig. 5). Los espectros de fluorescencia en estado sólido mostraron un corrimiento al rojo con respecto a los espectros en solución y agregados. En particular, las estructuras menos retorcidas de **BIM-Ph-TFA** y **BIM-Ph-E-TFA** mostraron un ligero desplazamiento batocrómico en la emisión (413 y 442 nm, respectivamente). Caso contrario ocurrió con las estructuras más retorcidas de **BIM-TFA**, **BIM-TFA₂** y **BIM-TFA₃**, que desplazaron sus máximos de emisión a 528, 563 y 552 nm, respectivamente.

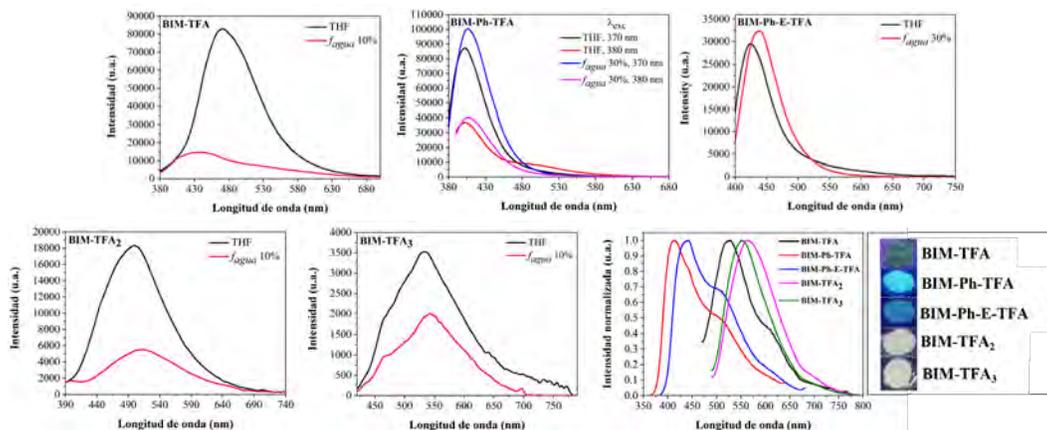


Fig. 5. Espectros de fluorescencia de los derivados **2,2'-BIM-TFA** en THF y mezclas de THF-agua (f_{agua} 10 % y 30 %) a 1000 μ M y en estado sólido.

Estudio DFT

Las estructuras optimizadas de mínima energía muestran que el fenilo enlazado directamente al fragmento BIM, así como sus indoles, se tuercen para minimizar las repulsiones estéricas (Fig. 6). Además, la interacción intramolecular entre los NH de los indoles (2,51 Å) favorecería la disposición espacial observada entre estos fragmentos. En general, todos los derivados de **2,2'-BIM-TFA** presentan esta conformación, y sumado a que los fenilos de los fragmentos de trifetilamina están considerablemente torcidos, todos los compuestos estudiados presentan estructuras en hélice responsables de su comportamiento emisivo en agregados y estado sólido. Por su parte, el HOMO de **BIM-TFA** se encuentra entre el fragmento de TFA y un indol del BIM. Mientras tanto, el LUMO se localiza mayoritariamente en la TFA, lo que demuestra la baja transferencia de carga intramolecular (TCI) en este compuesto. Los compuestos **BIM-Ph-TFA** y **BIM-Ph-E-TFA** también tienen el HOMO ubicado en el fragmento

TFA debido a su carácter donador de electrones, mientras que el LUMO está deslocalizado en el grupo enlazador entre el BIM y la TFA, lo que explica la alta TCI observada en los espectros de UV-Vis y fluorescencia de estos derivados. Finalmente, el HOMO en **BIM-TFA₂** y **BIM-TFA₃** se encuentra en el fragmento de TFA-indol, mientras que el LUMO de **BIM-TFA₂** se encuentra principalmente en un indol y un fenilo de la TFA. Un comportamiento similar se observa en el LUMO de **BIM-TFA₃**, pero englobando parte de la TFA del grupo metileno del BIM. Esto sugiere que la transferencia de carga en estos derivados ocurre desde la TFA enlazada al fragmento de indol hacia el grupo BIM, de ahí su similar comportamiento de absorción.

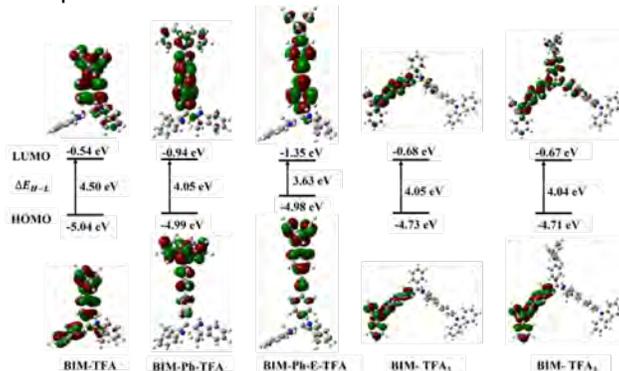


Fig. 6. Orbitales moleculares frontera HOMO-LUMO de los derivados **2,2'-BIM-TFA** con el método B3LYP/6-31G(d,p).

CONCLUSIONES

Se sintetizaron cinco nuevos derivados de 2,2'-bis(indolil)metano-trifenilamina (**2,2'-BIM-TFA**). El estudio solvatocrómico mostró que los derivados **2,2'-BIM-TFA** exhiben absorción y emisión fluorescente en la región ultravioleta, mientras que **BIM-Ph-TFA** y **BIM-Ph-E-TFA** exhiben los desplazamientos batocrómicos más grandes conforme aumentó la polaridad del disolvente. El comportamiento emisor en mezclas THF-agua a 10 μM reveló que la fluorescencia de los cinco derivados **2,2'-BIM-TFA** se extingue en mezclas con más del 60 % de agua. Sin embargo, estudios de agregación a diferentes concentraciones mostraron que los cinco derivados estudiados forman agregados fluorescentes a altas concentraciones, descartando un comportamiento ACQ. Los estudios de emisión de mezclas THF-agua a 1000 μM permiten concluir que el agua induce al apagamiento de la fluorescencia de los agregados mediante interacciones por puentes de hidrógeno con los grupos NH del fragmento 2,2'-BIM. Adicionalmente, se observó fluorescencia en estado sólido en los cinco derivados **2,2'-BIM-TFA**, destacando el mayor corrimiento batocrómico de los derivados más retorcidos estructuralmente **BIM-TFA**, **BIM-TFA₂** y **BIM-TFA₃**. Finalmente, el estudio DFT permitió dilucidar el alto grado de torsión de las estructuras, así como mostrar la distribución y energía de los orbitales HOMO-LUMO y su efecto en las propiedades ICT.

REFERENCIAS

1. Palmieri, A.; Petrini, M. *Synthesis (Stuttg)*. **2019**, *51*, 829–841. DOI: <https://doi.org/10.1055/s-0037-1610349>.
2. Shankar, M.; Suvetha, K.; Kumarasamyraja, D.; Gowrishankar, N. L. *Int. J. Pharm. Pharm. Sci.* **2012**, *4* (Suppl. 4), 518–521.
3. Aggarwal, B. B.; Ichikawa, H. *Cell Cycle* **2005**, *4*, 1201–1215. DOI: <https://doi.org/10.4161/cc.4.9.1993>.
4. Pingaew, R.; Prachayasittikul, S.; Ruchirawat, S.; Prachayasittikul, V. *Arch. Pharm. Res.* **2012**, *35*, 949–954. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12272-012-0601-1>.

5. Inamoto, T.; Papineni, S.; Chintharlapalli, S.; Cho, S.-D.; Safe, S.; Kamat, A. M. *Mol. Cancer Ther.* **2008**, *7* (12), 3825–3833. DOI: <https://doi.org/10.1158/1535-7163.MCT-08-0730>.
6. Batista, R. M. F.; Costa, S. P. G.; Silva, R. M. P.; Lima, N. E. M.; Raposo, M. M. M. *Dye. Pigment.* **2014**, *102*, 293–300. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2013.11.008>.
7. Wei, W.; Shao, S. J.; Guo, Y. *A Spectrochim. Acta Part A Mol. Biomol. Spectrosc.* **2015**, *149*, 531–535. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.saa.2015.04.086>.
8. Singh, A.; Kaur, G.; Banerjee, B. *Curr. Org. Chem.* **2020**, *24*, 583–621. DOI: <https://doi.org/10.2174/1385272824666200228092752>.
9. Gayathri, P.; Pannipara, M.; Al-Sehemi, A. G.; Anthony, S. P. *New J. Chem.* **2020**, *44*, 8680–8696. DOI: <https://doi.org/10.1039/D0NJ00588F>.
10. Mei, J.; Leung, N. L. C.; Kwok, R. T. K.; Lam, J. W. Y.; Tang, B. Z. *Chem. Rev.* **2015**, *115*, 11718–11940. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.5b00263>.
11. Zhu, C.; Kwok, R. T. K.; Lam, J. W. Y.; Tang, B. Z. *ACS Appl. Bio Mater.* **2018**, *1*, 1768–1786. DOI: <https://doi.org/10.1021/acsabm.8b00600>.
12. Mao, L.; Liu, Y.; Yang, S.; Li, Y.; Zhang, X.; Wei, Y. *Dye. Pigment.* **2019**, *162*, 611–623. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2018.10.045>.
13. Yu, M.; Huang, R.; Guo, J.; Zhao, Z.; Tang, B. Z. *PhotoniX* **2020**, *1*, 11–43. DOI: <https://doi.org/10.1186/s43074-020-00012-y>.

CISQM-SN-CP19

Macrociclos dimericos con complejos de boro impulsados por una reacción de autoensamble

María Magdalena Vázquez Alvarado¹, Oscar González Antonio¹, Cristina del Carmen Jiménez Curiel¹, Rosa Santillan Baca², Arturo Abreu Corona³, José Norberto Farfán García*¹

¹Departamento de Química Orgánica, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México.

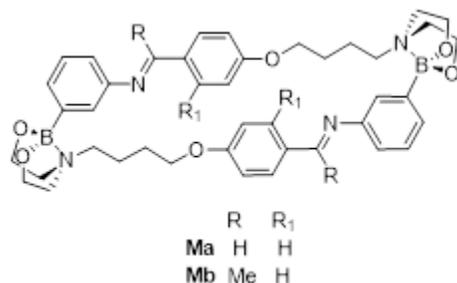
²Departamento de Química, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, CINVESTAV.

³Departamento de Ciencias Naturales, Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Cuajimalpa.

magdavaalvarado@gmail.com; norberto.farfan@gmail.com

RESUMEN

En este trabajo se presenta la síntesis de dos macrociclos de 32 miembros obtenidos por reacciones de autoensamblaje entre dos ligandos tridentados derivados de dietanolamina y ácido 3-aminofenil borónico. Adicionalmente se llevó a cabo un estudio computacional de la termodinámica de la reacción y el análisis topológico para encontrar interacciones de largo alcance que proporcionen información sobre cómo pueden impulsar los contactos no covalentes la formación de las entidades macrocíclicas sobre los productos de complejación lineales que deberían competir dentro de la reacción coordinada. Nuestra contribución promueve la comprensión de la formación de complejos en reacciones impulsadas por el autoensamblaje y proporciona más argumentos de diseño para buscar aplicaciones prometedoras.



CISQM-SN-CP20

Síntesis de ferrocenil-oxazoles vía una reacción de Ugi-Zhu (UZ-3CR)

Roberto E. Blanco-Carapia, Efraín A. Vázquez-Cruz, Ricardo A. Luna-Mora, Alejandro Islas-Jácome, Eduardo González-Zamora

Departamento de Química, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Av. Ferrocarril San Rafael Atlixco 186, Col. Leyes de Reforma 1A Sección, Iztapalapa, C.P. 09310, Ciudad de México.
edreyblanco@gmail.com

RESUMEN

La síntesis de oxazoles que incorporan elementos farmacológicos adicionales es el tema del presente trabajo. Se llevó a cabo la síntesis de una serie de oxazoles trisustituídos vía un proceso *one pot* de tipo Ugi-Zhu (UZ-3CR), partiendo de ferrocenocarboxaldehído, bencilaminas comerciales, isocianoacetamidas, y como aditivos sulfato de sodio anhidro y cloruro de indio, obteniendo rendimientos buenos, en tiempo de reacción cortos.

INTRODUCCIÓN

El heterociclo oxazol, consiste en un anillo aromático de 5 miembros, que contiene en la posición 1 un átomo de oxígeno, y en la posición 3 un átomo de nitrógeno débilmente básico, teniendo tres posiciones disponibles (2, 4, y 5) que eventualmente pueden estar funcionalizadas.

Dicho heterociclo es considerado un elemento farmacóforo, debido que son numerosos los trabajos en los cuales se ha demostrado su potencial actividad biológica, como antimicrobiano, [1] anticáncer, [2] antituberculosis, [3] antiinflamatorio, [4] antidiabético [5], etc. De tal modo que, son varios los medicamentos comercializados que están basados en el farmacóforo de oxazol (Fig. 1(a)).

Respecto a las rutas sintéticas para acceder a oxazoles, son varias las metodologías reportadas, dentro de las cuales están la reacción de Cornforth, [6] la reacción de Fisher, [7] la reacción de Doyle, [8] la reacción de Dakin-West, [9] la reacción de Robinson-Gabriel, [10] sin embargo la reacción de Van Leunzen, [11] basada en isocianuro de toluenosulfonilmetilo (TosMIC), resulta ser la más atractiva, debido a su práctica y robusta metodología, la fácil accesibilidad de los reactivos y el amplio espectro de sustratos que se pueden utilizar. (Fig. 1(b)).

Por otra parte, la síntesis de poliheterociclos vía reacciones multicomponentes, resulta muy atractivo, dado que, dada la naturaleza de las MCRs, se puede acceder de manera rápida en comparación a la síntesis lineal, a series de compuestos altamente funcionalizados y estructuralmente complejos, todo esto a partir de tres o más reactivos de partida que reaccionan de manera secuencial, resultando en un alta económica atómica, buenos rendimientos, y solo un proceso de purificación.

Por último, el compuesto organometálico ferroceno, ha sido incorporado en moléculas orgánicas, ya que ha exhibido un aumento en la actividad biológica, principalmente en enfermedades como son la malaria y el cáncer, tanto que, el fármaco ferroquina, una molécula híbrida que incorpora dos farmacóforos, el ferroceno y la cloroquina, presentó mejor actividad biológica contra el parásito *plasmodium falciparum*, el patógeno responsable de dicha enfermedad, en comparación del fármaco ampliamente utilizado cloroquina. (Fig. 1(c))

La hibridación de moléculas con actividad biológica con ferroceno, han presentado un aumento en la solubilidad, estabilidad a medios acuosos, ambientes ricos en oxígeno, y actividad redox que favorece la eliminación de células cancerígenas, además de una disminución de la toxicidad *in vivo*. [12] de manera que, la incorporación de ferroceno en oxazoles, ayudara a tener series de compuestos híbridos que eventualmente podrían exhibir actividad contra cierto tipo de enfermedades.

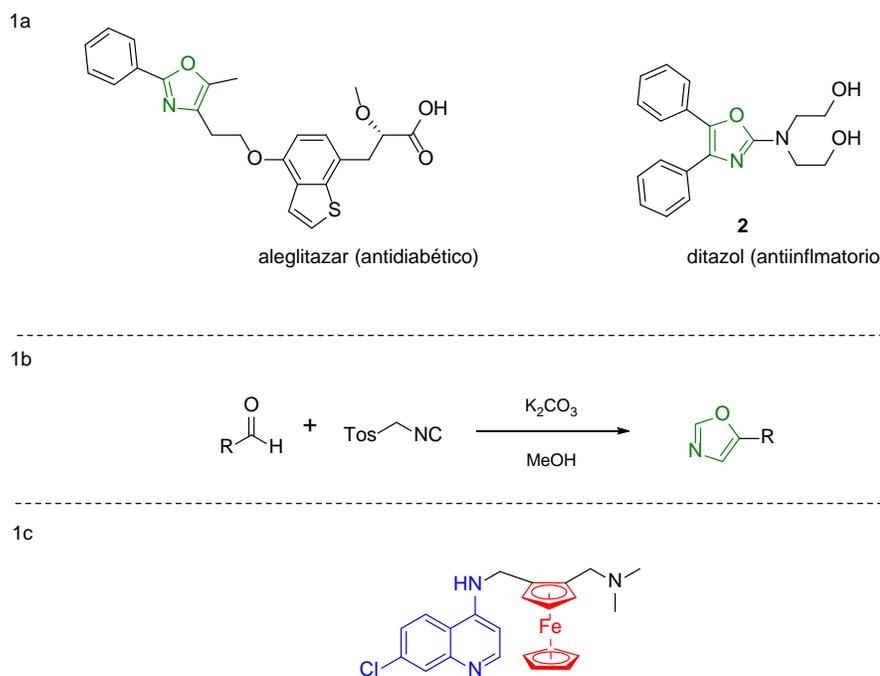


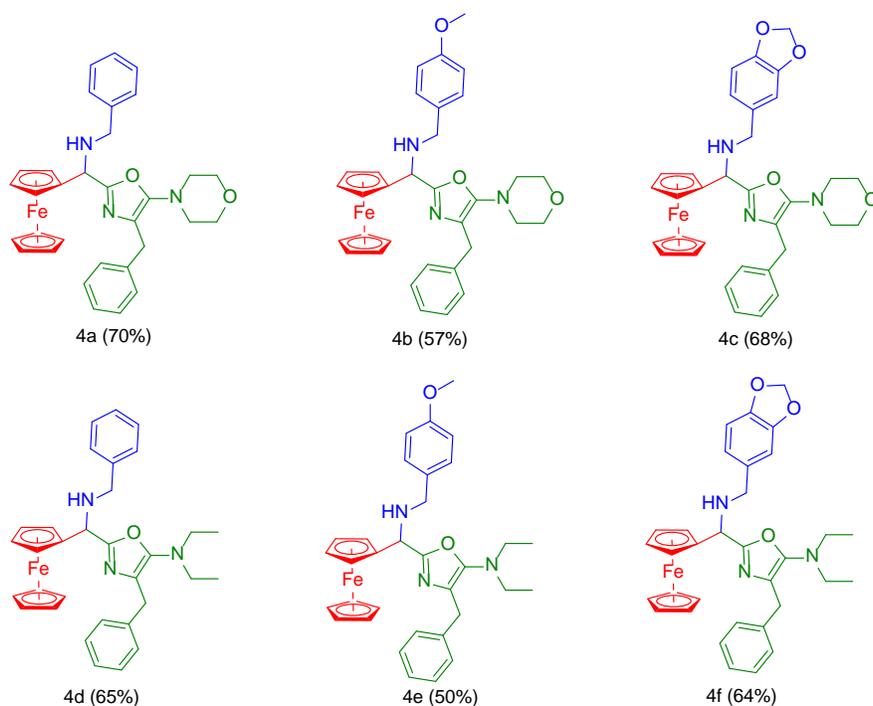
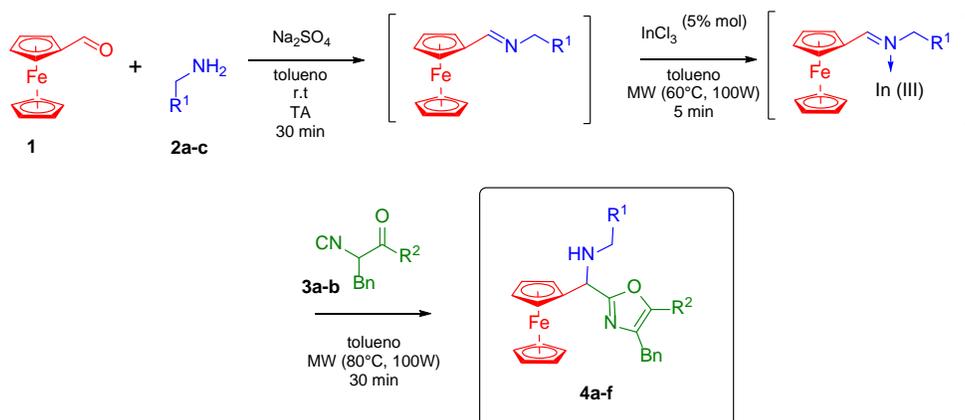
Fig. 1. (a) Dos ejemplos de fármacos comercializados del tipo oxazol, **(b)** Reacción de Van Leusen para acceder a oxazoles monosustituidos, **(c)** Fármaco comercializado ferroquina..

METODOLOGÍA, RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para acceder a los ferrocenil-oxazoles correspondientes **4a-f**, se utilizaron tres componentes; ferrocenocarboxaldehído (**1**), bencilaminas comerciales **2a-c**, y las isocianoacetamidas **3a-b**. las isocianoacetamidas se sintetizaron mediante tres etapas, siguiendo el protocolo reportado por Zhu y colaboradores. [13]

Después de una optimización de condiciones, se encontró que el disolvente adecuado fue tolueno anhidro, también se encontró que, la formación *in situ* de la correspondiente imina, procede a temperatura ambiente, la adición de sulfato de sodio anhidro ayudó a desplazar el equilibrio hacia la formación de la base de Schiff.

Posteriormente la adición del isocianoacetamida sobre la imina, requiere el uso de un activante, de modo que, el cloruro de indio fue el activante mas efectivo, además que, es más barato en comparación de otros ácidos de Lewis (trifalto de escandio, o de iterbio), esta etapa fue realizada con calentamiento de microondas que redujo el tiempo de reacción a 30 minutos, para así acceder a los oxazoles trisustituidos (**4a-f**) con buenos rendimientos. (Esquema 1).



Esquema 1. Ruta de síntesis para acceder a los ferrocenil oxazoles y moléculas sintetizadas.

Los seis compuestos fueron caracterizados por ^1H , ^{13}C , COSY, HSQC y HMBC, infrarrojo y masas de alta resolución ESI-MS. A continuación, se muestra el espectro de ^1H -RMN, para la molécula **4f**.

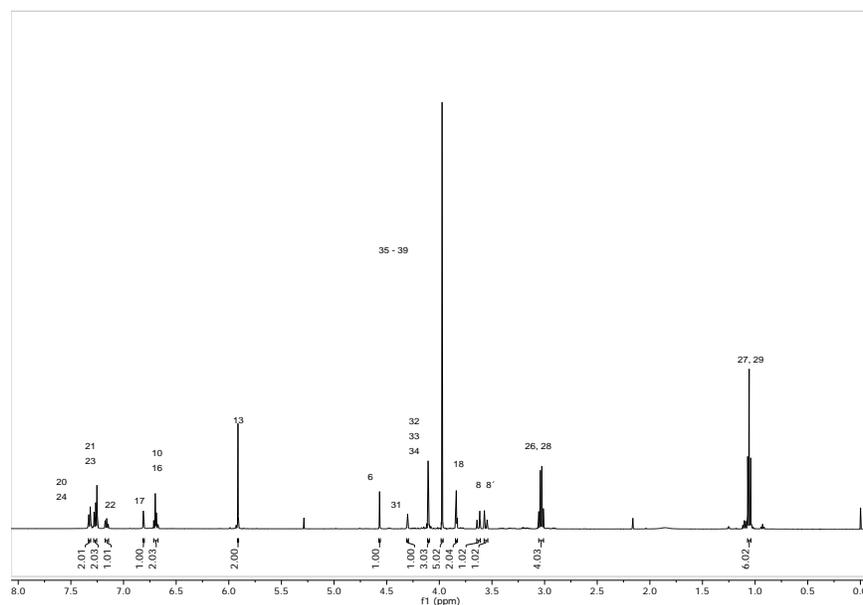


Fig. 2. Espectro ^1H -RMN correspondiente a la molécula **4f**.

CONCLUSIONES

Se sintetizaron seis ejemplos de oxazoles polisustituidos los cuales incorporan el farmacóforo de ferroceno, con buenos rendimientos en una sola etapa experimental, en tiempos de reacción cortos. El uso de sulfato de sodio anhidro ayudó desplazar el equilibrio hacia la formación de la imina, el uso de cloruro de indio facilitó la adición de los isocianoacetamidas.

La metodología utilizada, resulta más atractiva en comparación a las metodologías clásicas para acceder a oxazoles, por ejemplo, la reacción de Van Leusen, permite acceder solo a oxazoles del tipo monosustituidos, y metodologías basadas en reacciones multicomponentes se ven limitadas ya que, requieren catalizadores complejos, [14] y condiciones de reacción drásticas, así pues la versión de *Ugi-Zhu*, permite la generación oxazoles polisustituidos en una sola etapa experimental, con buenos rendimientos.

Cabe mencionar te la serie de oxazoles sintetizadas se encuentran siendo evaluadas, contra SARS-Cov-2, Zika, Dengue y Chikunguya, se espera pronto tener los resultados.

REFERENCIAS

1. Zhang, W.; Liu, W.; Jiang, F.; Zhuang, H.; Fu, L. *Eur. J. Med. Chem.* **2011**, *9*, 3639-3650.
2. Moraski, G. C.; Villegas-Estrada, A.; Franzblau, S. G.; Mollmann, M.; Miller, M. L. *Eur. J. Med. Chem.* **2010**, *45*, 1703-1716.
3. Eren, G.; Unlu, S.; Nuñez, M. T.; Labeaga, L.; Ledo, F.; Entrena, A.; Ea, Banoglu.; Constantino, G.; Sahin, M. F. *Bioorg. Med. Chem.* **2010**, *18*, 6367-6376.
4. Tomi, I. H. R.; Tomma, J. H.; Al-Daraji, A. H. R.; Al-Dujaili, A. H. *J. Saudi Chem. Soc.* **2015**, *19*, 392-398.
5. Yoon, D. S.; Wu, S. C.; Seethala, R.; Golla, R.; Nayeem, A.; Everlof, J. G.; Gordon, D. A.; Hamann, L. G.; Robl, J. A. *Bioorgan. Med. Chem. Lett.* **2014**, *24*, 5045-5049.
6. Cornforth, J. W.; Huang, H. T. *J. Chem. Soc.* **1948**, 1969-1971.
7. Fischer, E. *Eur. J. Inorg. Chem.* **1896**, *29*, 205-214.
8. Doyle, M. P.; Buhro, W. E.; Davidson, J. G.; Elliott, R. C.; Hoekstra, J. W.; Oppenhuizen, M. *J. Org. Chem.* **1980**, *45*, 3657-3664.

9. Dalla, Vechia. L.; de Souza, R. O. M. A.; Miranda, L. S. D. E. *Tetrahedron Lett.* **2018**, 74, 4359-4371.
10. Wasserman, H. H.; Vinick, F.J. *J. Org. Chem.* **1973**, 38, 2407-2408.
11. Van Leusen, A. M.; Hoogenboom, B. E.; Siderius, H. A. *Tetrahedron Lett.* **1972**, 13, 2369-2372.
12. Quirante, J.; Dubar, F.; González, A.; Lopez, C.; Cascante, M.; Cortés, R.; Forfar, I.; Pradines, B.; Biot, C. *J. Organomet. Chem.* **2011**, 696, 1011-1017.
13. Fayol, A.; Housseman, C.; Xiaowen, S.; Janvier, P.; Bienaymé, H.; Zhu, J. *Synthesis.* **2005**, 1, 161-165.

CISQM-SN-CP23

Síntesis y caracterización de nanopartículas de sílice mesoporosa tipo MCM-41 producidas a partir de silicato de sodio extraído de vidrio reciclado

Albertho Michel, William A. Talavera-Pech, Tezozómoc Pérez-López, G. Fajardo-San Miguel
Centro de Investigación en Corrosión, Universidad Autónoma de Campeche, Av. Héroe de Nacozari 480, 24079
Campeche, Camp., México.
almichel@uacam.mx

RESUMEN

Este trabajo presenta la síntesis y caracterización de nanopartículas de sílice mesoporosa (NSMs) tipo MCM-41 producidas mediante la ruta sol-gel en condiciones controladas con silicato de sodio extraído de vidrio reciclado como precursor de la sílice y el agente tensioactivo bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) como agente director de la estructura. Posteriormente, se utilizaron técnicas como la fisisorción de N₂, FRX, SAXRD, SEM y FTIR para determinar las características fisicoquímicas y estructurales de las NSMs sintetizadas. Finalmente, los resultados han demostrado que el proceso de obtención de MCM-41 fue exitoso.

INTRODUCCIÓN

A nivel mundial, la generación de residuos de vidrio sin un tratamiento adecuado se convertido en un problema de índole ambiental. En 2019, el Instituto Nacional de Estadística y Geografía reveló que la generación de residuos sólidos urbanos (RSU) en México es 107 055.547 millones de kilogramos diarios de los cuales una proporción significativa le pertenece al vidrio desechado [1]. Por ello, se buscan diferentes alternativas de reciclaje para que sea menor el impacto ambiental debido a este tipo de residuo, una de las posibles soluciones a esta problemática sería la implementación de la nanotecnología.

Entre todos los nanomateriales disponibles destacan las nanopartículas de sílice mesoporosa. Estos materiales tienen una estructura única ya que presentan un orden a nivel del mesoporo y desorden a nivel atómico. Las NSMs presentan grandes ventajas como su biocompatibilidad, su bajo grado de toxicidad, su adaptabilidad sintética, siendo capaces de controlar el tamaño de partícula, su porosidad, y su forma [2]. Asimismo, en este estudio se propone el reúso y el reciclaje del vidrio mediante la extracción de silicato de sodio para las NSMs.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Obtención del precursor de sílice

Como primer paso, se procedió al lavado y la trituration del vidrio reciclado utilizando un molino de bolas. Luego se tamizó el producto obtenido, repitiendo el proceso hasta obtener el menor tamaño posible. Posteriormente se llevó a cabo un proceso conocido como fusión alcalina, utilizando una relación molar de vidrio-NaOH de 1:3 tomando el vidrio como SiO₂ puro con la finalidad de obtener el silicato de sodio. En concreto, se pesaron 18 g de vidrio molido en la balanza analítica con ayuda de una espátula y un vaso de precipitado, posteriormente se pesaron 36 g de NaOH dentro de una cápsula de porcelana donde se vertió el vidrio y se mezcló hasta homogenizar la muestra. Al término de este tiempo, se introdujo la mezcla a la mufla por 1 hora a una temperatura de 500 °C. Al finalizar este proceso, se dejó reposar la muestra dentro de la mufla hasta alcanzar la temperatura ambiente, posteriormente se extrajo el silicato de sodio adicionando 398 mL de H₂O (8 veces agua respecto al peso de la muestra que se retiró de la mufla) en un vaso de precipitado con ayuda de un agitador magnético, a temperatura ambiente, durante 24 horas. Posterior a la extracción, la muestra se filtró, tomando la solución remanente como el precursor de sílice para la síntesis tipo sol-gel.

Síntesis

Para la producción de las NSMs se utilizó la solución de silicato de sodio previamente obtenida como se describió en la sección anterior para llevar a cabo una síntesis tipo sol-gel en condiciones básicas. Para esto, se pesaron 0.2 g de CTAB en la balanza analítica con la ayuda de una espátula y un vaso de precipitado, posteriormente el CTAB fue vertido en un matraz de balón y se le agregaron 96 mL de agua destilada y 0.7 mL

de NaOH 2M, agitando la mezcla a 80 °C en la placa de calentamiento hasta la formación de las micelas cristalinas. Alcanzada la disolución, se agregó gota a gota, para cada síntesis, 20 mL de la solución de silicato de sodio, se ajustó el pH a 11 añadiendo H₂SO₄ (1-2M), midiendo con ayuda de un potenciómetro, y se mantuvo en agitación magnética por 2 horas, a una temperatura de 80 °C. Por último, se filtró la solución con una bomba de vacío y la muestra sólida en el papel filtro fue introducida a una estufa a una temperatura de 50 °C hasta el secado.

Una vez terminada esta etapa, se procedió a la eliminación del surfactante catiónico. En primer lugar, para retirar el surfactante de los mesoporos, se agregaron las nanopartículas obtenidas en la síntesis sol-gel en un matraz balón, al cual se le añadieron como muestra de referencia 2 g de nanopartículas, 40 mL de etanol y 1.5 mL de HCl puro, esta mezcla fue puesta a reflujo durante 24 h a una temperatura de 78 °C. Una vez cumplido este tiempo, se procedió a enfriar y filtrarla con la ayuda de una bomba de vacío para, enseguida, introducirla a una estufa a 50 °C para su secado. Posterior a este paso, se procedió a lavar la mezcla con agua destilada durante 24 horas; luego se filtró con la ayuda de una bomba de vacío para, luego, ser colocada a una estufa a 50 °C para su secado. Al finalizar este proceso, se recuperaron las nanopartículas de sílice mesoporosa mediante la calcinación en una mufla a 550 °C durante 5 horas.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Caracterización del vidrio: Fluorescencia de rayos X (FRX)

Con el fin de determinar la composición elemental del vidrio, antes de ser sometido a la fusión alcalina y después de la fusión alcalina, se realizaron análisis de FRX, en atmósfera inerte de nitrógeno. En la Tabla 1, se muestra la composición química del vidrio antes de ser sometido a la fusión alcalina analizado en masa mediante FRX (% en peso). Su principal componente es SiO₂, presente en proporción mayor al 97 %.

Tabla 1. Composición química del vidrio antes de ser sometido a fusión alcalina.

Compuesto	Ag ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	TiO ₂	ZrO ₂	Cl	Fe ₂ O ₃
Contenido (%)	0.018	1.375	97.790	0.331	0.116	0.223	0.017	0.068	0.041	0.031

En la tabla 2, se muestra la composición química del vidrio después de la fusión alcalina analizado en masa mediante FRX. Se observa que el material presenta un contenido alto de óxido de sodio (82.79 %) y muy bajo de óxido de silicio (16.29 %).

Tabla 2. Composición química del vidrio después de ser sometido a fusión alcalina.

Compuesto	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃
Contenido (%)	82.785	0.303	16.289	0.339	0.127	0.127	0.031

Caracterización de las partículas sintetizadas

FRX

Con el fin de comprobar la composición elemental del material sintetizado con silicato de sodio, se realizó análisis de espectroscopia de FRX, en atmósfera inerte de nitrógeno. El análisis confirmó la composición del material que presentó 98.8 % de SiO₂. También se aprecia la presencia de 0.75 óxido de aluminio proveniente de las fases de molienda y del tamizado del vidrio reciclado.

Tabla 3. Composición química de las nanopartículas de sílice mesoporosa MCM-41.

Compuesto	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	CaO	TiO ₂	Cl
Contenido (%)	0.751	98.803	0.263	0.072	0.018	0.093

Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

Mediante el análisis FTIR, se analizaron las muestras obtenidas después de la síntesis para determinar los grupos funcionales presentes. El pico localizado a 1690 cm⁻¹ es característico de los enlaces O-H y C-H. Además, se constata la presencia de una banda muy ancha en la zona de 1250 a 1050 cm⁻¹ que se atribuye a los enlaces Si-O; así mismo la vibración de estiramiento asimétrica del enlace Si-O-Si a 1081 cm⁻¹; vibración de estiramiento simétrico Si-O-Si a 855 cm⁻¹. La muestra mostró un hombro de Si-OH en aproximadamente 3400 cm⁻¹ que se atribuye a los silanoles de la superficie dentro de los grupos hidroxilo internos y externos de la estructura mesoporosa y también señala moléculas de agua adsorbidas. Este resultado concuerda con los espectros encontrados por otros autores [3,4], que produjeron nanopartículas de sílice mesoporosa sintetizada mediante la ruta sol-gel y obtuvieron un material con características similares. La banda situada a 910 cm⁻¹ se ha atribuido a radicales CH₂ del TEOS [5].

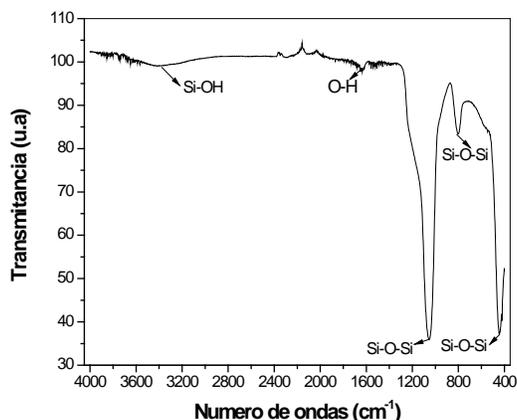


Fig. 1. Espectro FTIR de los grupos funcionales en las muestras sintetizadas por el método sol-gel a partir de silicato de sodio.

Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El análisis de (SEM) de la Fig. 2(a) permite examinar la morfología y tamaños de las partículas nanométricas obtenidas. Las fotografías microscópicas de las nanopartículas presentan aglomerados, lo que se está observando parece mucho a un gel, producto derivado de la fuente de silicato. Así, pueden observarse partículas globulares, con una distribución de tamaños que oscilan entre alrededor de 132.69 nm ± 1.68 de diámetro promedio (Fig. 3). Además, se realizó mapeo elemental y análisis puntual mediante EDX, para analizar la distribución de los elementos

que componen la muestra. En la Fig. 2(b) se observan formaciones ricas principalmente en oxígeno (56.3 wt %), silicio (43.1 wt %), y aluminio (0.6 wt %) corroborando los resultados obtenidos por FRX.

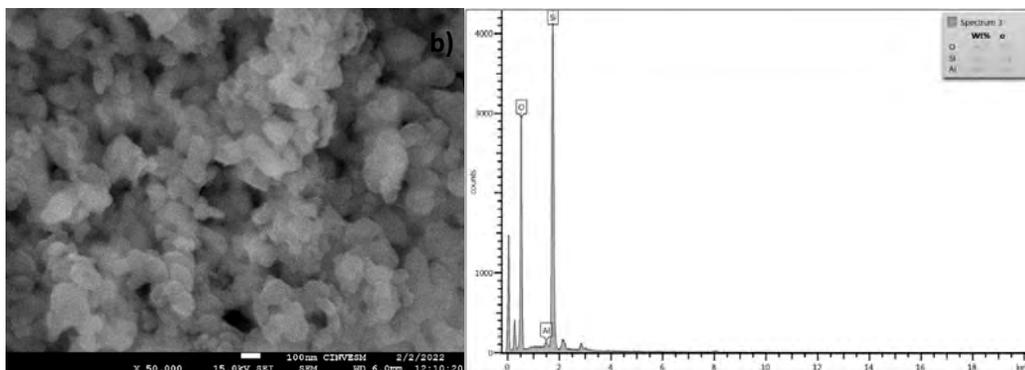


Fig 2. Microscopía electrónica con Espectroscopía de energía dispersa de rayos X de las partículas sintetizadas por sol-gel a partir de silicato de sodio.

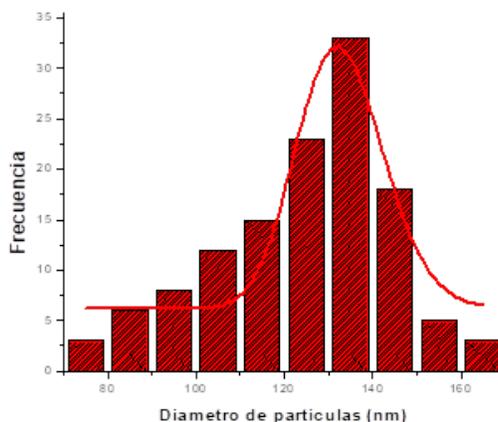


Fig. 3. Distribución de tamaños de las partículas sintetizadas en nm utilizando el software ImageJ.

Difracción de rayos x de ángulo bajo (SAXRD)

La figura 4 muestra las diferentes señales de difracción las cuales permitieron determinar la correcta estructura mesoporosa del material sintetizado. Como se puede observar, el difractograma en el intervalo de $2\theta = 0^\circ$ a 10° demuestra una reflexión muy ancha (pico [1,0,0]) ubicada en $2\theta = 2.25^\circ$ aproximadamente. Observándolo con más precisión, el difractograma muestra otros picos más ensanchados lo cual se pueden indexar como [1,1,0] y [2,0,0], picos de Bragg característicos también de una estructura mesoporosa hexagonal, según ha sido reportado por diversos autores, la presencia de este pico representa cierto orden en los poros, por lo cual se confirma la estructura deseada en las nanopartículas [3, 6-8].

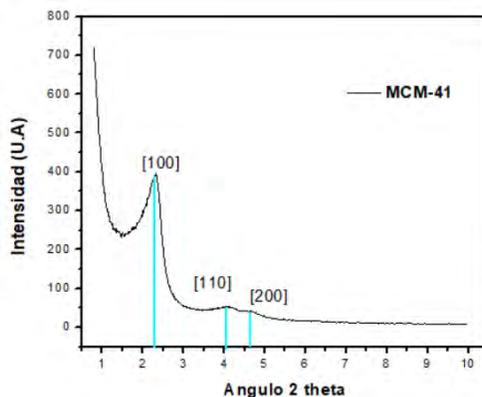


Fig. 4. Difractograma del resultado de análisis SAXRD de las partículas sintetizadas con silicato de sodio.

Fisisorción de N_2 por el método de Brunauer-Emmentt-Teller (BET)

Del análisis de área superficial mediante el ensayo de fisisorción nitrógeno por el método BET (Brunauer-Emmett-Teller), se obtuvo un área superficial específica de $840.142 \text{ m}^2/\text{g}$, diámetro medio de poro de 1.628 nm y volumen de poro de $0.629 \text{ cm}^3/\text{g}$. Según la clasificación presentada en estudios anteriores, se puede concluir que los valores de los parámetros de estructura (áreas superficiales y diámetros de poro) concuerdan con un material de naturaleza microporosa (Rosenholm et al., 2010). Sin embargo, la figura 5 muestra las isotermas de adsorción/desorción de N_2 de las muestras sintetizadas las cuales son isotermas del tipo IV, típico de los materiales mesoporosos según la clasificación de la IUPAC (Kinashi et al., 2012), con el punto de inflexión aproximadamente en $p/p_0 = 0.22$. Esta isoterma tiene 3 rangos bien definidos. A bajas presiones relativas, se observa un aumento gradual, que es causado por la adsorción mono y multicapa en las paredes de los poros; luego se observa un aumento brusco en los valores medios de p/p_0 , que resulta de la condensación capilar; y finalmente, se observa un aumento lineal gradual en valores altos de p/p_0 , que está asociado con la adsorción en la superficie externa de las muestras [3-4, 6] (Majchrzak-Kucęba & Nowak, 2011; Serrano et al., 2018).

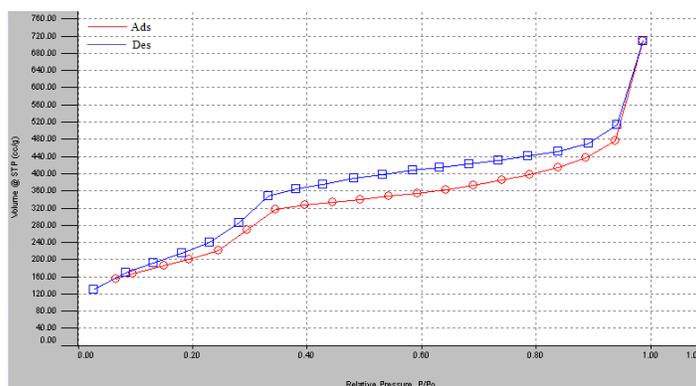


Figura 5. Isotermas de adsorción-desorción de N_2 de las partículas sintetizadas.

CONCLUSIONES

En este trabajo de investigación se realizó un procedimiento de fusión alcalina, el cual demostró ser una técnica adecuada para cambiar las características fisicoquímicas del vidrio y para obtener como producto final soluciones translúcidas de silicato de sodio. También se demostró que las soluciones de silicato de sodio obtenidas pueden

ser utilizadas como precursores de una síntesis sol-gel para el crecimiento de partículas tipo MCM-41, dando como resultado partículas submicrométricas de alrededor $132.69 \text{ nm} \pm 1.68$ de diámetro, con una estructura hexagonal de los poros como corroboran los resultados de SAXRD. Asimismo, se comprobó mediante FRX el grado de pureza de las nanopartículas teniendo como principalmente SiO_2 en proporción mayor al 98.8 %. Mediante el análisis de resultados de FTIR se confirmó la aparición de las bandas asociadas a la formación de los grupos funcionales de las NSM, y subproductos de la síntesis; corroborando la eliminación correcta del surfactante. También el análisis de área superficial mediante el ensayo de fisisorción nitrógeno por el método BET (Brunauer-Emmet-Teller), demostró que se sintetizó un material mesoporoso con un área superficial específica de $840.142 \text{ m}^2/\text{g}$, un diámetro medio de poro de 1.628 nm y un volumen de poro de $0.629 \text{ cm}^3/\text{g}$.

AGRADECIMIENTOS

Los análisis fueron realizados en el Laboratorio Nacional de Nano y Biomateriales, Cinvestav-IPN; financiado por los proyectos FOMIX-Yucatán 2008-108160, CONACYT LAB-2009-01-123913, 292692, 294643, 188345 y 204822. Se agradece a la Dra. Patricia Quintana por el acceso a LANNBIO, al M.C Daniel Aguilar Treviño por la obtención de los difractogramas y al Ing. Emilio Corona por mantenimiento correctivo difractorómetro D-8 advance.

REFERENCIAS

1. INEGI, I. N. de E. y G. Censo Nacional de Gobiernos Municipales y Demarcaciones Territoriales de la Ciudad de Mexico 2019: Residuos sólidos y urbanos (p. 35).
2. Rosenholm, J. M., Sahlgren, C., & Lindén, M. (2010). Towards multifunctional, targeted drug delivery systems using mesoporous silica nanoparticles - Opportunities & challenges. *Nanoscale*, 2(10), 1870–1883. DOI: <https://doi.org/10.1039/c0nr00156b>
3. Kamarudin, N. H. N., Jalil, A. A., Triwahyono, S., Salleh, N. F. M., Karim, A. H., Mukti, R. R., Hameed, B. H., & Ahmad, A. (2013). Role of 3-aminopropyltriethoxysilane in the preparation of mesoporous silica nanoparticles for ibuprofen delivery: Effect on physicochemical properties. *MICROPOROUS AND MESOPOROUS MATERIALS*, 21–26. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2013.06.041>
4. Majchrzak-Kuceba, I., & Nowak, W. (2011). Characterization of MCM-41 mesoporous materials derived from polish fly ashes. *International Journal of Mineral Processing*, 101(1–4), 100–111. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2011.09.002>
5. Limpo, J., Rubio, J., & Oteo, J. L. (1993). Estudio por FT-IR de la hidrólisis del tetraetilortosilicato. *Bol Soc. Esp. Ceram. Vidr*, 32, 31–35.
6. Kresge, C. T., & Roth, W. J. (2013). The discovery of mesoporous molecular sieves from the twenty year perspective. *Chem Soc Rev*, 3–5. DOI: <https://doi.org/10.1039/c3cs60016e>
7. Mas Font, N. (2014). Design of new hybrid nanomaterials with molecular gates as nanodevices for therapeutic applications. In Universidad Politécnica de Valencia.
8. P. da Silva, A. C., Cordeiro, P. H. Y., Estevão, B. M., Caetano, W., Eckert, H., Santin, S. M. O., Moisés, M. P., Hioka, N., & Tessaro, A. L. (2019). Synthesis of highly ordered mesoporous MCM-41: Selective external functionalization by time control. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 30(8), 1599–1607. DOI: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190058>
9. Serrano, M. R., Saracho, A. M. P. G., Acosta, D. E., Bonini, N. A., Gonzo, E. E., & Parentis, M. L. (2018). Síntesis de sílice mesoestructurada: determinación de las condiciones óptimas de extracción del templat. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 23(2). DOI: <https://doi.org/10.1590/s1517-707620180002.0465>

CISQM-SN-PO01

Síntesis y caracterización de nanoesferas de Au⁰ y Ag⁰ obtenidas a partir de los taninos de *Rubus palmeri* y evaluación de su actividad antioxidante

Damaris, A. Mendoza-Martínez, José A. Gurrola-Ríos, Julio Montes-Avila, Saraid Mora-Rochín, Edith O. Cuevas-Rodríguez*
Universidad Autónoma de Sinaloa
Damaris_am_05@hotmail.com

RESUMEN

El presente estudio reporta la obtención de nanopartículas de plata (AgNPs) y oro (AuNPs) a través de un proceso de síntesis verde a temperatura ambiente, utilizando taninos de *Rubus palmeri* (TRp) como agente reductor y estabilizador. La síntesis fue monitoreada a través de espectroscopia UV-vis observando la resonancia de plasmon superficial (RPS) a 410 nm para AgNPs-TRp y 530 nm para AuNPs-TRp. La microscopía electrónica de barrido (SEM) permitió determinar tamaños de partículas de 14 nm para AgNPs-TRp y 22 nm para AuNPs-TRp, presentando una morfología esférica predominante en ambos coloides. Los ensayos ORAC y ABTS permitieron determinar la capacidad antioxidante de los taninos pre y post síntesis, mostrando una diferencia significativa a partir del método ORAC, adicionalmente el método ABTS mostró valores de 8.76 ± 0.49 $\mu\text{mol ET/mg}$ para TRp, 8.43 ± 0.29 para AuNPs-TRp y 12.5 ± 0.93 para AgNPs-TRp, demostrando un aumento 48.2 % para la capacidad antioxidante de AgNPs.

CISQM-SN-PO02

Reactividad de cúmulos metálicos con ligantes derivados de piridina

V. González-López, E. A. Ramírez, J. S. Hernández, A. L. Carrasco, M. J. Rosales-Hoz

Departamento de Química, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, Av. Instituto Politécnico Nacional 2508, Col. San Pedro Zacatenco, Ciudad de México.

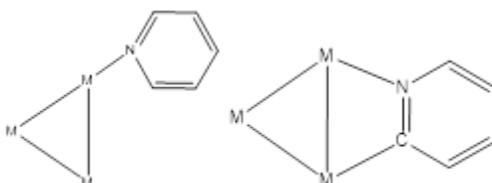
mrosales@cinvestav.mx

RESUMEN

Se estudiaron las reacciones de $[H_4Ru_4(CO)_{12}]$ con piridina, 2-, 3- y 4-picolina, 4,4'-bipiridina bajo diversas condiciones experimentales. Se obtuvieron productos de mono- y di sustitución de carbonilos por ligantes piridinas y en algunos casos, productos tronculares con ligantes piridina orto-metalados. Los productos de las reacciones se caracterizaron por técnicas espectroscópicas como infrarrojo y resonancia magnética nuclear y se determinaron las estructuras por difracción de Rayos X de monocristal. La reacción con 4,4'-bipiridina produjo una especie en que el ligante bipiridina puentea dos cúmulos tetranucleares. Con fines de comparación, se estudió la reacción de $[Ru_3(CO)_{12}]$ con 4,4'-bipiridina y también se observa la formación de un compuesto puenteado con cada uno de los anillos de piridina coordinado en modo ortometalado.

INTRODUCCIÓN

La piridina y sus derivados han sido ampliamente estudiados como ligantes en compuestos de coordinación. [1] También se han descrito una gran variedad de reacciones de cúmulos metálicos con piridina y piridinas sustituidas. [2] Si bien, la coordinación a través del nitrógeno era lo esperado en estas últimas reacciones, la orto-metalación demostró ser una característica frecuentemente encontrada. [3] En el Esquema 1 se muestran estos modos de coordinación posibles.



Esquema 1. Modos de coordinación de piridina en cúmulos metálicos.

La mayoría de las reacciones llevadas a cabo con piridinas o piridinas sustituidas han utilizado cúmulos di- y trinucleares. Se ha hecho poco con cúmulos de mayor nuclearidad. Tanto la coordinación a través del átomo de nitrógeno como orto-metalación, se observan en los productos de la reacción de $[H_2Os_5(CO)_{15}]$. [4]

En años recientes, se ha observado el potencial de los ligantes derivados de bipiridinas para obtener estructuras supramoleculares de interés en diversas áreas. [5] Esto nos motivó a realizar un estudio de la reactividad de 4,4'-bipiridina con el cúmulo tetraédrico $[H_4Ru_4(CO)_{12}]$ y analizar la posibilidad de coordinar varios ligantes a los diferentes átomos metálicos. Para iniciar el estudio, se empezó con piridina. En este trabajo se describen los resultados.

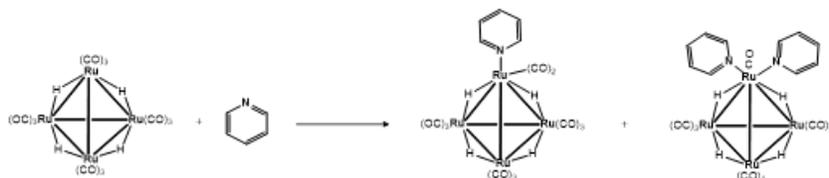
METODOLOGÍA

El cúmulo $[Ru_3(CO)_{12}]$ y los ligantes se adquirieron de Aldrich y se utilizaron sin purificación adicional. Los disolventes se secaron de acuerdo a los procedimientos descritos. Las reacciones se llevaron a cabo en atmósfera

de nitrógeno excepto para la reacción de $[\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}]$ con bipyridina en que se utilizó hidrógeno. Las mezclas de reacción fueron separadas utilizando cromatografía en capa fina.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

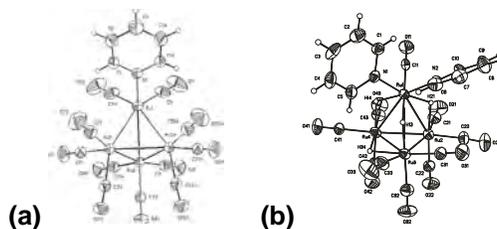
Para iniciar el estudio de las reacciones de $\text{H}_4\text{Ru}_4(\text{CO})_{12}$ (compuesto 1) con bipyridina, es llevó a cabo la reacción del cúmulo con piridina, como se muestra en el esquema 2, en presencia de Me_3NO como activador del enlace M-CO. Se observó la formación de los derivados de mono- y di-sustitución con piridina en bajos rendimientos (Compuestos 2 y 3). Se hicieron experimentos variando la relación estequiométrica del cúmulo y de la piridina, pero en todos los casos se obtuvo la mezcla de los dos productos además de materia prima recuperada. Los productos de sustitución descomponen en soluciones de diclorometano o cloroformo para formar el complejo $[\text{Ru}(\text{py})_2\text{Cl}_2(\text{CO})_2]$.



Esquema 2. Reacción de $[\text{H}_4\text{Ru}_4(\text{CO})_{12}]$ con piridina.

Los espectros de RMN de protón muestran un desplazamiento de las señales de hidruros. Mientras que en el compuesto 1, se observa una única señal de hidruro en δ -17.80; la señal del derivado monosustituído; compuesto 2; se observa como un singulete en -17.49 y el complejo 3 muestra dos señales sencillas en -14.27 y -22.72 ppm. Éste último espectro cambia cuando se mide a baja temperatura y a -60°C , muestra 4 señales sencillas en -14.40, -15.70, -22.20 y -23.60. Las señales correspondientes a las piridinas también se desdoblán en varias señales. Este comportamiento nos indica que existe un equilibrio dinámico en los grupos hidruro, fenómeno relativamente común en este tipo de compuestos. [6]

Se obtuvieron cristales adecuados de 2 y 3 y las estructuras se muestran en la Fig. 1. El compuesto 2 presenta la estructura tetraédrica con un ligante piridina coordinado a uno de los átomos de rutenio. En el caso del compuesto 3, las dos moléculas de piridina se encuentran coordinadas al mismo átomo metálico.



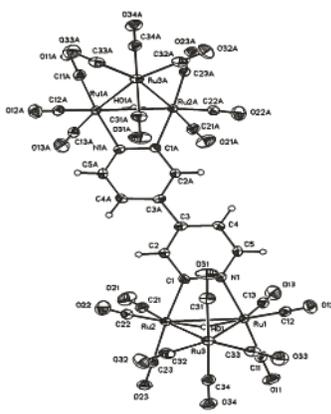


Fig. 1. Estructuras moleculares de los compuestos 2 (a), 3 (b) y 4 (c).

La coordinación de dos ligantes a un solo átomo metálico es poco común en un cúmulo metálico. Hasta donde sabemos, solamente se ha observado en el caso de difosfinas o diaminas que forman un anillo quelato. [7,8] En este momento, no tenemos una forma de explicar este comportamiento.

Con la finalidad de observar el efecto de la presencia de un sustituyente en la piridina, se hicieron las reacciones de 1 con 2, 3, y 4-picolina en presencia de Me_3NO en las mismas condiciones que las reacciones de piridina. En todos los casos, se obtuvo el derivado mono-sustituido y solamente en la 4-picolina se obtuvo el disustituido, isoestructural con el complejo de piridina.

La reacción de 1 con 4,4'-bipiridina, se llevo a cabo en THF. Se aisló un producto rojo soluble, compuesto 4, en cloroformo con una sola señal de hidruro y señales que indican un solo tipo de sistema bipyridínico. La espectroscopía sugiere una estructura con el ligante bipyridina coordinado a dos cúmulos tetranucleares de rutenio. Dado que no se encontró en la literatura información sobre la reacción de la 4,4'-bipiridina con $[\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}]$ se decidió estudiar este sistema también. La reacción se hizo en hexano a reflujo en una atmósfera de hidrógeno. Se aisló un producto, compuesto 5, cuya espectroscopía sugería un complejo puenteado por la bipyridina. La estructura obtenida por cristalografía de rayos X se muestra en la Fig. 1c. Se puede apreciar que la bipyridina se coordinó en forma orto-metalada a dos fragmentos trinucleares de rutenio.

CONCLUSIONES

Las reacciones de $[\text{H}_4\text{Ru}_4(\text{CO})_{12}]$ con piridina mostraron la coordinación exclusiva a través del átomo de nitrógeno. Esto contrasta con lo descrito en la literatura para las reacciones de $[\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}]$ con piridina en donde la orto-metalación es la ruta favorecida. Este patrón con el cúmulo trinuclear se observó también en la reacción con la 4,4'-bipiridina.

REFERENCIAS

1. a) J. Reedijk. P. 73 en Vol. 1. *Comp. Coord. Chem.* Ed. G. Wilkinson. 1987. b) A. P. Smith and C. L. Fraser. Chap 1. , p. 1, Vol. 1. en *Comp. Coord. Chem.* II Ed. Ed. J. A. McCleverty and T. J. Meyer. 2004.
2. a) C. Choo Yin and A. J. Deeming. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1975**, 2091-2096. b) M. I. Bruce, M. G. Humphrey, M. R. Snow, E. R. T. Tiekink and R. C. Wallis. *J. Organometal. Chem.* **1986**, 314, 311-322. c) G. A. Foulds, B. F. G. Johnson and J. Lewis. *J. Organometal. Chem.* **1985**, 294, 123-129.
3. a) B. F. G. Johnson, J. Lewis, W. J. H. Nelson, M. A. Pearsall, P. R. Raithby, M. J. Rosales, M. McPartlin and A. Sironi. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1987**, 327-333. b) K. Sze-Yin Leung and W. T. Wong. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1997**, 4357-4360.

4. B. F. G. Johnson, J. Lewis, W. J. H. Nelson, M. A. Pearsall, P. R. Raithby, M. J. Rosales, M. McPartlin and A. Sironi. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1987**, 327.
5. U. S. Schubert and C. Eschbaume. *Angew Chem. Int. Ed. Engl.* **2002**, 41, 2892.
6. M. G. Ballinas-López, E. V. García-Báez and M. J. Rosales-Hoz. *Polyhedron.* **2003**, 22, 3403.
7. J. Puga, A. Arce, D. Braga, N. Centritto, F. Grepioni, R. Castillo and J. Ascanio. *Inorg. Chem.* **1987**, 26, 867-874.
8. H. Matsuzaka, T. Kodama, Y. Uchida and M. Hidai. *Organometallics.* **1988**, 7, 1608-1613.

CISQM-SN-PO03

Metabolitos como carbenos: Síntesis de carbenos NHC de Ag(I) y Au(I) derivados de teofilina

Erick Vargas Hernández, Gloria Sánchez Cabrera, José G. Alvarado Rodríguez, Francisco Javier Zuno Cruz*
Área Académica de Química, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Ciudad del Conocimiento, Carretera
Pachuca-Tulancingo Km 4.5 C.P. 42184. Mineral de la Reforma Hgo. México.
va295893@uaeh.edu.mx; fjzuno@uaeh.edu.mx

INTRODUCCIÓN

Las xantinas son productos naturales extraídos principalmente de cacao o café y están basados en compuestos del tipo purínico; asimismo se conoce que las xantinas tienen una gran variedad de propiedades, principalmente medicinales. Dentro del grupo de las xantinas, se encuentra la cafeína, teobromina y teofilina, siendo esta última en que está centrado este trabajo, debido a que reportes desde 1975 han mostrado a la teofilina como buen antecesor para síntesis de compuestos tipo NHC. [1, 2]

Un carbeno *N*-heterocíclico (NHC) son especies cíclicas que tienen uno o más átomos de nitrógeno y un átomo de carbono de tipo carbénico, que es una especie neutra que posee 6 electrones en su capa de valencia y es altamente reactivo. [3] Los compuestos NHC presentan una gran versatilidad en sus propiedades estéricas y electrónicas, las cuales pueden ser fácilmente controlables a partir de la funcionalidad de los grupos sustituyentes, lo que puede ejercer un efecto de protección tipo "abanico" sobre el centro metálico. [4]

La síntesis de complejos carbénicos metálicos de tipo NHC-Ag(I) se puede llevar a cabo por dos rutas: la primera consiste en la reacción entre un carbeno libre y una sal de plata [5], mientras que la segunda ruta propone la reacción *in-situ* de una sal de azolio con un agente básico de plata, como el Ag₂O. [6] El interés por la síntesis de los complejos metálicos de NHC-Ag(I), surge a partir de la facilidad en su preparación, siguiendo la reacción *in-situ* y el gran potencial de estos compuestos en diversas aplicaciones, como en medicina o en reacciones de transmetalación para la obtención de NHC de otros metales de transición [7].

Por otro lado, los complejos metálicos NHC de Au(I) se pueden sintetizar mediante una reacción de transmetalación a partir del complejo metálico NHC de Ag(I) y en presencia de una fuente de Au(I) como el cloro(dimetilsulfuro)oro(I) [AuCl(SMe₂)], siendo esta ruta la más sencilla permite controlar la síntesis entre un complejo mono- o uno bis-carbénico. [8] También se pueden obtener de manera directa a partir de la reacción entre el carbeno libre con una sal de oro [9]. El interés en complejos *N*-heterocíclicos de oro(I) recae en su síntesis sencilla a partir de NHC de Ag(I) y, en sus aplicaciones en biosensores y en el área de medicina como anticancerígenos o antimicrobianos. [3]

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Procedimientos Generales, materiales y equipos

Todas las reacciones fueron llevadas a cabo bajo atmósfera inerte. El material de vidrio y cánulas se usaron en condiciones anhidras, por lo que se secaron previamente en una estufa a temperatura de 110 °C por al menos doce horas. Los disolventes se evaporaron a presión reducida usando una línea doble de vacío y nitrógeno. Todos los disolventes utilizados se secaron y se purificaron previamente utilizando las técnicas descritas.¹⁰ Todos los reactivos utilizados fueron grado reactivo marca Aldrich y se usaron sin previa purificación. Los espectros de infrarrojo (IR) se obtuvieron en un espectrómetro GX Perkin Elmer FT-IR. Los experimentos de resonancia magnética (RMN) para los núcleos ¹H, ¹³C{¹H} y ¹⁹F se obtuvieron en un equipo Bruker 400 MHz, utilizando disolventes CDCl₃ y D₂O a temperatura ambiente.

Síntesis del 7-alil-1,3-dimetilxantina, [A(Me)₂Xa] (1)

1,3-dimetilxantina (1.2 g, 6.67 mmoles) se colocó en un matraz Schlenk con atmósfera inerte de nitrógeno y una emulsión de un exceso de hidruro (0.208 g, 8.66 mmoles) en 15 mL de THF seco y se dejó agitar por 4 horas a 66 °C. Después de terminado el tiempo de reacción se colocó cloruro de alilo (2.05 g, 2.19 mL, 26.68 mmoles) y se dejó a temperatura de reflujo por 4 días. Terminando el tiempo de reflujo, se extrae la solución y al sólido se le hicieron lavados con THF (3x3 mL) la solución se evapora y se obtiene al compuesto **1** con un rendimiento del 23 % (Esquema 1(a)).

Síntesis de [A(Me)₃Xa][BF₄] (2)

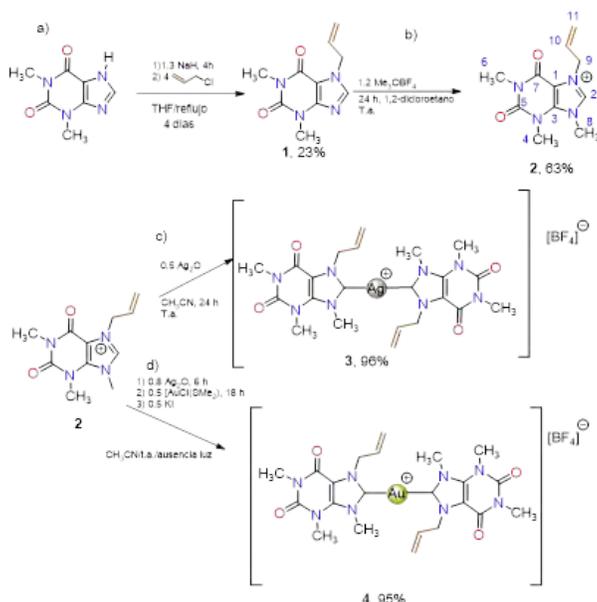
7-alil-1,3-dimetilxantina (**1**) (0.340 g, 1.54 mmoles) y tetrafluoroborato de trimetiloxonio (0.288 g, 1.85 mmoles) se colocaron en un matraz balón en 5 mL de 1,2-dicloroetano seco a temperatura ambiente por 24 horas. Al término del tiempo de reacción, se evaporó parcialmente el solvente y se le añadió éter etílico para obtener un precipitado de color blanquecino. Al precipitado se le hicieron lavados con THF (3x2 mL) lo que permitió obtener al compuesto [A(Me)₃Xa][BF₄] (**2**) con un rendimiento de 63 % (Esquema 1(b)).

Síntesis de [Ag{A(Me)₃Xa}₂][BF₄] (3)

Tetrafluoroborato de 7-alil-1,3,9-trimetilxantinio (**2**) (0.053 g, 0.16 mmoles) y Ag₂O (0.0191 g, 0.08 mmoles) se colocaron en un matraz balón, en 5 mL de CH₃CN seco y se dejó a temperatura ambiente por 6 horas en ausencia de luz. La mezcla obtenida se filtró a través de una columna empacada con celita usando CH₃CN como eluyente, para obtener al compuesto [Ag{A(Me)₃Xa}₂][BF₄] (**3**) con un rendimiento del 96 % (Esquema 1(c)).

Síntesis de [Au{A(Me)₃Xa}₂][BF₄] (4)

Tetrafluoroborato de 7-alil-1,3,9-trimetilxantinio (**2**) (0.051 g, 0.158 mmoles) y Ag₂O (0.030 g, 0.127 mmoles) se colocaron en un matraz balón, en 5 mL de CH₃CN seco y se dejó a temperatura ambiente por 6 horas en ausencia de luz. Al término del tiempo de reacción se añadió [AuCl(SMe₂)] y se dejó reaccionar por 18 horas a temperatura ambiente. A la mezcla obtenida se se le adicionaron 0.5 equivalente de KI y se filtró a través de una columna empacada con celita usando CH₃CN como eluyente, obteniendo al compuesto [Au{A(Me)₃Xa}₂][BF₄] (**4**) con un rendimiento del 95 % (Esquema 1(d)).



Esquema 1. Reacciones para la síntesis de la sal $[A(Me)_3Xa][BF_4]$ (**2**) y de los complejos $[Ag\{A(Me)_3Xa\}_2][BF_4]$ (**3**) y $[Au\{A(Me)_3Xa\}_2][BF_4]$ (**4**).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Para la síntesis de los compuestos **1** y **2** se hizo una modificación de la metodología descrita en la literatura¹⁰, para el caso de **1** se aumentó el tiempo de reacción después de añadir la teofilina de 24 horas a 4 días, lo que mejoró el rendimiento de reacción considerablemente. En la reacción de la síntesis del 7-allyl-1,3-dimetilxantina (**1**) ocurre primero la desprotonación del 1,3-dimetilxantina con ayuda de una base fuerte, en este caso hidruro de sodio, una vez formado el anión amiduro, reacciona vía S_N2 con cloruro de alilo.

El compuesto **2** se sintetizó en un rendimiento moderado a partir de la reacción de **1** con $(CH_3)_3OBF_4$ en una estequiometría 1:1.2 en 1,2-dicloroetano durante 24 horas. Por otro lado, el compuesto $[Ag\{A(Me)_3Xa\}_2][BF_4]$ (**3**) se sintetizó casi cuantitativamente siguiendo la metodología descrita para la obtención de complejos de NHC-Ag(I) derivados de imidazol,⁶ a partir de la reacción entre la sal de xantino **2** y Ag_2O en una relación estequiométrica 2:1 en acetonitrilo durante 24 horas. De igual forma siguiendo la metodología descrita en la literatura¹¹ fue posible sintetizar al complejo $[Au\{A(Me)_3Xa\}_2][BF_4]$ (**4**) en un excelente rendimiento a partir de la reacción de formación del complejo **3** (descrita anteriormente) y de la reacción de transmetalación *in situ* con $[AuCl(SMe_2)]$ y en agitación a temperatura ambiente por 18 horas, al finalizar el tiempo de reacción se adicionó KI para eliminar el Ag_2O remanente.

Los compuestos obtenidos han sido caracterizados mediante RMN de 1H (tabla 1), RMN de $^{13}C\{^1H\}$ (tabla 2) y RMN de ^{19}F . En los espectros de resonancia magnética nuclear de 1H y ^{13}C se observaron las señales características para los diferentes tipos de hidrógeno y de carbono presentes en el compuesto en cuestión. En el espectro de RMN de 1H de $[A(Me)_3Xa][BF_4]$ (**2**) se observó a la señal característica del hidrogeno del carbono carbénico H^2 a frecuencias altas en 9.06 ppm. El espectro de infrarrojo del compuesto **2** mostró las bandas de vibración características para los enlaces $=CH_2$, $C=CH_2$ del grupo alilo. En el espectro de RMN de 1H del compuesto $[Ag\{A(Me)_3Xa\}_2][BF_4]$ (**3**) no se observó la señal característica del H^2 a frecuencias altas. Mientras que en el espectro de RMN de ^{13}C se observó una señal en 185.5 ppm correspondiente al carbono carbénico (C^2). También se llevó a cabo un espectro de RMN de ^{19}F el cual mostró una señal simple en -152.0 ppm, lo que corrobora la presencia del contraión BF_4^- y la formación de una especie biscarbénica. En el espectro de RMN de ^{13}C del

compuesto $[\text{Au}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (**4**) se observó una señal en 187.9 ppm correspondiente al carbono carbénico (C^2). También se llevó a cabo un espectro de RMN de ^{19}F el cual mostró una señal simple en -152.8 ppm, lo que corrobora la presencia del contraión BF_4^- .

Asimismo, se obtuvieron cristales adecuados para realizar un estudio por difracción de rayos X de monocristal de la sal Tetrafluoroborato de 7-ailil-1,3,9-trimetilxantina (**2**) (Fig. 1(a)) y del complejo $[\text{Au}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (**4**) (Fig. 1(b)) en estado sólido mediante técnicas de difracción de rayos X de monocristal.

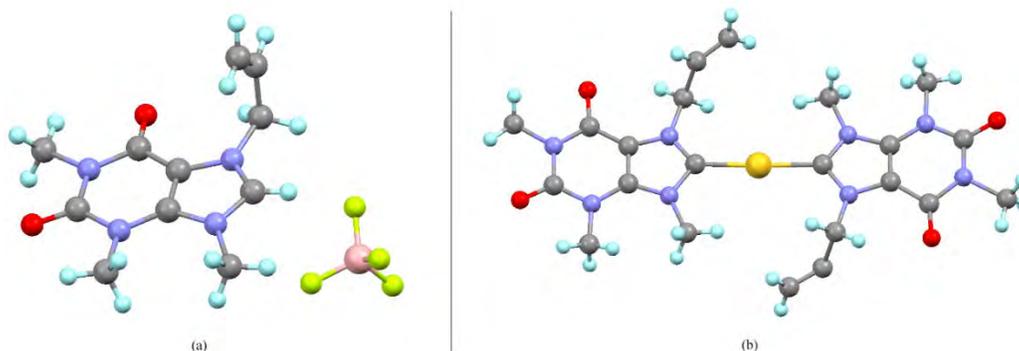


Fig. 1. Estructura molecular de compuesto $[\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}][\text{BF}_4]$ (**2**) y del catión de **4**, $[\text{Au}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2]^+$.

Tabla 1. Datos espectroscópicos de RMN de ^1H para los compuestos sintetizados.

Compuesto	RMN ^1H (400 MHz) δ (ppm)
7-ailil-1,3-dimetilxantina $[\text{A}(\text{Me})_2\text{Xa}]$ (1)	7.55 (1 H, s, H^2), 6.02 (1 H, m, H^{10}), 5.29 (1 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=10.2$ Hz, $\text{H}^{11\text{b}}$), 5.21 (1 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=17.0$ Hz, $\text{H}^{11\text{a}}$), 4.92 (2 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=5.8$ Hz, H^9), 3.56 (3 H, s, H^4), 3.37 (3 H, s, H^6).
$[\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}][\text{BF}_4]$. (2)	9.06 (1 H, s, H^2), 6.11 (1 H, m, H^{10}), 5.47 (1 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=10.4$ Hz, $\text{H}^{11\text{b}}$), 5.38 (1 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=17.2$ Hz, $\text{H}^{11\text{a}}$), 5.16 (2 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=5.8$ Hz, H^9), 4.23 (3 H, s, H^8), 3.84 (3 H, s, H^4), 3.39 (3 H, s, H^6).
$[\text{Ag}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (3)	6.10 (2 H, m, H^{10}), 5.33 (2 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=10.2$ Hz, $\text{H}^{11\text{b}}$), 5.25 (2 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=17.1$ Hz, $\text{H}^{11\text{a}}$), 5.12 (4 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=5.0$ Hz, H^9), 4.23 (6 H, s, H^8), 3.82 (6 H, s, H^4), 3.35 (6 H, s, H^6).
$[\text{Au}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (4)	6.12 (2 H, m, H^{10}), 5.31 (2 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=10.3$ Hz, $\text{H}^{11\text{b}}$), 5.23 (2 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=17.3$ Hz, $\text{H}^{11\text{a}}$), 5.22 (4 H, d, $^3J_{\text{H}^1\text{H}^2}=5.2$ Hz, H^9), 4.29 (6 H, s, H^8), 3.81 (6 H, s, H^4), 3.34 (6 H, s, H^6).

Tabla 2. Datos espectroscópicos de RMN de $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ para los compuestos sintetizados.

Compuesto	RMN $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ (100 MHz) δ (ppm)
$[\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}][\text{BF}_4]$. (2)	154.4 (1 C, s, C^7), 151.6 (1 C, s, C^5), 140.0 (1 C, s, C^3), 139.4 (1 C, s, C^2), 129.6 (1 C, s, C^{10}), 121.2 (1 C, s, C^{11}), 108.2 (1 C, s, C^1) 51.1 (1 C, s, C^9), 37.1 (1 C, s, C^8), 31.6 (1 C, s, C^4), 28.6 (1 C, s, C^6).
$[\text{Ag}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (3)	185.5 (2 C, s, C^2), 153.5 (2 C, s, C^7), 150.9 (2 C, s, C^5), 140.8 (2 C, s, C^3), 133.0 (2 C, s, C^{10}), 117.9 (2 C, s, C^{11}), 109.2 (2 C, s, C^1) 52.6 (2 C, s, C^9), 40.3 (2 C, s, C^8), 32.1 (2 C, s, C^4), 28.8 (2 C, s, C^6).
$[\text{Au}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (4)	187.9 (2 C, s, C^2), 153.3 (2 C, s, C^7), 150.7 (2 C, s, C^5), 140.7 (2 C, s, C^3), 132.7 (2 C, s, C^{10}), 117.3 (2 C, s, C^{11}), 108.6 (2 C, s, C^1) 52.0 (2 C, s, C^9), 39.5 (2 C, s, C^8), 32.1 (2 C, s, C^4), 28.8 (2 C, s, C^6).

CONCLUSIONES

La metodología empleada permitió la síntesis de la sal cuaternaria de xantinio **2** en buenos rendimientos, la cual presentó buena reactividad con los compuestos Ag_2O y $[\text{AuCl}(\text{SMe}_2)]$ para obtener a los carbenos *N*-heterocíclicos de plata (I) y oro (I), $[\text{Ag}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (**3**) y $[\text{Ag}\{\text{A}(\text{Me})_3\text{Xa}\}_2][\text{BF}_4]$ (**4**) respectivamente.

La información espectroscópica permite confirmar la formación de los carbenos metálicos de Ag(I) y Au(I) derivados de la sal de xantinio **2**, como especies biscarbénicas y que tiene al anión tetrafluoroborato como contraión.

Asimismo, la caracterización en el estado sólido por difracción de rayos X de monocristal de los compuestos **2** y **4** permitió corroborar su estructura, la cual está en concordancia con lo observado en solución.

REFERENCIAS

1. Yousaf, M; Fawad, A; Faiz, S; Javed, S; Irfan, M. *J. Heterocycl. Chem.* **2018**, *55*, 2447-2479.
2. Eslava-Gonzalez, I; Valdés, H; Ramírez-Apan, M; Hernandez-Ortega, S; Zermeño-Ortega, M; Avila-Sorrososa, A; Morales-Morales, D. *Inorg. Chim. Acta.* **2020**, *507*, 119588.
3. Lin, J; Huang, R; Lee, C; Bhattacharyya, A; Hwang, W; Lin, I. *J. Chem. Rev.* **2009**, *109*, 3561-3598.
4. Liddle, S; Edworthy, I; Arnold, P. *Chem. Soc. Rev.* **2007**, *36*, 1732-1744.
5. Arduengo, A; Harlow, R; Kline, M. *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, *1*, 361-363.
6. Wang, H; Lin, I. *Organometallics.* **1998**, *17*, 972-975.
7. Lin, I. J. B; Vasam, C. *Comments Inorg. Chem.* **2004**, *25*, 75-129.
8. Holmes, M; Manganaro, J; Barnes, C; Gung, B. *J. Organometallics.* **2015**, *795*, 18-24
9. Zhu, S; Liang, R; Chen, L; Wang, C; Ren, Y; Jiang, H. *Tetrahedron Lett.* **2012**, *53*, 815-818.
10. Armarego, W. Purification of Laboratory Chemicals. Butterworth-Heinemann/Elsevier, 2017
11. Bertrand, B; Stefan, L; Pirrota, M; Monchaud, D; Bodio, E; Richard, P; Le-Gendre, P; Warmerdam, E; Jager, M; Groothuis, G; Picquet, M; Casini, A. *J. Am. Chem. Soc.* **2014**, *53*, 2296-2303.

CISQM-SN-PO04

Síntesis de un nuevo sistema híbrido farmacofórico del tipo tetrazol 1,5-disustituido-1,2,3-triazol fusionado mediante una secuencia RMC de alto orden/S_N2/Ciclación intramolecular alquino-azida

Carlos Jesús Cortés García^{1*}, Cesia Manuella Aguilar Morales¹, Gabriela Servín García¹, Ana Karen García Dueñas¹, Hugo Cervantes Valencia¹, Rosa E. del Río¹, Alejandro Islas Jácome², Luis Chacón García¹

¹Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, C.P. 58030 Morelia, Michoacán, México.

²Departamento de Química, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Avenida Ferrocarril San Rafael Atlixco, número 186, Colonia Leyes de Reforma 1A Sección, Alcaldía Iztapalapa, Ciudad de México C.P. 09310, México.

ccortes@umich.mx

RESUMEN

Se desarrolló una estrategia sintética novedosa para la obtención de moléculas híbridas del tipo tetrazol 1,5-disustituido-1,2,3-triazol fusionado en dos etapas de reacción y en rendimientos moderados. La primera etapa de reacción involucra una reacción de multicomponentes de alto orden (5-CR) para obtener los *N*-acilados tetrazol, que sin purificar se someten a la segunda etapa de reacción que consiste en dos procesos, donde el primero es una reacción de S_N2 con la azida de sodio y que seguida de una reacción intramolecular alquino azida generaron el 1,2,3-triazol fusionado. Las moléculas objetivo se obtuvieron bajo un protocolo operacionalmente simple permitiendo obtener diversidad estructural. Por último, estos compuestos al ser considerados híbridos farmacofóricos serán de gran relevancia en química medicinal.

INTRODUCCIÓN

La hibridación molecular es un concepto relativamente novedoso desde el punto de vista sintético, que tiene como objetivo diseñar series de moléculas bioactivas a partir de dos o más fragmentos farmacofóricos unidos covalentemente de una manera eficiente, en un mínimo de etapas y con diversidad de grupos funcionales y que mediante efecto sinérgico se espera que sean más activos que el fármaco de comparación. [1] Una de las herramientas de síntesis que cumplen con estos criterios son las reacciones de multicomponentes (RMC) que permiten acceder de una manera eficiente a quimiotecas de compuestos de cierta complejidad estructural y/o alto grado de funcionalización, a las cuales es complicado acceder a través de una síntesis lineal o convencional multipasos. [2] De las RMC más importantes son las que hace uso de isonitrilos (RMC-I) y entre estas, la de mayor importancia biológico-sintético son las RMC de Ugi-azida, en el cual se hace reaccionar un componente amina primaria o secundaria, un componente carbonilo de cetona o aldehído, trimetilsilil azida y un isonitrilo, obteniendo tetrazoles 1,5-disustituidos (T-1,5-DS), que son considerados fragmentos farmacofóricos debido a su amplio rango de actividades biológicas y farmacológicas; algunos ejemplos se presentan en la Fig. 1. [3, 4]

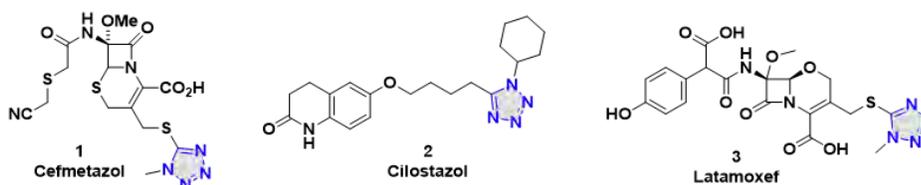


Fig. 1. Tetrazoles 1,5-disustituidos con actividad farmacológica.

Por otro lado, los 1,2,3-triazoles -1,4-disustituídos son núcleos privilegiados que se encuentran en una plétora de compuestos bioactivos y en fármacos aprobados por la FDA, algunos ejemplos se muestran en la Fig. 2. [5]

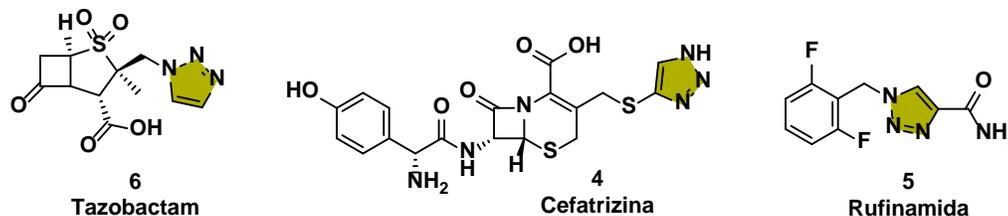
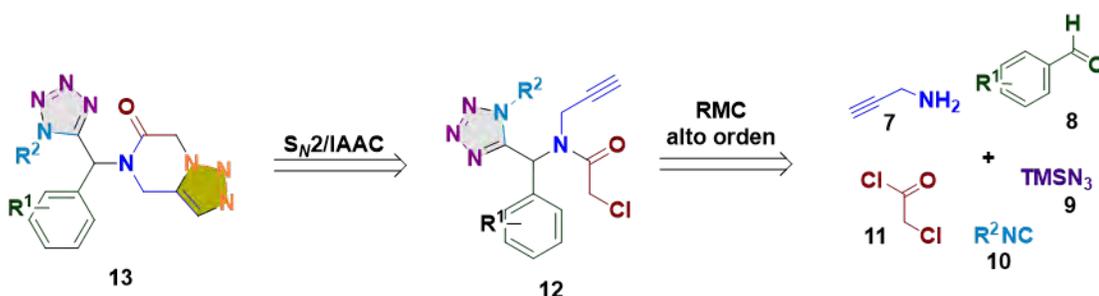


Fig. 2. 1,2,3-triazoles con actividad farmacológica.

Con base a lo anterior, y con el antecedente que solo existe en la literatura dos reportes donde un tetrazol 1,5-disustituído se encuentra unido a un 1,2,3-triazol, el cual ha sido descrito por nuestro grupo de investigación, en este trabajo se presenta la síntesis de moléculas híbridas del tipo tetrazol 1,5-disustituído-1,2,3-triazol fusionado en dos etapas de reacción y en rendimientos moderados. La primera etapa de reacción involucra una reacción de multicomponentes de alto orden (5-CR) para obtener los *N*-acilados tetrazol, que sin purificar se someten a la segunda etapa de reacción que consiste en dos procesos, donde el primero es una reacción de S_N2 con la azida de sodio y que seguida de una reacción intramolecular alquino-azida (IAAC) se forma el 1,2,3-triazol fusionado.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

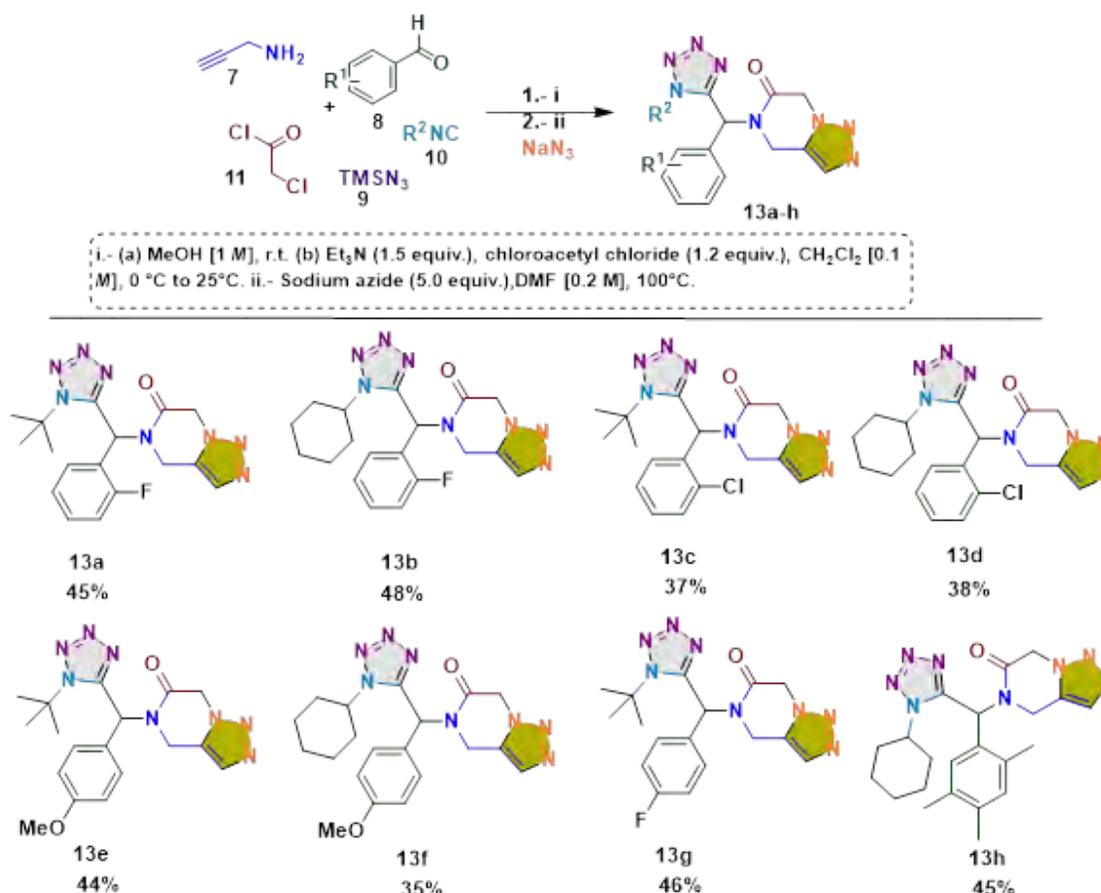
La síntesis del sistema heterocíclico tetrazol 1,5-disustituído-1,2,3-triazol fusionado se llevó a cabo mediante el análisis retrosintético que se muestra en el esquema 1, donde sugiere que las moléculas objetivo se pueden sintetizar a partir de dos etapas de reacción. La primera etapa es una reacción de multicomponentes de alto orden que involucra dos procesos, una reacción de multicomponentes de Ugi-azida seguida de una *N*-acilación con cloruro de cloroacetilo para obtener como intermedio los tetrazoles *N*-acilados **12**. La segunda etapa involucra dos procesos: una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular (S_N2) con azida de sodio, seguida de una reacción de ciclación intramolecular alquino-azida (IAAC) para generar el sistema híbrido **13**.



Esquema 1. Análisis retrosintético para la obtención de las moléculas objetivo **13**.

Recientemente en nuestro grupo de investigación se publicó la síntesis de un nuevo sistema heterocíclico tetrazol-indolizina y el intermedio clave fue los tetrazoles *N*-acilados **12**, [6] por lo que en este trabajo se decidió no purificarlos y usarlos como tal en la siguiente etapa de reacción. Así, se comenzó por explorar la segunda etapa de reacción utilizando las condiciones de reacción reportadas por el grupo de Sudhir y *col.* [7] para así

obtener los híbridos tetrazol 1,5-disustituido-1,2,3-triazol fusionados **13a-h** en rendimientos moderados (esquema 2). La ventaja de esta estrategia, aparte de que se considera operacionalmente simple es que permite obtener diversidad estructural debido a los dos puntos de diversidad como son el componente aldehído y el isonitrilo.



Esquema 2. Análisis retrosintético para la obtención de las moléculas objetivo **13a-h**.

CONCLUSIONES

Se implementó una estrategia sintética novedosa para la síntesis de las moléculas objetivo **13a-h** en rendimientos moderados (35-48 %) y en condiciones suaves de reacción a partir de materiales simples y accesibles, bajo un protocolo operacionalmente simple. La primera etapa de reacción se considera una RMC de alto orden, ya que que hace uso de cinco componentes de reacción, siendo este tipo de estrategias muy poco exploradas en la literatura. También, la estrategia sintética desarrollada es única debido a que a la fecha no existe un reporte descrito en la literatura donde un T-1,5-DS está unido a un sistema 1,2,3-triazol fusionado. Por último, las moléculas objetivo al ser considerados híbridos farmacofóricos son de gran relevancia para el desarrollo de moléculas potencialmente bioactivas, que pudieran convertirse a candidatos a fármacos.

BIBLIOGRAFÍA

1. (a) Shaveta; Mishra, S.; Singh, P. *Eur. J. Med. Chem.* **2016**, *124*, 500-536. (b) Bérubé, G. *Expert. Opin. Drug Dis.* **2016**, *11*, 281-305.
2. (a) Dömling, A.; Wang, W.; Wang, K. *Chem. Rev.* **2012**, *112*, 3083-3135. (b) Dömling, A. *Chem Rev.* **2006**, *106*, 17-89.
3. (a) Berkel, S. S. V.; Bogels, B. G. M.; Wijdeven, M. A.; Westermann, B.; Rutjes, F. P. J. T. *Eur. J. Org. Chem.* **2012**, *19*, 3543-3559. (b) El kaim, L.; Grimaud, L. *Tetrahedron.* **2009**, *65*, 2153-2171. (c) Domnling, A.; Ugi, I. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2000**, *39*, 3168-3210.
4. Mohite, P.B.; Bhaskar, V. H. *Int. J. PharmTech Res.* **2011**, *3*, 1557-1566.
5. Zhou, C-H.; Wang, Y. *Curr. Med. Chem.* **2012**, *19*, 239-280.
6. Niño-Pantoja, I.; Gallardo-Alfonzo, A.; Solis-Santos, M.; Ordoñez M.; Contreras-Celedón, C.; Islas Jácome, A.; Chacón-García, L.; Cortés-García, C.J. *Eur. J. Med. Chem.* **2022**, e202200230.
7. Sudhir, V. S.; Baig, R. B. N.; Chandrasekaran, S. *Eur. J. Org. Chem.* **2008**, *2008*, 2423-2429.

CISQM-SN-PO05

Síntesis de *bis*-furil-pirroló[3,4-*b*]piridin-5-onas vía una reacción de Ugi-Zhu y ensayos de actividad profiláctica *in vitro* contra el SARS-CoV-2 humano

Ivette Morales-Salazar¹, Paulina Montes-Enríquez¹, Miguel A. García-Sánchez¹, Sandra L. Castañón-Alonso², Yareli Rojas-Aguirre³, Sofía Lizeth Alcaraz-Estrada⁴, Erik Díaz-Cervantes⁵, Eduardo González-Zamora¹, Alejandro Islas-Jácome¹

¹Departamento de Química, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Av. Ferrocarril San Rafael Atlixco 186, Col. Leyes de Reforma 1A Sección, Iztapalapa, C.P. 09310, Ciudad de México.

²Laboratorio de Investigación en Inmunoquímica, Unidad de Investigación en Inmunología Proteómica, Hospital Infantil de México Federico Gómez, Dr. Márquez 162, Col. Doctores, Cuauhtémoc, C.P. 06720, Ciudad de México.

³Departamento de Polímeros, Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior S/N, Ciudad Universitaria, Coyoacán, C.P. 04510, Ciudad de México.

⁴División de Medicina Genómica, Centro Médico Nacional 20 de Noviembre, ISSSTE, Félix Cuevas 540, Col. Del Valle Sur, Benito Juárez, C.P. 03100, Ciudad de México.

⁵Departamento de Alimentos, Centro Interdisciplinario del Noreste, Universidad de Guanajuato, Tierra Blanca, Guanajuato, C.P. 37975, México.
ivette649.tatu@gmail.com

RESUMEN

Se llevó a cabo una reacción de Ugi-Zhu (UZ-3CR) acoplada de forma one-pot a un proceso en cascada (*aza* Diels-Alder / *N*-acilación / descarboxilación / deshidratación) para sintetizar una serie de seis nuevas *bis*-furil-pirroló[3,4-*b*]piridin-5-onas con rendimientos del 30 al 40 % utilizando triflato de escandio como catalizador, tolueno como disolvente y microondas como fuente de calentamiento. Posteriormente, las moléculas sintetizadas fueron evaluadas *in vitro* contra el SARS-CoV-2 humano, encontrando que una de ellas exhibió actividad profiláctica moderada justo al momento de la infección con células Vero E6 a una concentración de 0.1 μ M. En el mismo contexto, estudios de acoplamiento molecular *in silico* basados en la técnica "docking" muestran los modos y energías de unión hacia el sitio activo de la proteasa principal (M^{pro}) del virus.

INTRODUCCIÓN

El primer caso confirmado del virus SARS-CoV-2 fue en la ciudad de Wuhan en China en diciembre de 2019. La pandemia fue declarada en marzo de 2020 por la Organización Mundial de la Salud (OMS). Otro síndrome respiratorio de la familia de coronavirus que se informó fue: el síndrome respiratorio agudo severo (SARS-CoV-1) y síndrome respiratorio del Medio Oriente (MERS-CoV). Estos dos síndromes marcan la pauta para una comprensión profunda del SARS-CoV-2. [1] Un nombre análogo al SARS-CoV-2 es coronavirus debido a su morfología ya que los homotrimeros de la transmembrana de la glicoproteína en espiga forman una corona y sobresalen de la superficie viral. Este virus pertenece a la familia *Coronaviridae* y tiene la característica de poseer un genoma de ARN muy grande. Además, puede ser transmitido de animales a humanos ya que se han reportado alrededor de 60 coronavirus aislados de murciélagos. Este síndrome respiratorio agudo ha provocado una alta tasa de mortalidad en todo el mundo, según el portal de la OMS alrededor de 6.310.000 personas han muerto desde 2020.

Para comprender el mecanismo de este virus, se han aislado dos proteínas estructurales muy importantes: primero, la glicoproteína espiga (PDB: 6vxx). La estructura de esta proteína se divide en dos subunidades: la subunidad S1 que contiene el dominio de unión al receptor (RBD) y la subunidad S2 que está estrechamente relacionada con la unión entre el virus y la célula huésped. [2] La enzima convertidora de angiotensina 2 (ACE2)

382

es responsable de unir el SARS-Cov-2 con la célula huésped. En segundo lugar, la principal proteasa M^{pro}, también llamada 3CL^{pro}, (PDB: 6lu7), es una cisteína proteasa de tres dominios que es crucial en la transcripción y replicación ya que procesa poliproteínas que se traducen en ARN viral. [3] Se probaron varios compuestos con el deseo de contrarrestar el SARS-CoV-2, por ejemplo, antivirales y antirretrovirales, algunos de ellos con efectos potenciales de moderados a buenos, [4] Fig. 1.

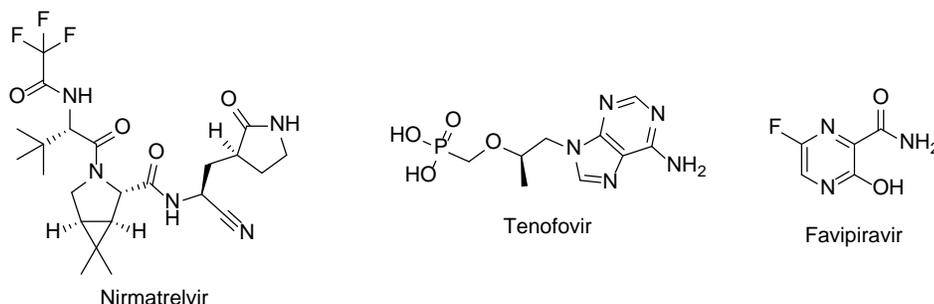
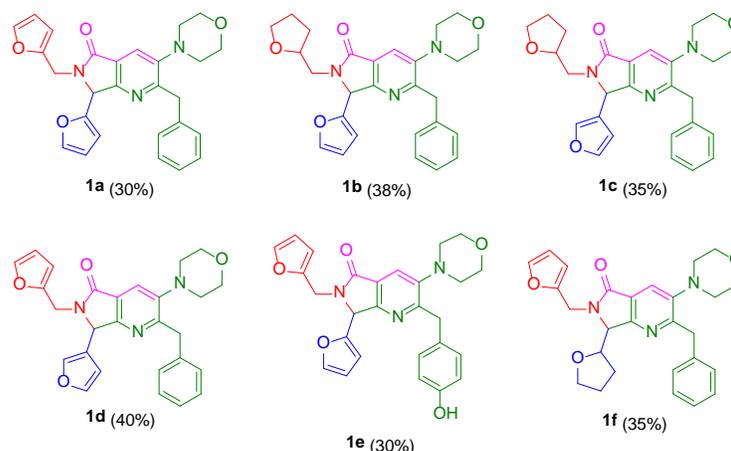
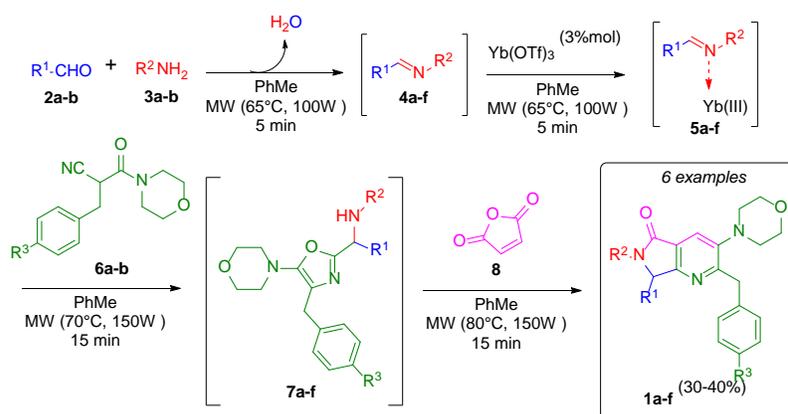


Fig. 1. Compuestos probados contra SARS-CoV-2.

Las reacciones de multicomponentes (MCR) son poderosas herramientas sintéticas para ensamblar compuestos heterocíclicos complejos. Además, estos procesos cumplen con varios de los principios de la química verde, lo que las convierte en una buena opción para sintetizar compuestos con interés farmacéutico, debido a que las MCR reducen varios pasos de reacción llevados a cabo en las síntesis clásicas multietapas. Una variante de la reacción de Ugi-3CR en donde se lleva a cabo la formación de 5-aminoxazoles es la reacción de Ugi-Zhu (UZ-3CR), en la que se combina un aldehído, una amina y una isocianoacetamida, esta última, pieza clave de la reacción. Recientemente el grupo de investigación de González-Zamora y colaboradores publicó un review en donde se da el reconocimiento a la reacción de UZ-3CR debido a su originalidad, robustez, utilidad y versatilidad, con base en los enfoques de química combinatoria, síntesis orientada a la diversidad y síntesis orientada a un objetivo. [5]

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para sintetizar las *bis*-furyl-pirrolo[3,4-*b*]piridin-5-onas **1a-f** se llevó a cabo la reacción UZ-3CR acoplada a un proceso en cascada: *aza*-Diels-Alder / *N*-acilación/ aromatización (descarboxilación / deshidratación). El disolvente utilizado para sintetizar todos los productos fue tolueno debido a la mejor solubilidad observada para todos los reactivos. Fue necesario sintetizar en tres pasos los isonitrilos **6a-b** a partir de sus correspondientes aminoácidos. Una vez obtenidos los isonitrilos, de acuerdo con el mecanismo de Ugi-Zhu, se produce una condensación entre los aldehídos **2a-b** y las aminas **3a-b** para acceder a las iminas **4a-f**, que se convierten en cationes iminio de Lewis **5a-f** tras reaccionar con una cantidad catalítica de triflato de iterbio (III). Estos últimos intermedios son atacados nucleofílicamente por los isonitrilos **6a-b** para generar los 5-aminoxazoles **7a-f** a través de una tautomerización de cadena-anillo no prototrópica. Posteriormente, tras la adición de anhídrido maleico (**8**), se lleva a cabo una cicloadición *aza*-Diels-Alder acoplada a un proceso en cascada de *N*-acilación / aromatización (descarboxilación / deshidratación) para generar las correspondientes pirrolo[3,4-*b*]piridin-5-onas **1a-f** con rendimientos del 30 al 40 % (Esquema 1). [6] Cabe destacar la complejidad estructural de cada producto, así como la formación de nuevos enlaces C-C y C-N. Por otro lado, se obtienen como productos secundarios dos moléculas de agua y una de dióxido de carbono, lo que denota una alta economía atómica y un enfoque verde de este método sintético. Además, el uso de materiales de partida sustituidos con furano para la decoración estructural del núcleo de pirrolo[3,4-*b*] piridin-5-ona que aún no se han reportado en la literatura.



Esquema 1. Síntesis de pirrolo[3,4-*b*]piridin-5-onas a través del proceso de un solo recipiente (Ugi-Zhu/aza Diels-Alder/*N*-acilación/aromatización).

Se infectaron células Vero E6 a una multiplicidad de infección de 0.1 μ M por 1 hora a 37 °C en presencia de tripsina. Se probaron dos condiciones, una llamada 0, donde se realizó mezcla del compuesto en el mismo tubo donde está el virus. Posteriormente se prosiguió a agregar la mezcla a las células Vero E6. Se recuperó sobrenadante a las 24 h post infección y se prosiguió al plaqueo viral. Y una segunda donde se primero se realizó la infección, se lavaron las células y posteriormente se agregó el compuesto. Se recuperó sobrenadante a las 24 h post infección y se prosiguió al plaqueo viral.

El compuesto que presenta actividad antiviral es el compuesto **1e** solamente al agregarlo al mismo tiempo de la infección.

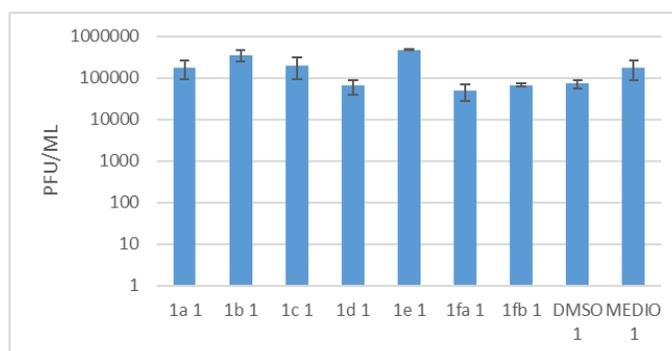


Fig. 2. Graficas de plaqueo viral.

Una vez que se realizó el acoplamiento molecular en el sitio activo del SARS-CoV-2-M^{Pro}, los resultados muestran que todas las moléculas sintetizadas en el trabajo presentan interacciones exergónicas con el SARS-CoV-2-M^{Pro} (Tabla 1). Analizando los resultados y considerando que entre mayor sea el valor negativo, más estable es el sistema ligando-receptor, queda claro que **1c** es la molécula con mayor interacción con el SARS-CoV-2-M^{Pro}, con una eficiencia de ligando de -5.96 kcal/mol. El ligando P8 es una molécula diseñada por Díaz-Cervantes y colaboradores, con una alta interacción ligando-receptor contra el SARS-CoV-2, y las moléculas co-cristalizadas se prueban experimentalmente con ligandos. Aunque las moléculas anteriores presentan interacciones fuertes, **1c** muestra una eficiencia de ligando mejor que las moléculas estudiadas que se muestran en la Tabla 1.

1a y **1b** muestran una eficiencia de ligando de -5,90 y -5,89 kcal/mol, respectivamente. Este resultado denota que las demás moléculas sintetizadas también pueden ser consideradas potenciales fármacos contra el COVID-19. La Tabla 1 muestra que el valor más pequeño de **1c** es un factor determinante para promover una interacción ligando-receptor, debido a que las energías de enlace de hidrógeno, electrostáticas y de Van der Waals no son las mejores para **1c** en comparación con los otros ligandos estudiados. En este orden se han analizado las interacciones hidrofílicas; que demuestra que la hidrofobicidad promueve una interacción esencial en este tipo de receptores. El lado hidrofóbico del receptor confiere un sitio más alto en el centro de la cavidad, lo que promueve mejores interacciones por **1c**.

Tabla 1. Energías de interacción entre los compuestos **1a-e** y el SARS-CoV-2-M^{Pro}

Ligando	Interacción Ligando-receptor (kcal/mol)	Eficiencia del ligando (kcal/mol)	Interacciones por puente de H (kcal/mol)	Interacciones electrostáticas (kcal/mol)	Interacciones de Van der Waals (kcal/mol)
1a	-200.10	-5.89	-0.34	-0.07	-50.44
1b	-200.51	-5.90	-0.79	-1.25	-45.95
1c	-202.78	-5.96	-0.96	-0.54	-41.40
1d	-185.72	-5.46	-2.40	0.18	39.00
1e	-195.81	-5.59	-2.74	-0.85	0.56
Co-cristal	-214.71	-4.38	-10.10	-0.08	-71.53
P8	-255.79	-5.44	-7.99	-0.11	-60.73

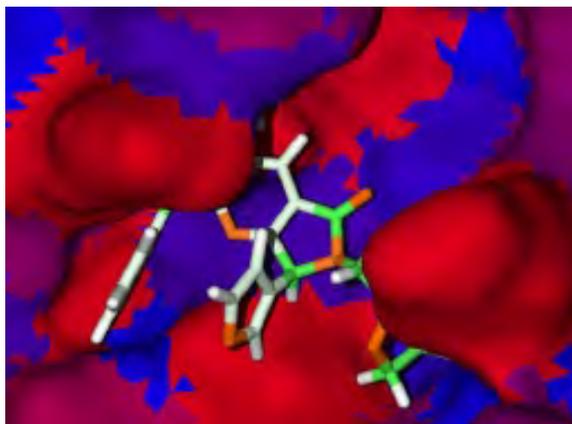


Fig. 3. Superficies de hidrofobicidad para **1c**. Las superficies roja y azul representan las superficies hidrofílicas e hidrofóbicas del SARS-CoV-2-MPro, respectivamente. Los segmentos verdes y naranjas son los restos hidrofílicos e hidrofóbicos de **1c**.

CONCLUSIONES

Mediante la estrategia Ugi-Zhu acoplada a un triple proceso en cascada aza-Diels-Alder / *N*-acilación / aromatización se obtuvieron seis nuevas pirrolopiridinonas con buenos rendimientos (30-40%), que debido a su complejidad estructural y el número de enlaces formados en una sola etapa de reacción (proceso one-pot), pueden considerarse como rendimientos bastante correctos. Cabe destacar el uso de las microondas como medio de calentamiento para optimizar el proceso de síntesis reduciendo los tiempos de reacción y el uso del triflato de iterbio para activar las iminas formadas en la reacción Ugi-Zhu.

Dentro de los resultados de los ensayos antivirales, el compuesto **1e** tiene una potencial actividad profiláctica antiviral puesto que evita la proliferación de células infectadas con el virus SARS-CoV-2. Tomando en cuenta el ensayo de acoplamiento molecular, los presentes estudios demuestran que **1c** puede considerarse como un candidato a fármaco contra el SARS-CoV-2-M^{Pro} debido a su valor de eficiencia de ligando (-5,96 kcal/mol), que es mejor que otras moléculas reportadas y sintetizada. Al mismo tiempo, la interacción hidrofóbica juega un papel clave en los acoplamientos moleculares, pues se ha demostrado a través de un análisis de superficies de hidrofobicidad. Finalmente, **1a** y **1b** también pueden considerarse como candidatos a fármacos.

REFERENCIAS

1. Harvey, W. T.; Carabelli, A. M.; Jackson, B.; Gupta, R. K.; Thomson, E. C.; Harrison, E. M.; Ludden, C.; Reeve, R.; Rambaut, A.; Peacock, S. J.; Robertson, D. L. *Nat Rev Microbiol* **2021**, *19*, 409.
2. Liu, W.; Liu, L.; Kou, G.; Zheng, Y.; Ding, Y.; Ni, W.; Wang, Q.; Tan, L.; Wu, W.; Tang, S.; Xiong, Z.; Zhenga, S. *J. Clin. Microbiol.* **2020**, *58*, 1.
3. Zhang, L.; Lin, D.; Sun, X.; Curth, U.; Drosten, C.; Sauerhering, L.; Becker, S.; Rox, K.; Hilgenfeld, R. *Science* **2020**, *368*, 409.
4. a) Soriano, V.; Mendoza, C.; Edagwa, B.; Treviño, A.; Barreiro, P.; Fernández-Montero, J. V.; Gendelman, H. E. *AIDS Reviews* **2022**, *24*, 41. b) Zanella, I.; Zizioli, D.; Castelli, F.; Quiros-Roldan, E. *Pharmaceuticals* **2021**, *14*, 454.
5. Flores-Reyes, J. C.; Islas-Jácome, A.; González-Zamora, E. *Org. Chem. Front.* **2021**, *8*, 5460.
6. Morales-Salazar, I.; Castañón-Alonso, S.L.; Canseco-González, D.; Díaz-Cervantes, E.; González-Zamora, E.; Islas-Jácome, A. *Chem. Proc* **2021**, *8*, 84.

CISQM-SN-PO07

Síntesis de derivados del producto natural 6 β -acetoxivouacapano mediante la reacción de multicomponentes Ugi-azida

Carlos Jesús Cortés García^{1*}, Gabriela Servín García^{1,2}, Paris Garibay Tolento¹, Luis Chacón García¹, Rosa E. del Río²

¹Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, C.P. 58033 Morelia, Michoacán, México.

²Laboratorio de Productos Naturales, Instituto de Investigaciones Químico Biológicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ed. B-1, C.U., Morelia, Michoacán 58033, México.

ccortes@umich.mx

RESUMEN

Una serie de un nuevo sistema heterocíclico derivado del producto natural vouacapano y con base al núcleo del tetrazol 1,5-disustituido se sintetizaron mediante la reacción de multicomponentes Ugi-azida, en rendimientos de bajos a moderados. La estrategia sintética consistió en dos etapas de reacción a partir del 6 β -acetoxivouacapano que se obtiene de la planta *Caesalpinia platyloba*, el cual posee un anillo de furano en su estructura. La primera etapa consistió en la síntesis del componente clave, el aldehído del vouacapano que se sintetizó a partir de la reacción de Vilsmeier-Haack en un rendimiento del 90 %. La segunda etapa de reacción involucró la reacción de multicomponentes de Ugi-azida para obtener los nuevos pseudo productos naturales vouacapano-tetrazol 1,5-disustituido en rendimientos moderados. Hasta la fecha, este es el primer trabajo donde un producto natural o derivado se encuentra unido a un producto no natural como el tetrazol 1,5-disustituido y más allá de la relevancia biológica que las moléculas objetivo presentan, este trabajo aporta tanto al área de los productos naturales como en las reacciones de multicomponentes.

INTRODUCCIÓN

La naturaleza desde tiempos ancestrales ha impactado directamente en la calidad de vida del ser humano al tratar una gran variedad de enfermedades, siendo los metabolitos secundarios también conocidos como productos naturales los responsables de ejercer esta acción terapéutica. [1] Así, debido a su importancia farmacológica, se han convertido en una parte esencial en el proceso de descubrimientos de fármacos permitiendo que los químicos sintéticos y medicinales presenten como primera opción dentro de sus programas de descubrimientos de moléculas de relevancia biológica, incorporar al menos un producto natural o un derivado de producto natural dentro del núcleo base de sus moléculas objetivos. [2-4] Por lo que el utilizar herramientas de síntesis eficientes como las reacciones de multicomponentes que permita obtener quimiotecas de moléculas bioactivas de naturaleza compleja y diversa a partir de materias primas derivadas o inspiradas en productos naturales y en un mínimo de etapas, es un área de investigación de gran relevancia para los químicos sintéticos y medicinales.

Por otro lado, el género *Caesalpinia* constituye una fuente potencial de productos naturales bioactivos por sus más de 200 especies distribuidas en todo el mundo, varias especies son endémicas de México y presentan diversidad de actividad biológica como citotóxicos, antioxidantes, antimaláricos, antiinflamatorios y antiviral. El género *Caesalpinia* se caracteriza por la presencia de diterpenos, con esqueleto de vouacapano, los cuales se identifican por contener un anillo de furano en su estructura base. [5] Algunos ejemplos de productos naturales aislados de este género se muestran en la Fig. 1, donde el 6 β -acetoxivouacapano (**7**) es el producto natural objeto de estudio de este trabajo, y que su extracción y purificación fue descrita de *Caesalpinia platyloba*. [6]

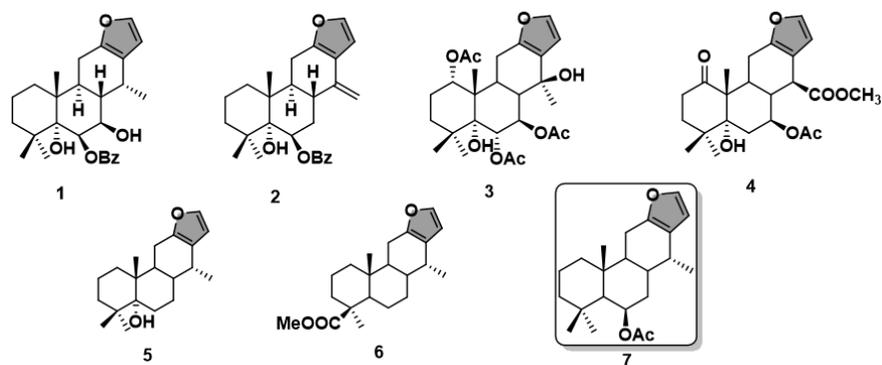
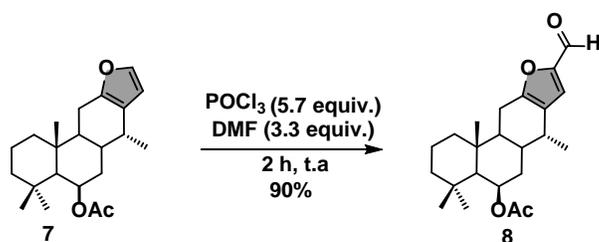


Fig 1. Productos naturales aislados del género *Caesalpinia*.

Con base a lo anterior, en este trabajo se presenta la síntesis de una pequeña serie de derivados del producto natural 6 β -acetoxivouacapano, utilizando como reacción clave la reacción de multicomponentes de Ugi-azida. Es importante mencionar que, dentro del estado de arte, existen muy pocos reportes donde un producto natural se utilice como material de partida haciendo uso de las RMC-I y, sobre todo, no hay reportes sobre el uso de las RMC de Ugi-azida donde un producto natural o derivado de este se utilice como materia prima. Por lo que este trabajo aportaría a la química de los productos naturales y a la química de las reacciones de multicomponentes.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Primero se comenzó por la extracción y purificación del vouacapano **7**, el cual se aisló a partir de la especie vegetal *Caesalpinia platyloba* que se colectó en Los Charcos, municipio de Buenavista, Michoacán. El proceso de extracción y purificación se realizó utilizando la metodología descrita⁶. Así, una vez obtenido el vouacapano **7**, se llevó a cabo la primera etapa de reacción que consistió en insertar un grupo formilo en la posición dos del anillo de furano mediante una reacción de formilación de Vilsmeier-Haack, obteniéndolo en un rendimiento del 90 % (Esquema 1), este será el componente clave para llevar a cabo la segunda etapa de reacción.

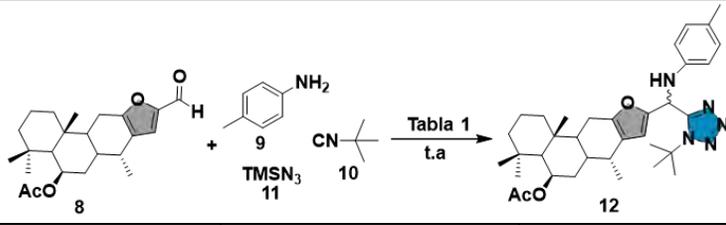


Esquema 1. Síntesis del aldehído 6 β -acetoxivouacapano **8** mediante la reacción de formilación de Vilsmeier-Haack.

Una vez sintetizado el aldehído vouacapano **8** se procedió a utilizarlo en la reacción de multicomponentes de Ugi-azida, el cual se comenzó por explorar las condiciones óptimas de reacción utilizando como reacción modelo la *p*-toluidina (**9**), *ter*-butilisocianuro (**10**) y TMSN₃ (**11**) (tabla 1). El primer experimento se llevó a cabo bajo las condiciones clásicas de la reacción de Ugi-azida [7-9] que consiste en utilizar MeOH (1M) como disolvente a temperatura ambiente, pero no se logró identificar el producto debido a que el aldehído vouacapano **8** no fue soluble en el medio de reacción y además no se observó consumo de los materiales de partida (experimento 1, tabla 2). En el segundo experimento se cambió el disolvente a 2,2,2-trifluoroetanol debido a que

en los últimos años se ha descrito que favorece las reacciones de multicomponentes de Ugi-azida, [10, 11] obteniendo así un rendimiento del 33 % después de la purificación por columna cromatográfica (experimento 2, tabla 2). Así, hasta este punto se decidió utilizar estas condiciones, más allá que existen más condiciones de reacción por explorar como son el uso de reactor de microondas, sonicación y el uso de ácidos de Lewis como el $ZnCl_2$. Asimismo, es importante mencionar que debido a que en la reacción de Ugi-azida se forma un centro estereogénico, se observó por RMN de 1H que el producto presentó mezcla de diastereómeros en relación 50:50, debido a que el componente aldehído presenta una estereoquímica definida, y que en un principio se esperaba que indujera quiralidad favoreciendo un diastereómero sobre otro, pero no fue el caso. Actualmente, son escasos los reportes descritos en la literatura sobre la versión asimétrica de la reacción de Ugi-azida, [12] por lo que se tendría a manera de perspectivas estudiar como inducir la formación mayoritaria de un diastereómero sobre otro, utilizando algún catalizador quiral.

Tabla 1. Optimización de las condiciones de la RMC de Ugi-azida.

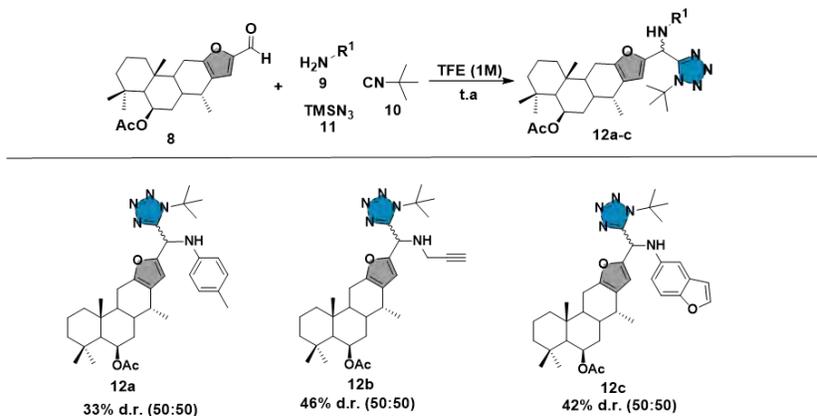
		
Experimento	Disolvente [1 M]	Rendimiento (%)
1	MeOH	N.D. ^a
2	TFE	33 % ^b

^aN. D. no detectado.

^bRendimiento calculado después de la purificación por cromatografía en columna.

Con las condiciones óptimas de reacción previas exploradas, se procedió a estudiar el alcance de la reacción utilizando aminas de diferente naturaleza estereoelectrónica obteniendo rendimientos moderados y el cual se muestran en el esquema 2. También se observó por RMN de 1H mezcla diastereomérica para cada una de las moléculas objetivo, igual en relación 50:50.

Por último, el uso de aminas con doble bifuncionalidad, permitirá llevar a cabo reacciones de *pos*-condensación, como es el caso de la propargilamina donde el alquino terminal presente en el producto **12b** se podría utilizar para llevar a cabo reacciones de cicloadición alquino-azida para obtener ya sea los 1,2,3-triazoles 1,4 disustituidos o 1,2,3-triazoles 1,5-disustituidos.



Esquema 2. Síntesis de las moléculas vouacapano-tetrazol **12a-c** vía reacción de multicomponentes Ugi-azida.

CONCLUSIONES

El producto natural 6 β -acetoxivouacapano (**7**) se utilizó para llevar a cabo una reacción de Vilsmeier-Haack y obtener el aldehído del 6 β -acetoxivouacapano **8** en rendimiento del 90 %, que sirvió para sintetizar los nuevos pseudo productos naturales **12a-c** en rendimientos moderados mediante la reacción de multicomponentes de Ugi-azida. Hasta la fecha, este es el primer trabajo donde se describe un producto natural o derivado de producto natural se encuentra unido a un producto no natural como el tetrazol 1,5-disustituido y más allá de la relevancia biológica que las moléculas objetivo presentan, este trabajo aporta tanto al área de los productos naturales como en las reacciones de multicomponentes.

BIBLIOGRAFÍA

1. Role of Medicinal and Aromatic Plants: Past, Present, and Future; Inoue, M.; Hayashi, S.; Craker, L.E.; Pharmacognosy. **2019**, Capítulo 2; Shagufta P.; Ed.; Intech Open; 2019.
2. De la Torre, B. G.; Albericio, F. *Molecules*. **2020**, *25*, 745.
3. Newman, D. J.; Cragg, G. M. *J. Nat. Prod.* **2020**, *83*, 770.
4. Davisona, E. K.; Brimblea, M. A. *Curr. Opin. Chem. Biol.* **2019**, *52*, 1.
5. Maurya, R.; Ravi, M.; Singh, S.; Yadav, P. P. *Fitoterapia*, **2012**, *83*, 272.
6. Gómez-Hurtado, M. A.; Álvarez-Esquivel, F. E.; Rodríguez-García, G.; Martínez-Pacheco, M. M.; Espinoza-Madrigal, R. M.; Pamatz-Bolaños, T.; Salvador-Hernández, J. L.; García-Gutiérrez, H. A.; Cerda-García-Rojas, C. M.; Joseph-Nathan, P.; del Río, R. E. *Phytochemistry*. **2013**, *96*, 397.
7. Niño-Pantoja, I.; Gallardo-Alfonzo, A.; Solís-Santos, M.; Ordoñez M.; Contreras-Celedón, C.; Islas Jácome, A.; Chacón-García, L.; Cortés-García, C.J. *Eur. J. Med. Chem.* **2022**, e202200230.
8. Aguilar-Morales, C. M.; Araujo-Huitraco, J. G.; López-Hernández, Y.; Contreras-Celedón, C.; Islas Jácome, A.; Granados-López, A. J.; Solorio-Alvarado, C. R.; Adrián-López, J.; Chacón-García, L.; Cortés-García, C. J. *Molecules* **2021**, *26*, 6104.
9. Aguilar-Morales, C.; de Loera, D.; Contreras-Celedón, C.; Cortes-García, C. J.; Chacón-García, L. *Synthetic Commun.* **2019**, *49*, 2086.
10. Gunawan, S.; Ayaz, M.; De Moliner, F.; Frett, B.; Kaiser, C.; Patrick, N.; Xu, Z.; Hulme, C. *Tetrahedron Lett.* **2012**, *68*, 5606.
11. Barreto, A.; Dos Santos, V.; Andrade, C. *Beilstein J. Org. Chem.* **2017**, *13*, 2596.
12. Santhosh, L.; Nagamangala, S.; Thimmalapura, V.; Vommina, S. *Chem. Pub. Soc. Europe.* **2017**, *2*, 5497.

CISQM-SN-PO09

Síntesis de nuevos 1,2,3-triazoles fluorados mediante química "click"

Johana Aguilar, Elisa Leyva, Silvia E. Loredó-Carrillo

Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Av. Dr. Manuel Nava, Zona
Universitaria, 78210 San Luis Potosí, S.L.P.

fjohana.aguilar@outlook.com

RESUMEN

Los triazoles son compuestos heterocíclicos de gran importancia debido a su actividad biológica. En este trabajo se realizó la síntesis de 1,2,3- triazoles fluorados, obteniendo la azida partiendo de sales de bencenodiazonio. Posteriormente, se obtuvieron los triazoles correspondientes por la cicloadición 1,3-dipolar de azidas y un alquino terminal, utilizando cobre (I) como catalizador. La reacción para la síntesis de triazoles se llevó a cabo mediante dos metodologías, a temperatura ambiente y bajo irradiación de microondas. Sin embargo, los resultados fueron mejores en la síntesis bajo irradiación de microondas.

INTRODUCCIÓN

Los 1,2,3-triazoles están asociados con una amplia gama de propiedades biológicas, como antivirales, antibacterianos, antimicóticos, anticancerígenos, anti-VIH y propiedades antialérgicas. [1-4] Los triazoles de primera generación (itraconazol y fluconazol) se introdujeron en el mercado y mostraron resultados favorables contra infecciones fúngicas. Una década después, se desarrollaron los triazoles antifúngicos de segunda generación (voriconazol, posaconazol, ravuconazol, albaconazol, isavuconazol y eficonazol). [5] Particularmente, los 1,2,3-triazoles fluorados son capaces de formar puentes de hidrógeno, por lo tanto, mejoran su solubilidad y su capacidad para interactuar con dianas biomoleculares. [6]

Los triazoles se pueden sintetizar mediante una cicloadición 1,3-dipolar entre azidas y alquinos terminales, esta reacción fue descrita por Huisgen. [7, 8] Sin embargo, se requieren altas temperaturas, el uso de disolventes orgánicos como el tolueno o tetracloruro de carbono y largos tiempos de reacción. Además, bajo estas condiciones se obtienen dos isómeros (1,4 y 1,5-triazol) en cantidades iguales. [9, 10] Estos productos pueden considerarse como resultado de una cicloadición térmica. [9]

Debido al gran número de aplicaciones que presentan los 1,2,3-triazoles, es importante desarrollar metodologías eficientes para su síntesis. En el año 2001, el profesor Sharpless y col. introdujeron por primera vez el concepto de química "click". Una reacción se considera de tipo "click" si cumple con las siguientes características: es fácil de llevar a cabo desde el punto de vista experimental, es aplicable a una gran variedad de grupos funcionales y se lleva a cabo en varios tipos de interfaces. Por otro lado, es selectiva y regioespecífica, tolerante al oxígeno y al agua, y además el paso de purificación del producto final resulta relativamente fácil. [11]

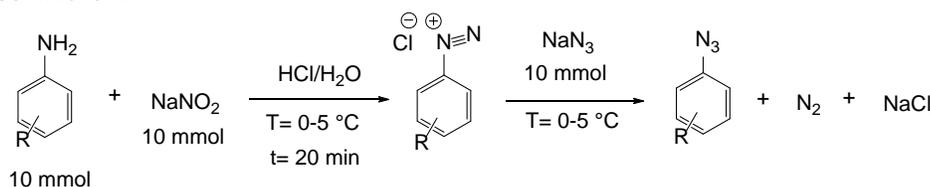
Meldal y col. descubrieron que el cobre (I) cataliza la reacción entre azidas y alquinos terminales, además la hace regioselectiva, por lo que se obtiene únicamente el 1,2,3-triazol 1,4-disustituido. [10, 12] Sin embargo, una de las dificultades es mantener al cobre como Cu(I), debido a su inestabilidad. La forma más popular es llevar a cabo la reducción *in situ*. El sulfato de cobre pentahidratado se emplea como fuente de cobre y el ascorbato de sodio como agente reductor. [13]

En el presente trabajo se realizó la síntesis de nuevos 1,2,3-triazoles fluorados, empleando el concepto de química "click". La reacción se llevó a cabo a temperatura ambiente y bajo irradiación de microondas.

MÉTODOS EXPERIMENTALES

Síntesis de azidas aromáticas

Primero se llevó a cabo la síntesis de la azida aromática correspondiente por sales de diazonio (Fig. 1). En un matraz de balón se colocaron 5 mL de agua destilada y 5 mL de ácido clorhídrico, este se colocó en baño de hielo hasta lograr una temperatura de 0-5 °C. Posteriormente se agregaron 10 mmol de la anilina correspondiente y 10 mmol de nitrito de sodio, previamente disuelto en 2 mL de agua. La mezcla de reacción se dejó en agitación durante 20 min en el baño de hielo (T=0-5 °C) y después del tiempo de reacción se adicionaron 10 mmol de azida de sodio (Tabla 1). Después del tiempo de reacción la mezcla se neutralizó con carbonato de potasio. Para el caso de azidas líquidas únicamente se procedió a retirar la fase acuosa y las azidas sólidas se filtraron.



R= H, 2-F, 3-F, 4-F, 2,4-F, 2,6-F, 3,4-F, 2,4,6-F

Fig. 1. Síntesis de azidas aromáticas por sales de diazonio.

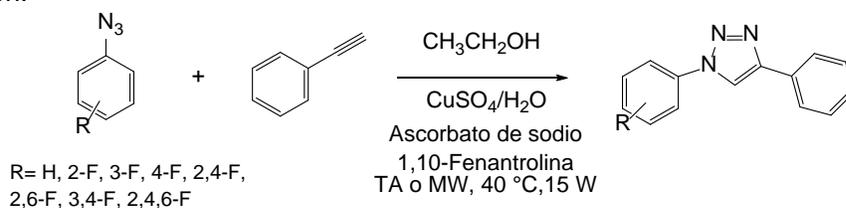
Síntesis de 1,2,3-triazoles fluorados

Síntesis a temperatura ambiente

La azida obtenida anteriormente se colocó en un matraz balón y se añadieron 10 mmol de fenilacetileno y 20 mL de etanol (Fig. 2). En un vaso de precipitados se colocaron 0.4 mL de una solución saturada de sulfato de cobre pentahidratado () y 0.5 mmol de 1,10-fenantrolina. Posteriormente, en otro vaso de precipitado se disolvió 1 mmol de ascorbato de sodio en 2 mL agua. Se añadieron a la mezcla de reacción la solución de sulfato de cobre con 1-10-fenantrolina y la solución de ascorbato de sodio. La reacción se llevó a cabo con agitación a temperatura ambiente durante varios minutos (Tabla 1). Después del tiempo de reacción, el producto se purificó por recristalización con hexano o etanol y se caracterizó por Espectroscopía de Ultravioleta-Visible (UV-Vis), Infrarrojo (IR), Resonancia Magnética Nuclear (¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹⁹F-RMN) y Espectrometría de masas (EM), además se obtuvieron los puntos de fusión.

Síntesis bajo irradiación de microondas

En general se siguió el mismo procedimiento descrito en el punto anterior (Fig. 2), pero en este caso la mezcla de reacción se colocó en un reactor de microondas CEM Discover System DU8756 y se irradió (15 W y 40 °C) durante varios minutos (Tabla 1). Después del tiempo de reacción el producto se purificó por recristalización con hexano o etanol y caracterizó por UV-Vis, IR, ¹H-RMN, ¹³C-RMN y ¹⁹F-RMN y EM, además se obtuvieron los puntos de fusión.



R= H, 2-F, 3-F, 4-F, 2,4-F,
2,6-F, 3,4-F, 2,4,6-F

Fig. 2. Síntesis de triazoles por microondas.

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El estudio del mecanismo de la cicloadición 1,3-dipolar catalizada por cobre es de gran interés. En el primer paso, se genera un complejo π -Cu-alquino (Fig. 3(a)), luego se forma un intermediario de tipo acetiluro de cobre (Fig. 3(b)). La formación de esta especie se lleva a cabo por la presencia de una base en el medio de reacción, que desprotona al alquino. Es posible que, en ausencia de la base, el intermedio de tipo acetiluro se genere por la coordinación π del fragmento $C \equiv C$ con el cobre. La ciclación posterior a través de la azida activada (N3) y genera un metalociclo (Fig. 3(c)). Lo que posiciona a la azida apropiadamente para la contracción del anillo a través de una asociación transanular del par solitario de electrones N1 con el orbital π C5, dando lugar a un complejo de 3-triazolil cobre (Fig. 3(d)). Finalmente, en una etapa de protonación se forma el triazol (Fig. 3(e)) y se regenera el catalizador. [9, 14]

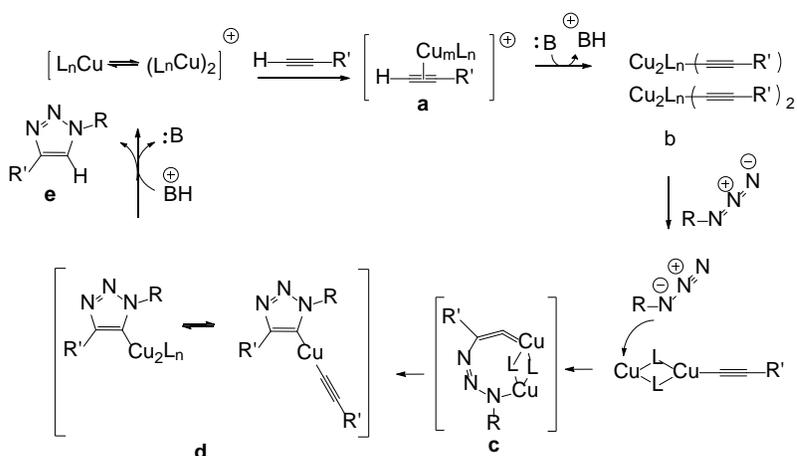
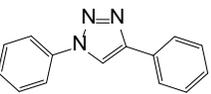
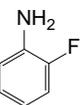
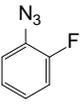
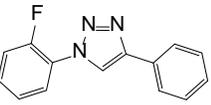
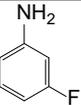
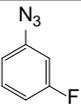
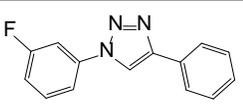
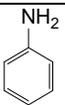
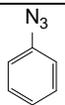
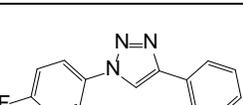
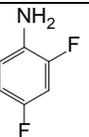
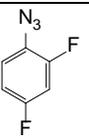
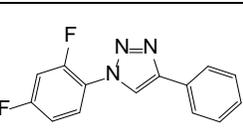
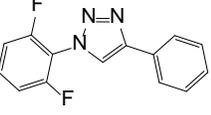
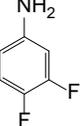
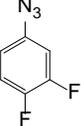
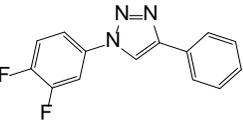
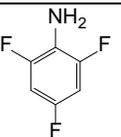
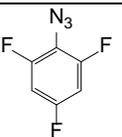
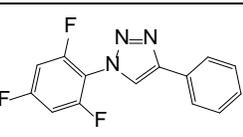


Fig. 3. Cicladición de azidas y alquinos terminales catalizada por Cu(I).

Realizando la síntesis en condiciones de temperatura ambiente, todos los triazoles fluorados se obtuvieron en dos horas, sin embargo, al tener como materia prima a la fenilazida, la reacción se llevó a cabo en una hora y el rendimiento fue mayor (Tabla 1). Probablemente esto se debe a los efectos tanto estéricos como electrónicos ejercidos por el flúor como sustituyente. El átomo de flúor es altamente electronegativo y elimina la densidad de electrones por efectos inductivos y de resonancia del nitrógeno cargado negativamente en las azidas, haciéndolas menos reactivas al ataque nucleofílico para generar el metalociclo correspondiente (Fig. 3 (c)). Las reacciones con *m*-fluorofenil azidas dieron rendimientos más bajos. Por lo tanto, se debe ejercer un efecto inductivo más fuerte en el caso de azidas aromáticas con un sustituyente fluoro en posición *meta* [34]. Por el contrario, teniendo los sustituyentes en posición *orto* o *para*, se ejerce un efecto de resonancia más débil y por lo tanto se obtienen mayores rendimientos en la síntesis de triazoles.

La síntesis de triazoles también se llevó a cabo bajo irradiación de microondas (Tabla 1). En todos los casos, la reacción fue más rápida, obteniéndose productos cristalinos en minutos (1 a 5 min). La aplicación de la radiación de microondas como fuente de energía alterna se ha convertido en una técnica conveniente para la síntesis orgánica. En general, el uso de microondas da como resultado un aumento en la velocidad de reacción y la purificación del producto final es relativamente sencilla, lo que demuestra las ventajas prácticas de esta metodología. [8]

Tabla 1. Resultados obtenidos en la síntesis de 1,2,3-triazoles fluorados a temperatura ambiente y bajo irradiación de microondas.

Anilina	Azida	t1 (h)	R (%)	Triazol	TA		MW	
					t2 (h)	R (%)	t3 (min)	R (%)
		0.5	94		1	75	0.5	80
		1	90		2	65	5	63
		1	93		2	55	5	55
		1	91		2	75	5	80
		1	90		2	65	1	62
		1	86		2	65	1	67
		1	90		2	55	5	55
		1	85		2	65	5	60

R=rendimiento, t1=tiempo de reacción para la síntesis de la azida, t2=tiempo de reacción para la síntesis del triazol a temperatura ambiente, t3=tiempo de reacción para la síntesis de triazoles bajo irradiación de microondas, TA=temperatura ambiente, MW=microondas.

CONCLUSIONES

La síntesis de triazoles a partir de azidas obtenidas por sales de diazonio y la posterior reacción con fenilacetileno catalizada por cobre (I), es una metodología conveniente. Los rendimientos se encuentran entre 55-75 % llevando a cabo la reacción a temperatura ambiente y 55-80 % bajo irradiación de microondas. Sin embargo, el uso de una fuente de energía alterna, como la radiación de microondas, disminuye significativamente el tiempo de reacción de horas a minutos.

La metodología utilizada se encuentra dentro del concepto de química "click", ya que la síntesis es sencilla, generalmente se requieren tiempos de reacción cortos y condiciones suaves. Es regioselectiva y la purificación del producto final es simple y rápida, requiriendo poca cantidad de solventes.

REFERENCIAS

1. Hajipour, A.R.; Karimzadeh, M.; Fakhari, F.; Karimi, H. *Appl. Organomet. Chem.* **2016**, *30*, 2016 946-948.
2. Mani, G.S.; Donthiboina, K.; Shaik, S.P.; Shankaraiah, N.; Kamal, A. *RSC Adv.* **2019**, *9*, 27021-27031.
3. Sharghi, H.; Ebrahimpourmoghaddam, S.; Doroodmand, M.M.; Purkhosrow, A. *Asian J. Org. Chem.* **2012**, *1*, 377-388.
4. Chavan, P.V.; Pandit, K.S.; Desai, U.V.; Wadgaonkar, P.P.; Nawale, L.; Bhansali, S.; Sarkar, D. *Res. Chem. Intermed.* **2017**, *43*, 5675-5690.
5. Peyton, L. R.; Gallagher, S.; Hashemzadeh, M. *Drugs Today.* **2015**, *51*, 705-718.
6. Prachayasittikul, V. *et al. Springerplus.* **2015**, *4*, 571-593.
7. Kategaonkar, A. H. *et al. Eur. J. Med. Chem.* **2010**, *45*, 3142-3146.
8. Appukkuttan, P.; Dehaen, W.; Fokin, V.V.; Van der Eycken, E. *Org. Lett.* **2004**, *6*, 4223-4225.
9. Suárez, A. *An. Quím.* **2012**, *108*, 306-313.
10. Hajipour, A.R.; Karimzadeh, M.; Fakhari, F.; Karimi, H. *Appl. Organomet. Chem.* **2016**, *30*, 946-948.
11. Díaz, D. D.; Finn, M. G.; Sharpless, K. B.; Fokin, V.; & Hawker, J. *An. R. Soc. Esp. Quím.* **2008**, *104*, 173-180.
12. Tornøe, C. W., Christensen, C. & Meldal, M. *J. Org. Chem.* **2002**, *67*, 3057-3064.
13. Fu, N.; Wang, S.; Zhang, Y.; Zhang, C.; Yang, D.; Weng, L.; Zhao, B.; Wang, L. *Eur. J. Med. Chem.* **2017**, *136*, 596-602.
14. Bock, V.D.; Hiemstra, H.; van Maarseveen, J. H. *Eur. J. Org. Chem.* **2006**, *1*, 51-68.

CISQM-SN-PO10

Síntesis de moléculas híbridas de 1,2,3-triazoles derivados de triterpenos pentacíclicos con esqueleto lupano aislado del *Chrysophyllum cainito* L.

Edith Margarita Angulo Rodríguez¹, Rubén Marrero Carballo¹, Gumersindo Mirón López²

¹Laboratorio de Química Farmacéutica. Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán. Calle 43 No. 613 x Calle 90 Col. Inalámbrica. C.P. 97069. Mérida, Yucatán, México.

²Laboratorio de Resonancia Magnética Nuclear. Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán. Calle 43 No. 613 x Calle 90 Col. Inalámbrica. C.P. 97069. Mérida, Yucatán, México.

ruben.marrero@correo.uady.mx ; edith_rodriguez95@outlook.com

RESUMEN

La introducción de compuestos heterocíclicos es una estrategia aceptada en la obtención de nuevas librerías de moléculas híbridas partiendo de los Productos Naturales (PN's) específicamente de los triterpenos pentacíclicos. En este trabajo se ha obtenido un total de 12 nuevas entidades híbridas a partir de la introducción de compuestos triazólicos en el carbono 30 del acetato y hexanoato de lupeol en diferentes etapas de reacción: 1) introducción del bromo en el carbono 30 del acetato y hexanoato de lupeol a través de una reacción de bromación, 2) interconversión del bromo por un grupo azida, 3) Aplicación de la reacción por cicloadición de azidas y alquinos catalizada por cobre (CuAAC) empleando tres diferentes alquinos terminales. Estas reacciones permitieron la obtención de los nuevos derivados del acetato y hexanoato de 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupeol respectivamente con buenos rendimientos. La posterior hidrólisis básica en el carbono 3 de los derivados del acetato de 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupeol y la subsecuente oxidación con el reactivo de Jones condujeron al 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupeol y 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupenona respectivamente.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años, ha habido un interés creciente por los PN's, en particular los triterpenos pentacíclicos con esqueleto lupano ya que es posible obtener nuevas entidades químicas híbridas con potencial terapéutico debido a la amplia gama de actividades biológicas que estos compuestos presentan. Una estrategia empleada en este sentido es la introducción de heterociclos de tipo 1,4-disustituido-1,2,3-triazoles en el carbono 30 del acetato de (3 β)-lup-20(29)-en-3-ol y hexanoato de (3 β)-lup-20(29)-en-3-ol comúnmente conocidos como acetato de lupeol y hexanoato respectivamente, los cuales son obtenidos de la cáscara de los frutos del *Chrysophyllum cainito* L. El anillo de 1,4-disustituido-1,2,3-triazol es exclusivamente sintético y pueden mimetizar a otros sistemas heterocíclicos similares presentes en diversas moléculas con reconocida actividad biológica, o bien pueden servir como elemento de ensamblaje para crear compuestos para propósitos específicos, siendo la reacción CuAAC la reacción más versátil para la síntesis de estos compuestos.

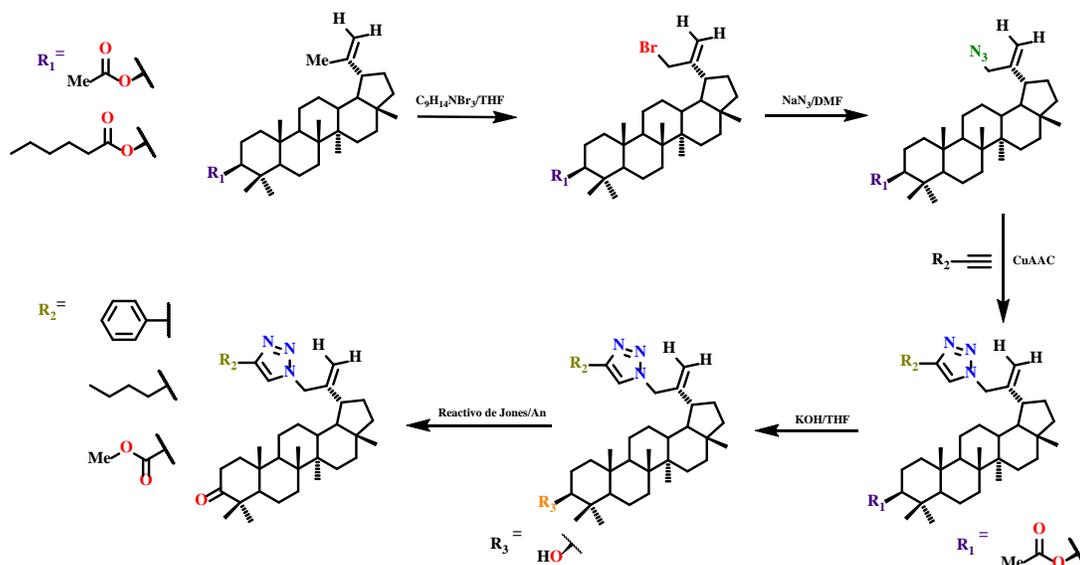
MÉTODOS EXPERIMENTALES

Para la obtención de los nuevos derivados híbridos se implementó la Ruta Sintética (Esquema 1) empleando como sustrato el acetato y hexanoato de lupeol aislados previamente de la cáscara de los frutos del *Chrysophyllum cainito* L.

En una primera instancia, se realizó la introducción del átomo de bromo en el carbono 30 del acetato y hexanoato de lupeol con el tribromuro de feniltrimetilamonio, seguido de la interconversión del bromo por un grupo azida empleando azida de sodio. Posteriormente se realizó la reacción empleando tres alquinos terminales (fenilacetileno, 1-hexino, propiolato de metilo); estas reacciones condujeron a la obtención del

396

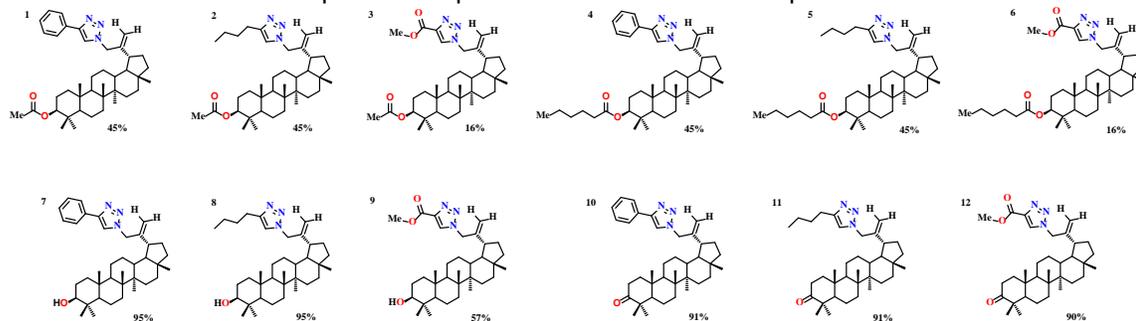
acetato de 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupeol. Así mismo se ensayaron las mismas condiciones de reacción para la obtención de los derivados del hexanoato de 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupeol. En seguimiento a la ruta propuesta se realizó una hidrólisis básica en el carbono 3 de los derivados triazólicos del acetato empleando hidróxido de potasio para obtener los 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupeol y finalmente se llevó a cabo una oxidación sobre el carbono 3 con el reactivo de Jones para sintetizar los 30-(4-sustituido)-1,2,3-triazol-lupenona. Los compuestos finales fueron purificados a través de métodos cromatográficos convencionales y caracterización fue a través de métodos espectroscópicos y espectrométricos, Resonancia Magnética Nuclear (RMN) y Espectrometría de Masas de Alta Resolución (EMAR) respectivamente.



Esquema 1. Ruta sintética para la obtención de 1,4-disustituidos-1,2,3-triazoles en el C-30 de triterpenos pentacíclicos de tipo lupano.

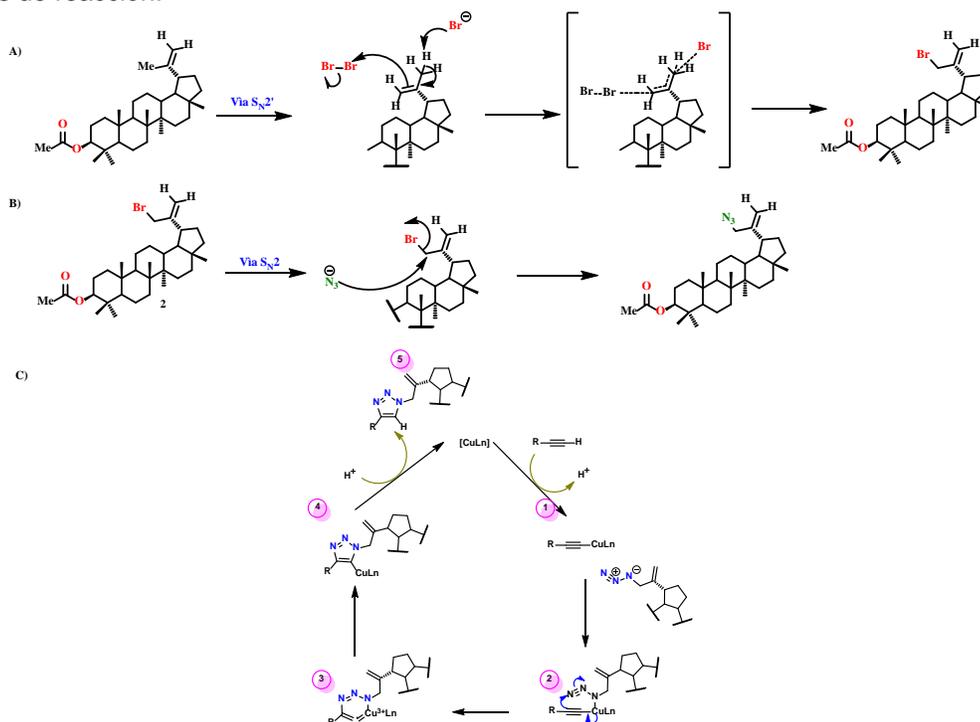
DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Siguiendo con la metodología mencionada anteriormente, fue posible la obtención de los 12 nuevos híbridos derivados de 1,4-disustituidos-1,2,3-triazoles. A continuación, en el **Esquema 2** se visualiza la estructura química de cada uno de ellos y su rendimiento. Cabe mencionar que los compuestos del 1-6 son obtenidos en tres pasos de reacción mientras que los compuestos del 7-12 en un solo paso de reacción.



Esquema 2. Derivados obtenidos de tipo 1,4-disustituidos-1,2,3-triazoles en triterpenos tipo lupano.

La bromación en el carbono 30 con el tribromuro de feniltrimetilamonio condujeron a la obtención del acetato de 30-bromolupeol mediante un mecanismo de reacción tipo S_N2' denominadas migraciones o reagrupamientos alílicos, isomerización alílica o transposición alílica (Esquema 3(A)). La subsecuente interconversión del bromo por un grupo azida condujo la síntesis del intermediario clave, acetato de 30-azida-lupeol, la obtención de este compuesto se da a través de un mecanismo S_N2 (Esquema 3(B)). Se sabe que este intermediario es precursor de los 1,2,3-triazoles y juegan un papel importante en el ciclo catalítico de la reacción CuAAC. El mecanismo que sigue esta última reacción (reacción CuAAC) no está del todo establecido y hasta la fecha sigue siendo estudiada por la comunidad científica; una propuesta aceptable para la descripción del mecanismo de reacción CuAAC fue desarrollada por Sharpless *et al.*, en el año de 2002. El proceso de cicloadición por etapas comienza con la formación del acetiluro de cobre a partir del alquino terminal (1). Posteriormente, el nitrógeno alquídico de la azida orgánica se coordina con el acetiluro de cobre conduciendo a la formación del complejo intermedio acetiluro de cobre-azida (2). Luego, la complejación de la azida activa promueve el ataque nucleofílico del carbono dos del acetiluro hacia el nitrógeno en posición 3 de la azida generando el metalciclo de Cu^{3+} de seis miembros, que contiene el enlace carbono-nitrógeno de tipo covalente (3), que es endotérmica. Sin embargo, la barrera energética es menor en comparación con la reacción térmica sin cobre; la azida queda posicionada favorablemente para la contracción transanular subsiguiente dando a la formación de metalociclo triazol-cobre, junto con la reducción del Cu^{3+} a Cu^{1+} (4) siendo esta especie un intermediario favorable termodinámicamente y algunos autores han reportado su aislamiento, el cual evoluciona con un proceso ácido-base con moléculas de disolvente liberando el producto final y el catalizador para iniciar un nuevo ciclo (Esquema 3 (C)). La subsecuente hidrólisis básica en el carbono 3 de los derivados triazólicos del acetato de lupeol y la posterior oxidación con el reactivo de Jones condujeron a respectivamente con buenos rendimientos y sin obtener subproductos de reacción.



Esquema 3. Mecanismos de reacción involucrados en la obtención de las moléculas híbridas del acetato de 30-(4-disustituidos)-1,2,3-triazol-lupeol.

CONCLUSIONES

La introducción de 1,4-disustituidos-1,2,3-triazol en el carbono 30 del acetato de lupeol es factible mediante la reacción CuAAC, obteniéndose de esta forma 12 nuevas moléculas híbridas partiendo de los PN's con buenos rendimientos. La hidrólisis básica con KOH en el carbono 3 del acetato de lupeol y la subsecuente oxidación con el reactivo de Jones permitió la obtención de nuevos derivados del lupeol y lupenona sin afectar el anillo triazólico bajo las condiciones de reacción ensayadas.

REFERENCIAS

1. Atanasov, A. G.; Zotchev, S. B.; Dirsch, V. M. *Nat. Rev. Drug. Discov.* **2021**, *20*, 200–216.
2. Bozorov, K.; Zhao, J.; Aisa, H. A. *Bioorganic & Medicinal Chemistry.* **2019**, *27*, 3511–3531.
3. Kumar, S.; Khokra, S. L.; Yadav, A. *Future J. Pharm. Sci.* **2021**, *7*, 1, 1-22.
4. Touj, N.; Özdemir, I.; Yaşar, S.; Hamdi, N. *Inorganica Chim. Acta.* **2017**, *467*, 21-32.
5. Patterson, S. J.; Clark, P. R.; Williams, G. D.; Tomkinson, N. C. *Tetrahedron Lett.* **2020**, *61*, 45, 152483.
6. Dixit, D.; Verma, P. K.; Marwaha, R. K. *J. Iran. Chem. Soc.* **2021**, *18*, 10, 2535-2565.
7. Meldal, M.; Diness, F. *Trends Chem.* **2020**, *2*, 6, 569-584.

CONGRESO INTERNACIONAL de la Sociedad Química de México 2022

"Una Química: Muchas Voces"

Del 29 de agosto al 2 de septiembre de 2022

Modalidad Híbrida

Facultad de Química, Universidad Autónoma de Yucatán (UADY)
en su 100 Aniversario



ÍNDICE ONOMÁSTICO

A

Abarca Magaña, Julio Cesar, 291
Abreu Corona, Arturo, 360
Acevedo-Betancur, Yunuen, 290
Acosta Ovando, Clarissa, 248
Agredo Díaz, Gilberto, 56
Aguilar Martínez, Octavio, 133
Aguilar Morales, Cesia Manuella, 378
Aguilar, Johana, 391
Aguilar Costilla, Johana, III, XIX, XXXVIII, LXIV
Aguilar-Martínez, Octavio, 128
Aguilera González, Elsa Nadia, 95
Aké Uh, Gaspar, 340
Alatorre-Meda, Manuel, 261
Alavez Ek, Carlos F., 324
Alcántar Vázquez, Brenda Cecilia, 145
Alcantara-Fierro, Edna T., 92
Alcaraz-Estrada, Sofía Lizeth, 382
Almaguer-Vargas, Gustavo, 175
Alvarado Rodríguez, José G., 377
Álvarez Montalvo, Elizabeth, 243
Álvarez-Contreras, Lorena, 84
Amador-Sánchez, Yoarhy A., 110
Ambriz-Peláez, Oscar, 84
Amézquita-Valencia, Manuel, 105, 111, 295
Angulo Rodríguez, Edith Margarita, 396
Araiza-Olivera, Daniela, 295
Arana-Rengifo, V. A., 231
Aranda-García, Erick, 207, 208
Arjona, Noé, 84
Arrieta-Valencia, Jesús, 2
Ávalos-Alanís, Francisco G., 176
Ávila Melo, José Luis, 272
Aviña-Verduzco, Judit, 169, 181
Aviña-Verduzco, Judit A., 349
Ayers, Paul, III, XIX, XLI, XLIII

B

Bandala Solano, Yamir, 213
Barba Pingarrón, Arturo, 56
Bárzana García, Eduardo, 312, 322
Beiza-Granados, Lidia, 181
Béjar, José, 84
Bernal Candelaria, Cristina G., 253
Bernal-España, Ilse P., 220
Bernard Bernard, María Josefa, 271
Blanco Acuña, Edgard Fabián, 354

Blanco-Carapia, Roberto E., 361
Bolarín Miró, Ana María, 56
Briceño Vargas, Flor María, 72, 184
Burillo Amezcua, Sofía Guillermina, 303

C

Cabral-Romero, Claudio, 176
Cáceres Castillo, D., 184
Cáceres Castillo, Rolando David, 340
Calvillo-Carranza, Luis J., 181
Calzada Mendoza, Claudia Camelia, 21
Camacho-Corona, María del Rayo, 176
Caracas, Miguel A., 38
Carrasco, A. L., 373
Casanova-González, Edgar, 61, 65
Cassani Hernandez, Julia, 243, 248
Castañeda-Arriaga, Romina, 26, 66, 71
Castañeda-Vildozola, Álvaro, 175
Castañón-Alonso, Sandra L., 382
Castillo Corzo, Adriana María, 197
Castillo Corzo, Miguel Ángel, 197
Castro Escarpulli, Graciela, 269, 270
Castro García, Cesar, 8
Castro Perea, Nancy Vanessa, 291
Castro-Ríos, Rocío, 278
Cauich Kumul, Roger G., 324
Cauich-Kumul, R., 184
Cedillo Portugal, Ernestina, 177
Cedillo-Cruz, Edith, 198
Celis, Lourdes B., 78
Cervantes Flores, Maribel, 158, 160, 161
Cervantes Valencia, Hugo, 378

Ch

Chacón García, Luis, 378, 387
Chan Navarro, R., 184
Chávez Martínez, Margarita, 14, 20, 49, 55
Chávez Soriano, Carlos Alcides, 270, 335
Chávez Velasco, Daniel, 291
Chávez-Camarillo, Griselda Ma., 207
Chávez-Hernández, Ana L., 43, 47
Chávez-Martínez, Edwin, 198
Chávez-Montes, Abelardo, 278
Chávez-Villareal, Karen, 176

C

Colin Molina, Abraham, III, XIX, XXXIX,
Contreras Celedón, Claudia Araceli, 344
Contreras Contreras, Ana, 197
Contreras Jiménez, Juan Manuel, 285, 288
Contreras-Celedón, Claudia Araceli, 336
Coral Martínez, Tania Isolina, 296
Córdova Chale, Iván Emanuel, 296
Corona-Díaz, Alejandro, 349
Coronado Tovar, Sandra P., 335
Correa Basurto, José, 232, 304
Correa-Padilla, Erick, 290
Cortés García, Carlos Jesús, 378, 387
Cortes-Cruz, Jesús Enrique, 349
Cortez-Lemus, Norma A., 254, 264
Cristiani-Urbina, Eliseo, 207, 208
Cruz Colín, María del Rocío, 14, 49
Cruz Hernández, Mónica, 164
Cruz-Castillo, Juan Guillermo, 175
Cruz-Jiménez, Alicia Elvira, 328
Cruz-Reyes, I., 137
Cuevas, Gabriel, 259, 290
Cuevas-Rodríguez, Edith O., 372
Cunill Flores, José María, 177
Curiel Quesada, Everardo, 269, 270

D

Dávila Rodríguez, María José, III, XIX, XXI, XXII, XLVI,
XLVII, LII,
de la Cruz Vicente, Rafael, 2
de la Cruz Vicente, Rafael de Jesús, 21
de Luna Pérez, Leztly Marlene, 278
del Río, Rosa E., 169, 181, 378, 387
Delgadillo López, Angélica Evelin, 151
Delgadillo-Mendoza, Eric D., 220
Delgado, Francisco, 38, 42, 144
Di Luca, Elisa, 260
Díaz Barrios, Paola, 177
Díaz-Batalla, Luis, 151
Díaz-Cervantes, Erik, 382
Domínguez Chavarría, José Antonio, 176
Domínguez Villegas, V., 306
Dominguez, Hector, 198
Domínguez, Héctor, 199
Duarte-Alaniz, Víctor, 259

Sociedad Química de México, A.C.
"La química nos une"

E

Elizondo Martínez, Perla, 230
Enciso Vargas, Julián Andrés, 105
Enciso-Vargas, Julian, 111
Escalante, Carlos H., 38, 42
Escareño Juárez, Edmundo, 190
Escobar Gutiérrez, Sergio Uriel, 158
Escutia Guadarrama, Lidia, 303
España-Sánchez, Beatriz Liliana, 84
Espinoza-Hicks, José Carlos, 38
Esquivel-Guadarrama, Fernando, 290
Estrada Flores, Sofía, 95

F

Fajardo De La Rosa, Alejandro, 312, 322
Fajardo-San Miguel, G., 366
Farfán García, José Norberto, 360
Félix Navarro, R. M., 137
Félix Navarro, Rosa María, 100, 145
Felles Isidro, Claudia Liliana, 197
Fernández A.M., 19, 85
Ferrer Trovato, Laura, 8
Flores Moreno, Roberto, 253
Fonseca-Aguiñaga, Rocío, 317
Fontalvo Gómez, Miriam, 7
Fuentes Carreón, Claudio A., 262

G

Galano, Annia, 26, 66, 71
Galván Espinosa, Marcelo, III, XVIII, XLI,
Gálvez Lomelín, Rafael Alonso, 282
García Camacho, Martha Patricia, 200
García Camacho, Patricia, 27
García Dueñas, Ana Karen, 378
García Gaytán, Paulina Gualdalupe, 95
García López, M. C., 184
García Martínez, Diana, 94
García Ortega, Héctor, 354
García Vázquez, Juan Benjamín, 232, 304
García Villalobos, Francisco Javier, III, XX, XXI, XXV,
XLVIII, XLIX
García, Abraham, 176
García-Gonzalez, Víctor, 261
García-Gutiérrez, Hugo A., 169, 181
García-Herrera, Brayan Omar, 2
García-Merinos, J. Pablo, 349
García-Radilla, Abigail, 92

García-Sánchez, Miguel A., 382
Garduño Ramírez, M.L., 306
Garibay Tolento, Paris, 387
Garza-Tapia, Marsela, 278
Gázquez Mateos, José Luis, III, XVIII, XXI, XXV, XLI, XLII
Gil Ruiz, Luis Angel, 304
Gómez Gómez, Yolanda M., 94
Gómez Oliván, Leobardo Manuel, III, XIX, XXI, XXII, XL, LXVI
Gómez Vargas, Yonatan, 280, 281
Gómez-Carrasco, Arlett, 220
González Antonio, Oscar, 360
González Calvillo, Jesús Rodolfo, 95
González Campos, Janett Betzabe, 117
González Castillo, Daniela, 177
González Escamilla, Elizabeth, 151
González Hernández, Brenda, 278
González López, Vianney, 213
González Parra, Rafael, 56
González, Ignacio, 27, 31, 56, 57, 71, 79, 83, 99
González-Campos, J. Betzabe, 349
González-Gutiérrez, Linda V., 317
González-Horta, Azucena, 278
González-López, V., 373
González-Zamora, Eduardo, 361, 382, 383
Goñi Cedeño, Hermilo, 7, 14, 20, 49
Guerra Ramírez, Diana, 177
Guerra Ramírez, Diana, 307
Guerra Rey, Gabriela, III, XIX, XXI, XXV, XLIV
Guerra-Balcázar, Minerva, 84
Guerra-Ramírez, Diana, 175
Guevara Lara, Alfredo, 32
Guevara Salazar, Juan Alberto, 272, 297
Gurrola-Ríos, José A., 372
Gutiérrez Coronado, Óscar, 279
Gutiérrez de la Rosa, Sagrario Yadira, 279
Gutiérrez Hernández, Abelardo, 336
Gutiérrez Iglesias, Gisela, 21
Gutiérrez-Arzaluz, Mirella, 209
Gutiérrez-Iglesias, Gisela, 2
Gutiérrez-Sánchez, Caterin, 220
Guzmán Rabadán, Karla Karina, 277
Guzmán-López, Gabriel, 26
Guzmán-Mejía, Ramón, 181

H

Heredia Barbero, Alejandro, 262
Hermosillo-Ochoa, Eduardo, 254, 264

Sociedad Química de México, A.C.
"La química nos une"

Hernández Fernández, Eugenio, 230
Hernández Martínez, Leonardo, 14, 20, 49
Hernández Martínez, Salvador, 277
Hernández Meléndez, Oscar, 312, 322
Hernández Osorni, Jesús Jovany, 289
Hernández Osornio, Jesús Jovany, 288
Hernández Ramírez, Daniel, 190
Hernández Rodríguez, Guillermina, 177
Hernández Vazquez, Liliana, 243, 248
Hernández, J. S., 373
Hernandez-Cano, Alejandro, 290
Hernández-Correa, Rodrigo, 295
Herrera España, A. D., 184
Herrera España, Angel D., 324, 334
Herrera-Basurto, Raúl, 220
Hinostraza Mojarro, Juan José, 100
Hilerio Flores, Fernando, III, XX, XXVI, LI
Höpfl, Herbert, 334
Huerta Hernandez, Leonor, 291
Hurtado y de la Peña, Marcela, 285
Hurtado, Marcela, 280

I

Ibarra, Israel S., 236
Islas Jácome, Alejandro, 378
Islas-Jácome, Alejandro, 361, 382

J

Jiménez Curiel, Cristina del Carmen, 360
Jiménez García, Samuel, 269
Jiménez Vázquez, Hugo Alejandro, 272
Jiménez-Vera, Verónica, 313
Juárez-Carrillo, Francisco, 169

L

Lara Riegos, Julio Cesar, 296
Lavilla, Rodolfo, III, XVIII, XXI, XXIII, XXIX,
Leal Quezada, Luz O., 8
Ledesma-Juárez, Arelis, 85
León Olivares, Felipe, XVIII, XXI, XXV, XXXIV
Leyva Hernández, José Maurilio, 289
Leyva, Elisa, 391
Leyvas-Acosta, Ma. Fernanda, 220
Licona Cabrera, Gabriela, 269

LI

Llinás V., Mario, 7

L

López Castillejos, Mario Alejandro, 340
López Castro, Yliana, 117
López de León, Juan Alberto, 344
López-García Gómez, Rebeca, III, XVIII, XXI, XXII, XXVII,
López Pérez, Jorge U., 262
López Téllez, Jorge, 236
López, Yliana, 349
López-López, Edgar, 43, 47
Loredo-Carrillo, Silvia E., 391
Lozano Guzmán, Eduardo, 158, 161
Luján-Montelongo, J. Armando, 328
Luna Contla, Héctor, 243, 248
Luna-Mora, Ricardo A., 361

M

Madariaga-Mazon, Abraham, 290
Magil López, Edy H., 324
Malvindi, María Ada, 260
Marino, Tiziana, 66
Marrero Carballo, Rubén, 340, 396
Martínez Acevedo, Lizbeth, 271
Martínez Casares, R. Marlen, 243, 248
Martínez Cruz, Miguel Ángel, 79
Martínez Luévanos, Antonia, 95
Martínez Rodríguez, Carlos, 27, 31
Martínez-Manrique, Enrique, 313
Martínez-Mayorga, Karina, 290
Mateus-Ruiz, Jeferson B., 328
Mazón Román, Luis Daniel, 280
Medina Morales, Frida Iriana, 282
Medina-Franco, José L., 43, 47
Medina-López, José Raúl, 280, 281, 282, 285, 287, 288, 289
Medrano Escobar, María Isabel, 297
Mejía Barradas, César Miguel, 21
Mejía-Barradas, César Miguel, 2
Mele, Giuseppe A., 260
Meléndez Balbuena, Lidia, 164
Mena Rejón, Gonzalo J., 324
Mena Rejón, Gonzalo Joaquín, 340
Méndez García, Manuel, 200

Méndez Hernández, Hedwyn, 281
Méndez Ruíz, Francisco, 336
Méndez-Ochoa, Adriana, 181
Mendoza Figueroa, Humberto L., 232
Mendoza Figueroa, Humberto Lubriel, 304
Mendoza-Martínez, Damaris A., 372
Mendoza-Solís, Esperanza E., 220
Mercader-Trejo, Flora E., 220
Michel, Alberto, 366
Millán-Vázquez, Fernando, 209
Minaya Martínez, Jorge, 197
Miranda Calderón, Jorge Esteban, 271
Miranda, José M., 236
Mireles García, Fernando, 190
Mirón López, G., 184
Mirón López, Gumersindo, 72, 340, 396
Molera Solá, Pere, 56
Mondragon, Alicia C., 236
Monroy-Barreto, Minerva, 220
Montes-Avila, Julio, 372
Montes-Enríquez, Paulina, 382
Montiel Condado, Dvorak, 278
Montoya Ángel, José Pablo, III, XIX, XXI, XXII, XLV,
Morales Bernal, David, 303
Morales Rojas, H., 184
Morales Rojas, Hugo, 334
Morales-Salazar, Ivette, 382
Morales-Velázquez, Ariana J., 220
Morán Díaz, Jessica Rubí, 272
Mora-Rochín, Saraid, 372
Moreno Cruz, Francisco Javier, 161
Mugica-Álvarez, Violeta, III, XVIII, 209,
Muñiz-Díaz, Ramiro, 279
Muñoz Ramírez, Raybel, 32

N

Negrón Mendoza, Alicia, 262
Neveros Alaniz, A., 306
Nicolás Vázquez, María Inés, 312, 322
Nieto Delgado, César, 78
Nieto Pescador, María Guadalupe, 158, 161
Núñez Ortiz, José Ángel, 158

O

Obregón Zúñiga, Luis Arturo, 230
Ontiveros Valencia, Aura, 78
Ontiveros-Rodríguez, Julio C., 181

Ontiveros-Rodríguez, Julio C., 169
Ortega Martínez, David Alejandro, 158
Ortiz Godoy, Nicolás, 56
Ortiz-Garza, Carlos A., 61
Ortiz-Reynoso, Mariana, 92

P

Padilla Martínez, Itzia I., 94
Padilla Mendiola, Adolfo, 161
Padilla Palencia, Rafael, 213
Paolo Pompa, Pier, 260
Paraguay- Delgado, Francisco, 142
Paraguay, F., 137
Paraguay-Delgado, Francisco, 100
Parra-Barrera, Alberto, 21
Patakfalvi, Rita, 279
Pérez Correa, José Jesús, 21
Pérez García, Adan Rene, 157
Pérez-Cadena, Rogelio, 151
Perez-Gonzalez, Adriana, 66
Pérez-Gonzalez, Adriana, 26
Pérez-López, Tezozómoc, 366
Pérez-Tavares, José Antonio, 279
Pina-Luis, Georgina Esther, 142
Pinedo Vega, José Luis, 190
Piña Pérez, Yanet, 133
Piña-Pérez, Yanet, 128
Portillo-Castillo, Omar, 278

Q

Quijano Quiñones, Ramiro, 72, 184
Quijano-Quiñones, Ramiro, 259
Quintana Zavala, Delia, 272, 297

R

Ramírez Camacho, Mario Alberto, 296
Ramírez Gonzalez, Alejandra, 177
Ramírez Gualito, Karla Elizabeth, 196
Ramírez, E. A., 373
Ramírez-Morales, María Antonieta, 260
Ramos Sánchez, Guadalupe, 79
Ramos-Castillo, Carlos Manuel, 84
Rangel Méndez, René, 78
Razo Flores, Elías, 78
Rea Dionicio, Juan de la Cruz, 197
Rea Dionicio, Nadia Beatriz, 197

Regla, Ignacio, 290
Reina, Miguel, 26, 71
Reina-García, Jhusua David, 175
Reyes Arellano, Alicia, 269, 270, 335
Reyes Mercado, Estefania, 117
Reyes Trejo, Benito, 307
Reyes-Melo, Karen Y., 176
Reyes-Trujeque, Javier, 61
Reynoso Soto, Edgar Alonso, 142, 145
Reynoso-Soto, Edgar Alonso, 261
Ríos Martínez, Carlos, 190
Rivera Pérez, Julián Eduardo, 190
Rivero Ignacio Alfredo, 261
Rodríguez Aguilar, Maribel, 324
Rodríguez Barrera, Jassiel O., 100
Rodríguez Jonguitud, Enoé, 78
Rodríguez Leal, Daniela, 151
Rodríguez Maese, Rogelio, 8
Rodríguez Olalde, Nancy Eloísa, 157
Rodríguez Saldaña, Verónica, 8
Rodríguez, José A., 236
Rodríguez, José Antonio, 8, 19, 21, 32, 123, 327
Rodríguez-Salazar, Ma. Teresa de J., 220
Roitberg, Adrian E., III, XVIII, XXI, XXVI, XXXV
Rojas Santiago, Eleazar, IV, XX, XXV, L
Rojas-Aguirre, Yareli, 382
Román Ayala, Valeria, 196
Romero-Cano, Luis A., 317
Romero-Ibarra, Issis C., 83, 128
Roperro Vega, Jorge, 7
Rosales-Hoz, M. J., 373
Rubio García, José Emiliano, 253
Ruiz-Padilla, Eduardo, 290
Ruiz-Segura, Juan Carlos, 282
Russo, Nino, 66

S

Salazar Álvarez, Germán, III, XVIII, XXI, XXIV, XXX
Salazar Nieva, Laura B., 262
Salazar-Arriaga, Ana Beatriz, 198, 199
Salcedo Luna, María Celia, 14, 49
Salcedo-Figueroa, K. M., 231
Saldívar-González, Fernanda I., 43, 47
Salgado Escobar, Irma, 177
Sánchez Cabrera, Gloria, 377
Sánchez de Jesús, Félix, 56
Sánchez Mendoza, María Elena, 21
Sánchez-Esquivel, Lizbeth, 2

Saniger Blesa, José Manuel, 312, 322
Santes, Víctor, 128
Santiago Gómez, Jesús Ricardo, 177
Santillan Baca, Rosa, 360
Santillan, Rosa, 349
Santillán-Benítez, Jonnathan, 92
Santolalla-Vargas, C. E., 128
Santos López, Eva María, 32
Sarmiento Maza, Pascual, 197
Sedano Mendoza, Miriam, 157
Servín García, Gabriela, 378, 387
Silva Carrillo, Carolina, 145
Skladal-Méndez, Analaura, 220
Solís Oba, Aida, 243, 248
Solís-Ibarra, Diego, 110
Solórzano Acevedo, Karina, 94
Soto López, Ismael, 164
Soto Téllez, María de la Luz, 14, 49
Soto-Suárez, Fátima M., 259
Suárez-Ortiz, Gloria Alejandra, 105, 111, 295
Suárez-Souto, María Antonieta, 2

T

Talavera-Pech, William A., 366
Talavera Vázquez, Miroslava María, III, XIX, XXI, XXII, XLVIII, XLIX
Tamariz, Joaquín, 38, 42
Tello Victorino, Lizeth, 254
Tirado-Guizar, Antonio, 142
Torres-Rodríguez, Miguel, 209
Trilleras-Vásquez, J. E., 231
Trujillo Navarrete, Balter, 100
Trujillo-Navarrete, B., 137
Trujillo-Navarrete, Balter, 142
Tzanahua López, Ángel Guadalupe, 271
Tzec Nahuat, Alma K., 324
Tzompantzi, Francisco, 133

Tzompantzi-Morales, Francisco, 128

V

Valdez Navarro, Raúl, 56
Valdez Ruvalcaba, Jaime, 253
Valle-Hernández, Brenda Liz, 209
Vargas Hernández, Erick, 377
Vargas Rodríguez, Paulina, 145
Vargas, Brenda, 110
Vásquez-Ramírez, Ana L., 176
Vázquez Alvarado, María Magdalena, 360
Vázquez Maldonado, Silvana, 151
Vázquez Mendoza, Luis Heriberto, 232
Vázquez-Cruz, Efraín A., 361
Vega-García, Claudia Carolina, 208
Velarde-Barraza, Rosalio, 261
Velázquez Herrera, Franchescoli Didier, 164
Velázquez Sánchez, César Enrique, 281
Vértiz Hernández, Ángel Antonio, 161
Villafuerte-Salazar, María Guadalupe, 307

W

Waksman Minsky, Noemi, III, XVIII, XXI, XXIV, XXXI
Warren-Vega, Walter M., 317

Y

Yang, Weitao, III, XIX, XLI, XLIII

Z

Zambrano Zaragoza, María de la Luz, III, XIX, XXXVII,
Zhu, Jieping, III, XVIII, XXI, XXV, XXXIII
Zuleta-Prada, Holber, 307
Zuno Cruz, Francisco Javier, 377
Zúñiga Gutiérrez, Bernardo A., 253





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

Sociedad Química de México, A.C

Ciudad de México

www.sqm.org.mx

soquimex@sqm.org.mx

congresos@sqm.org.mx

+52 555662 6823, +52 555662 6837

"La química nos une"