



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**“OBTENCIÓN DE LAS CONDICIONES DE REACCIÓN  
DEL PROCESO PARA LA ELABORACIÓN DE UN  
ADITIVO PARA PRODUCTOS COSMÉTICOS A PARTIR  
DE ÁCIDOS GRASOS”**

***T E S I S***

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE**

**INGENIERA QUÍMICA**

**PRESENTA**

**VERÓNICA ROJAS ÁVILA**



**MÉXICO, D.F.**

**2013**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



**JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:**                   **Profesor: Dr. Antonio Valiente Balderas.**

**VOCAL:**                           **Profesor: Dr. Modesto Javier Cruz Gómez.**

**SECRETARIO:**                   **Profesor: Dra. Aida Gutiérrez Alejandre.**

**1er. SUPLENTE:**                   **Profesor: IQ. Carlos Álvarez Maciel.**

**2° SUPLENTE:**                   **Profesor: Dr. Néstor Noé López Castillo.**

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

Laboratorio E-212

Departamento de Ingeniería Química

Conjunto E, Facultad de Química

Ciudad Universitaria

**Asesor del tema:**

Dr. Modesto Javier Cruz Gómez.

**Supervisor Técnico:**

Dr. Néstor Noé López Castillo.

**Sustentante:**

Verónica Rojas Ávila.



## AGRADECIMIENTOS

A mis padres **Patricia Ávila Martínez y Mauricio Rojas Jiménez**, por estar siempre conmigo y enseñarme a luchar para conseguir mis sueños; su amor, comprensión y apoyo han sido fundamentales en mi vida. Los quiero mucho.

A mi hermano **Daniel Rojas Ávila**, por demostrarme que con esfuerzo y dedicación se pueden lograr las cosas, te quiero mucho.

A **Javier Vanegas Terrones**, por compartir momentos especiales a tu lado y enseñarme que las experiencias de la vida deben ser divertidas y alegres. Te aprecio mucho.

A **Panali Pérez, Miriam Rodríguez, Leslie y Ana Cisneros**, por esos maravillosos tres años de secundaria que pasamos juntas, siempre divirtiéndonos a nuestra manera. Se que han pasado los años pero tengo la fortuna de poder seguir llamándolas amigas.

A mi gran amigo **Carlos Gil Baltazar**, por esos momentos tan divertidos que pasamos en la prepa, cuando los recuerdo es inevitable sonreír. Es una gran dicha poder seguir contando con tu amistad, te aprecio mucho.

A **Pedro Almaraz Nuñez**, por ser un amigo desde la prepa, diciéndome valiosos consejos para la vida, espero seguir contando con tu amistad.

A mis amigos de la Universidad, **Patricia Ayala, Diana Carranza** y la llamada “banda de los Winis”, **Stephanie Flores, Sunashi Monroy Rivera, Lucía Tapia, Surya Ramírez Martínez, Lizbeth Gutiérrez, Fabiola Santos, Edith Martínez, Fátima Bonilla, Arnold Ramírez Rueda, Diego Santiago Rodríguez, Javier Vanegas Terrones, Saúl Pérez Caltenco, Ulises Castro Espinoza, Marco Antonio Solís, Alfredo Evangelista Flores, Rodrigo Edmundo Maín Medina, Omar Frías, Antonio Tapia y Oscar Hernández**, mejor conocido como Kappa; por los buenos momentos que pasamos en la facultad y fuera de ella: risas, fiestas, visitas, “lunes de papas”; convivios de los “papis de oro”, juegos y festejos de cumpleaños en el “jardín de las ardillas” y como olvidar las asignaturas en las que íbamos juntos, donde había



exposiciones y proyectos acompañadas de estrés, nerviosismo y desvelos. A **Salvador Gutiérrez Porraz, Gerardo Othniel Sandoval Rosales y Nury Jiménez Tapia**, por demostrarme su amistad y apoyo incondicional, fue un verdadero placer recorrer el camino de la universidad con ustedes, son unas grandes personas y espero seguir contando con su amistad, aunque los dejé al final, ustedes también formaron parte de la banda.

A mis compañeros del laboratorio 212, **Fabiola Alcántar, Luis Manuel Jiménez, Ricardo Mendoza, Ing. Jesús Estrada Soto, Fernando Rosas** y en especial, al **Ing. Orlando Fajardo Flores**, por brindarme tu apoyo durante mi estadía en el laboratorio, haciendo los momentos agradables y graciosos. Gracias por brindarme tu amistad, te aprecio mucho.

Al **Dr. Néstor Noé López Castillo**, por su gran apoyo al decir las palabras apropiadas en los momentos necesarios; por las grandes y divertidas lecciones mostradas en clase, es una persona que deja huella para los que conviven con usted, lo estimo mucho.

A la **Ing. Adriana Ávila González**, por brindarme orientación y ayuda para mi proceso experimental.

Al **Dr. Modesto Javier Cruz Gómez**, por darme la oportunidad de estar en su equipo de trabajo y poder aprender más. Muchas gracias.

A la **Dra. Aida Gutiérrez Alejandre** y al **Dr. Antonio Valiente Balderas** por sus valiosos consejos, así como el tiempo brindado para mejorar este trabajo.

A la **Universidad Nacional Autónoma de México**, por brindarme la oportunidad de estudiar, aprender y ampliar mi mente con conocimiento y nuevas experiencias, porque al recordarla será con gran orgullo y admiración.



## ÍNDICE

<b>ABREVIATURAS</b>	<b>i</b>
<b>SÍMBOLOS</b>	<b>ii</b>
<b>RESUMEN</b>	<b>1</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>3</b>
1.1 Objetivo.	4
1.1.2 Objetivos particulares.	4
1.2 Hipótesis.	5
<b>2. MARCO TEÓRICO</b>	<b>6</b>
2.1 Aceites vegetales.	6
2.1.1 Usos de los aceites vegetales.	6
2.1.2 Producción mundial de los aceites vegetales.	7
2.1.3. Consumo mundial de aceites vegetales.	8
2.1.4 Aceites vegetales en México.	8
2.1.5 ¿Y qué son los aceites?	9
2.1.6 Ácidos grasos.	10
2.1.7 Clasificación de los ácidos grasos.	10
2.1.8 Obtención de AG a partir de aceites.	12
2.1.9 Hidrólisis Ácida.	13
2.1.9.1 Índice de acidez.	14
2.1.9.2 Separación de AG.	14
2.1.9.3 Reacciones químicas comunes con AG.	15
2.1.9.4 Ésteres Metílicos de aceite de soya.	16
2.2 Soya.	16
2.2.1 Semilla de soya.	17
2.2.2 Producción mundial de SS.	17
2.2.3 Producción nacional de soya.	17
2.2.4 Sub-productos de la semilla de soya.	18



2.2.5 Aceite de soya.	19
2.2.6 Composición química del aceite de soya.	20
2.2.6.1 Ácido linoleico.	21
2.2.6.2 Ácido oleico.	21
2.2.6.3 Ácido linolénico.	22
2.2.6.4 Ácido palmítico.	22
2.2.6.5 Ácido esteárico.	23
2.2.7 Usos generales del aceite de soya.	23
2.3 Amidas.	24
2.3.1 Propiedades químicas de las amidas.	24
2.3.2 Obtención de amidas. Síntesis directa de amidas.	24
2.3.2.1 Amidación de EMAS	25
2.3.3 Usos de amidas.	25
2.4 Tensoactivo.	26
2.4.1 Materias primas para su producción.	27
2.4.2 Tensoactivos para productos cosméticos.	28
2.4.2.1 Shampoos.	28
2.4.3 Clasificación de tensoactivos.	29
2.4.3.1 Tensoactivos anfóteros.	30
2.4.3.2 Propiedades generales.	30
2.4.3.3 Aplicaciones.	31
2.4.3.4 Clasificación.	31
2.4.3.5 Betaínas de cadena larga.	31
2.4.3.6 Formación de betaínas.	32
2.4.3.7 Aplicaciones de betaínas.	33
2.4.3.8 Ejemplos de betaínas.	34
<b>3. DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	<b>35</b>
3.1 Elaboración de la amida a partir de EMAS.	35
3.1.1. Primera Metodología. Sistema usado para la reacción de aminólisis entre los EMAS y la DMAPA.	36
3.1.2 Técnica para el desarrollo de las reacciones de aminólisis.	36



3.1.3. Reacción de aminólisis de EMAS en un sistema cerrado.	37
3.2 Segunda metodología de aminólisis.	38
3.2.1 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc. Temperatura.	38
3.2.2 Separación de AG.	39
3.2.3 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc. Relación másica.	39
3.2.4 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc. Tiempo de reacción ( $\theta$ ).	39
3.2.5 Purificación de la mezcla de AGAS.	40
3.2.6 Caracterización de los AGAS a las condiciones adecuadas.	41
3.3 Síntesis directa de amidas a partir de la mezcla de AGAS.	41
3.3.1 Determinación de las condiciones adecuadas de la síntesis directa de amidas. Temperatura.	42
3.3.1.1 Neutralización de la amida.	42
3.3.2 Determinación de las condiciones adecuadas de la síntesis directa de amidas. Relación másica.	42
3.3.3 Determinación de las condiciones adecuadas de la síntesis directa de amidas. Tiempo de reacción.	42
3.3.4 Caracterización de la amida.	43
3.4 Carboxialquilación de la amidoamina.	43
3.5 Diseño Experimental.	46
<b>4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.</b>	<b>48</b>
4.1 Caracterización de los EMAS.	48
4.2 Caracterización de DMAPA.	50
4.3 Determinación de las condiciones adecuadas de aminólisis de EMAS.	52
4.3.1 Reacciones de aminólisis realizadas en reactor PARR.	55
4.3.2 Hidrólisis ácida del AS.	58
4.3.2.1 Caracterización del AS	59
4.3.3 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc al AS. Temperatura adecuada.	59





4.3.3.1 Cantidad de catalizador (HCl).	62
4.3.4 Relación másica AS: H <sub>2</sub> O de la HiAc.	63
4.3.5 Tiempo de reacción de HiAc.	65
4.3.6 Purificación de AGAS a las condiciones adecuadas de reacción de HiAc. Cristalización de AGAS.	66
4.3.7 Mecanismo de reacción. HiAc del AS.	70
4.4 Síntesis directa de amidas.	71
4.4.1 Síntesis directa de amidas. Condensación de AGAS con DMAPA.	76
4.5 Carboxialquilación de la amidoamina (soyamida).	77
4.5.1 Mecanismo de reacción de la carboxialquilación de la amidoamina.	82
<b>5. CONCLUSIONES</b>	<b>85</b>
<b>6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>87</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>90</b>
Anexo A. Técnicas de caracterización.	90
Anexo B. Determinación del número de acidez.	95
Anexo C. Pruebas de solubilidad.	97
Anexo D. Cálculos realizados en las reacciones.	100
Anexo E. Curvas de calibración en HPLC.	104
Anexo F. Hojas de seguridad de reactivos y operación del reactor PARR.	105



## ABREVIATURAS

AG	Ácidos Grasos
AGAS	Ácidos Grasos del Aceite de Soya
AcM	Ácido Monocloroacético
AS	Aceite de soya
CG	Cromatografía de gases
(-CH <sub>2</sub> )	Metilenos
(-CH <sub>3</sub> )	Metilos
ClCH <sub>2</sub> CO <sub>2</sub> Na	Monocloroacetato de Sodio
DMAPA	N-N Dimetilaminopropilamina
EMAS	Ésteres Metílicos del Aceite de Soya
HCl	Ácido Clorhídrico
HiAc	Hidrólisis Ácida
HPLC	High Performance Liquid Chromatography (Cromatografía Líquida de Alto Desempeño)
IR	Infrarrojo
KOH	Hidróxido de Potasio
NaOH	Hidróxido de Sodio
RMN	Resonancia Magnética Nuclear
SS	Semilla de soya



## SÍMBOLOS

$^{13}\text{C}$	Carbono 13
$^1\text{H}$	Hidrógeno
$X (\%)_{\text{EMAS}}$	Porcentaje de EMAS presentes en la mezcla
$M_{\text{EMAS}}$	Peso molecular de los EMAS
$\theta$	Tiempo de reacción
$T_r$	Temperatura de reacción
$n_{\text{EMASinicial}}$	Moles iniciales de EMAS
$n_{\text{DMPAinicial}}$	Moles iniciales de DMPA
$n_{\text{EMASfinal}}$	Moles finales de EMAS
$m_{\text{ASinicial}}$	Masa inicial de AS
$m_{\text{ASfinal}}$	Masa final de AS
$\text{AGAS}_{\text{iniciales}}$	Moles iniciales de Ácidos grasos del aceite de soya
$\text{AGAS}_{\text{final}} (n)$	Moles finales de Ácidos grasos del aceite de soya



## RESUMEN

Este trabajo de tesis se realizó con el fin de establecer las condiciones adecuadas para llevar a cabo la preparación de un tensoactivo anfótero (betaínas) a partir de aceite de soya (AS). Estas condiciones fueron la temperatura, el tiempo y la relación entre los reactivos así como la cantidad de catalizador.

Lo relevante de este proyecto se basa en que la producción de las betaínas usadas para productos cosméticos parten de un solo tipo de ácidos grasos, comúnmente ácido laúrico y con este trabajo se produciría una betaína a partir de la mezcla de ácidos grasos a partir del aceite de soya (AS), que es más barato que otros aceites vegetales. Para ello, se llevaron a cabo las reacciones necesarias para encontrar dichas condiciones.

Primero, se emplearon ésteres metílicos provenientes del aceite soya, pero éste reactivo no era viable para la reacción, así que se determinó realizar una hidrólisis ácida al aceite de soya (AS) para obtener ácidos grasos (AG), a una temperatura de 220 °C y 22 bares, en un reactor cerrado, el catalizador empleado fue HCl al 35 % en peso, en una cantidad del 1% respecto al AS.

Los ácidos grasos del aceite de soya (AGAS) obtenidos se cristalizaron con metanol, acetona y agua. Posteriormente fueron caracterizados por la técnica de Espectroscopia de IR, además de la determinación del punto de fusión de éstos.

Las condiciones adecuadas para la reacción de síntesis directa de amidas a partir de los AGAS con N-N Dimetilaminopropilamina (DMAPA) (segunda reacción), fueron registradas a 180 °C, con un exceso molar de 0.05 de diamina, 6 % de HCl respecto a los AGAS por 5 h. La amida fue neutralizada con una solución de NaOH al 20 %.

La tercera reacción fue la carboxialquilación de la amidoamina con el AcM para producir la betaína, y la neutralización con NaOH; tanto el AcM como el NaOH fueron agregados en tres lotes a 50 °C durante 50 minutos.



Posteriormente la betaína fue caracterizada mediante Espectroscopia de IR y RMN, HPLC.

De acuerdo a los espectros de  $^{13}\text{C}$  e  $^1\text{H}$  obtenidos por la técnica de RMN, se distinguen desplazamientos de los diferentes carbonos e hidrógenos que conforman a la molécula indicando que sí se tiene el producto deseado.



## CAPÍTULO 1

### INTRODUCCIÓN

En los últimos años, los tensoactivos basados en productos orgánicos han ganado espacio en el mercado de detergentes debido a sus buenas propiedades de lavado y biodegradabilidad respecto a los detergentes convencionales, que son obtenidos a partir de derivados del petróleo.

En los años 70`s, se produjeron tensoactivos sintéticos (tipo alquil benceno sulfonato), a partir del propileno, obtenido como subproducto del craqueo catalítico, pero estos compuestos no eran biodegradables lo que ocasionó grandes problemas de contaminación, por lo tanto se decidió fabricar tensoactivos a partir de compuestos orgánicos, como los ácidos grasos obtenidos a partir de aceites. Estos compuestos son favorables ya que tienen un grupo lipofílico que no es tóxico, y pueden ser usados en la industria de cosméticos, farmacéutica, polímeros y textiles.

Existen cuatro tipos principales de tensoactivos: aniónicos, no ionicos, catiónicos y anfóteros.

Actualmente, los tensoactivos anfóteros han tenido un gran desarrollo, ejemplos de estos compuestos, son las betaínas, como la cocoamidopropil-betaína y la estereamidapropilbetaína, aplicadas en la industria de los cosméticos, principalmente como agentes espumantes en shampoos y acondicionadores para el cabello.

La importancia de este trabajo radica en obtener las condiciones de reacción más favorables: hidrólisis ácida del AS, aminólisis de los EMAS, la síntesis directa de amidas a partir de los AGAS y la carboxialquilación de amidas, para la obtención de una betaína a partir de la mezcla de AGAS, ya que las betaínas mencionadas anteriormente, son producidas a partir de un solo tipo de AG, ocasionando que haya una destilación del aceite para su obtención, lo que implica un costo adicional para obtenerlos además de que no se cuenta con una betaína a partir del AS que en los últimos años se ha



convertido en una materia prima más barata en comparación con otros aceites de semillas oleaginosas.

A continuación, se muestran los objetivos en los cuales se hizo el trabajo experimental, así como la hipótesis planteada.

### **1.1 Objetivo general.**

Establecer las condiciones de reacción para obtener la metodología para el proceso de elaboración de betaínas usadas para productos cosméticos a partir de la mezcla de AGAS.

#### **1.1.2 Objetivos particulares.**

- Obtener la temperatura, relación estequiométrica y el tiempo adecuados de la reacción de aminólisis de los EMAS con la DMAPA.
- Obtener la temperatura adecuada, relación másica (AS: H<sub>2</sub>O) y el tiempo de la reacción de HiAc.
- Determinar el o los disolventes para purificar los AGAS obtenidos en la reacción de HiAc.
- Obtener la temperatura adecuada, relación estequiométrica y el tiempo de la síntesis directa de amidas. Condensación de AGAS y la DMAPA.
- Purificar la amidoamina obtenida en la reacción de aminólisis.
- Caracterizar los productos obtenidos en las reacciones anteriores por medio de la técnica de Espectroscopia de IR.
- Realizar la reacción de carboxialquilación de la amidoamina del AS con el AcM.
- Identificar la betaína por medio de la técnica de Espectroscopia de IR, HLPC y RMN.
- Realizar la curva de calibración por medio de la técnica de HPLC, de la betaína (soyamida propil betaína) para determinar la concentración de la muestra obtenida.



## 1.2 Hipótesis.

Si se hace reaccionar un ácido carboxílico o un éster de la mezcla del AS con una diamina bajo calentamiento, dará como resultado una amidoamina; que al reaccionar con un ácido halogenocarboxílico o su sal producirá una betaína que podría ser útil en la producción de cosméticos.





## CAPÍTULO 2

### MARCO TEÓRICO

En nuestros días, el estudio de nuevos materiales a partir de sustancias orgánicas ha abierto un amplio panorama para la producción de nuevos productos útiles para la sociedad.

Se podría pensar que el uso de los aceites solo queda restringido al ámbito alimenticio ya que del 100% del total de la producción de aceite, el 80% se destina al consumo humano, el 5% al consumo animal y solo el 15 % son usados para fines industriales <sup>(14)</sup>. Pero ¿de dónde se obtienen los aceites vegetales?

#### **2.1 Aceites vegetales.**

Los aceites vegetales son productos orgánicos obtenidos a partir de plantas oleaginosas; es decir, especies vegetales que tienen un elevado contenido de sustancias grasas en sus tejidos, raíces, frutos o semillas.

El aceite se puede extraer por vía mecánica o uso de disolventes como el hexano, siendo el último un proceso más rápido, barato y con mejores rendimientos, pero generalmente, se hace una combinación de ambas técnicas. Cuando las semillas se someten a un proceso de prensado, resulta una “torta” que es rica en proteína y es aprovechado para alimento de ganado.

Las principales semillas de las plantas oleaginosas sembradas mundialmente son: palma, soya, colza, girasol, algodón, maní y oliva.

##### **2.1.1 Usos de los aceites vegetales.**

Como ya se mencionó, las principales aplicaciones de los aceites se distribuyen en dos áreas específicas ya sea para usos alimenticios y usos industriales.

- a) Uso alimenticio: Usados para la cocción de alimentos provocando el realce del aroma, textura y sabor de los alimentos, constituyendo una fuente de ácidos grasos esenciales que participan en reacciones bioquímicas a nivel celular además de proveer una proporción de vitaminas A, D, E y K y aceites esenciales que el cuerpo humano no puede producir.
- b) Uso industrial: Las aplicaciones principales y clásicas de los aceites y grasas o de sus derivados, se dan en dos campos principales como la obtención de jabones y productos secantes para la preparación de pinturas, aunque se han abierto nuevas tendencias para la producción de polímeros, la industria textil y de cosméticos; producción de biocombustibles.

### 2.1.2 Producción mundial de los aceites vegetales <sup>(15)</sup> <sup>(18)</sup>.

La producción mundial de los aceites ha tenido un importante incremento desde hace 30 años. Actualmente la producción radica entre 472 millones de toneladas, siendo Malasia, China y Estados Unidos los tres principales productores, la figura 2.1 muestra los 10 países productores de aceites vegetales en el 2010.



País productor de aceites vegetales	Producción (miles de toneladas)
Malasia	13,667,417
China	13,605,100
Estados Unidos de América	10,981,175
Indonesia	10,800,858
India	6,145,750
Brasil	5,618,361
Argentina	5,372,084
Alemania	2,905,633
Japón	1,892,623
España	1,886,319

**Fig. 2.1. Países productores de aceites vegetales.**

### 2.1.3. Consumo mundial de aceites vegetales <sup>(15)</sup> <sup>(20)</sup>.

Al igual que la producción, el consumo de aceites ha ido aumentando, de 53 a más de 170 millones de toneladas en los últimos años, debido a que se tienen nuevas aplicaciones de éstos en la industria, para uso de detergentes y jabones (60%); y como materia prima para la producción de biocombustibles, lubricantes y líquidos hidráulicos (30%) y el resto para pinturas, productos secantes y tintas de imprenta.

Actualmente, los aceites más consumidos son los de soya y de palma, en la figura 2.2 se muestra el consumo mundial de los aceites vegetales.

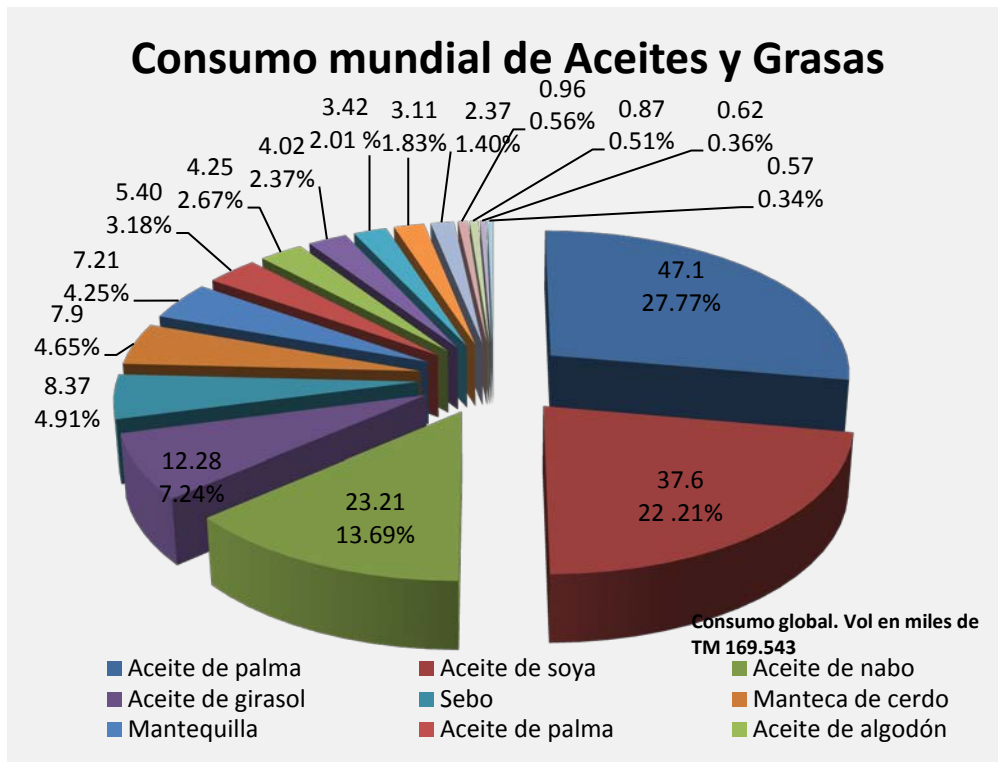


Fig. 2.2: Consumo de aceites en el 2010.

### 2.1.4 Aceites vegetales en México <sup>(17)</sup>.

La industria aceitera en el país ha tenido un desarrollo lento ya que no se han aumentado los recursos para el desarrollo de la agricultura, México muestra un deficit en la producción de semillas oleaginosas, por lo que las empresas aceiteras mexicanas deben importar alrededor del 95% de las semillas necesarias para elaborar aceites y grasas vegetales. A pesar de eso, se producen semillas de soya, canola, cártamo y girasol.

### 2.1.5 ¿Y qué son los aceites? <sup>(1)</sup> <sup>(2)</sup> <sup>(3)</sup>

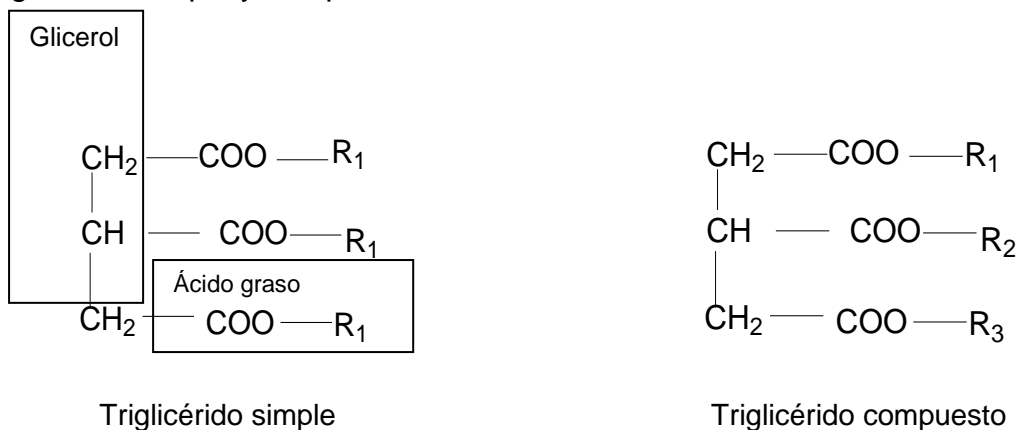
Son moléculas cuya composición está formada principalmente por triésteres de ácidos grasos unidos a una molécula de glicerol, generalmente llamados triglicéridos. Estos presentan normalmente más del 95 % en peso del aceite y el resto está formado por monoglicéridos, diglicéridos, alcoholes grasos, ácidos grasos libres, entre otros.

Estos compuestos tienen las siguientes características:

- Insolubles en agua.
- Solubles en la mayoría de los solventes orgánicos como éter, cloroformo, tetracloruro de carbono.
- Menos densos que el agua.

Cuando los AG que conforman a la molécula son iguales, se les llama triglicéridos simples. Cuando son diferentes se habla de triglicéridos compuestos.

A continuación se muestra en la figura 2.3 la estructura química de un triglicérido simple y compuesto:



Donde: R1, R2, R3 son ácidos grasos.

**Fig. 2.3. Estructura de un triglicérido.**

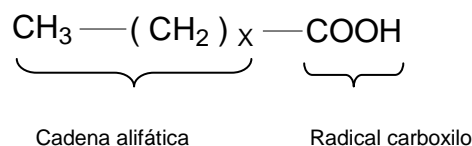
Los triglicéridos con alto contenido de ácidos grasos no saturados, son líquidos a temperatura ambiente y se les llama aceites.



Aunque los factores más importantes para que un producto sea sólido o líquido depende del tamaño de las cadenas de los AG y la relación entre la cantidad de AG insaturados y saturados.

### 2.1.6 Ácidos grasos.

Los ácidos grasos están formados por cadenas de carbonos alifáticos saturados o insaturados con un número par de átomos de carbono unido a un radical carboxilo, generalmente representado como COOH, su fórmula general se presenta en la figura 2.4, dependiendo del tipo, proporción en que se tengan y como se encuentren enlazados a la molécula de glicerol conferirán propiedades físicas y químicas a las grasas.



**Fig. 2.4: Estructura química de los ácidos grasos donde X es el número de metilenos de la cadena.**

La cadena de carbonos alifática es fuertemente hidrofóbica, mientras que el grupo carboxilo interacciona muy bien con el agua.

### 2.1.7 Clasificación de los ácidos grasos. <sup>(3)</sup>

Los AG que se encuentran presentes en las grasas y aceites se clasifican por el grado de insaturación de su cadena alifática en:

- Ácidos grasos saturados. Son los que en su cadena alifática tienen enlaces carbono-carbono simples, generalmente llamados “enlaces saturados”. Son enlaces poco reactivos químicamente.
- Ácidos grasos insaturados. Son cuando existe uno o más dobles enlaces entre dos átomos de carbono en la cadena alifática.

Cuando se presenta un doble enlace se le llama “monoinsaturado” pero si existe más de uno, se llama “poliinsaturado”.



Los AG saturados tienen un punto de fusión más alto que los insaturados y va aumentando conforme la longitud de la cadena aumenta, en la tabla 1 se muestran AG saturados y en la tabla 2 AG insaturados.

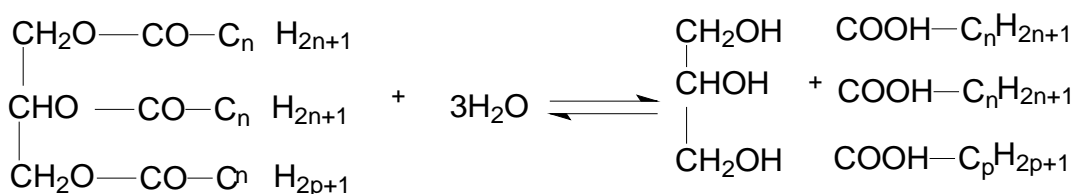
Tabla 1. Ácidos grasos saturados				
Nombre sistemático	Nombre común	No. De átomos de carbono	Pto. De fusión (°C)	Origen
Etanoico	Acético	2	-	-
Butanoico	Butírico	4	-7.9	Mantequilla
Hexanoico	Caproico	6	-3.4	Mantequilla
Octanoico	Caprílico	8	16.7	Aceite de coco
Decanoico	Cáprico	10	31.6	Aceite de coco
Dodecanoico	Láurico	12	44.2	Aceite de coco
Tetradecaicoico	Mirístico	14	54.4	Mantequilla, Aceite de coco
Hexadecanoico	Palmítico	16	62.9	La mayoría de grasas y aceites
Octadecanocio	Esteárico	18	29.6	La mayoría de grasas y aceites
Eicosanoico	Araquídico	20	75.4	Aceite de cacahuete
Docosanoico	Behénico	22	80.0	Aceite de cacahuete



Tabla 2 Ácidos grasos insaturados					
Nombre sistemático	Nombre común	No. De enlaces dobles	No. De átomos de carbono	Pto. De fusión (°C)	Origen
9-Decenoico	Caproleico	1	10	-	Mantequilla
9-Dodecenoico	Lauroleico	1	12	-	Mantequilla
9-Tetradecenoico	Miristoleico	1	14	18.5	Mantequilla
9-Hexadecenoico	Palmitoleico	1	16	-	Aceites de pescado, grasa de vacuno
9-Octadecenoico	Oleico	1	18	16.3	Grasas y aceites
9,12-octadecadienoico	Linoleico	2	18	-6.5	Grasas y aceites
9,12,15-Octadecatrienoico	Linolénico	3	18	-12.8	Soya y canola
13-Docosenoico	Erúcico	1	22	33.4	Ac. canola

### 2.1.8 Obtención de AG a partir de aceites. <sup>(5)</sup>

Los aceites se hidrolizan para obtener glicerol y ácidos grasos libres como se muestra en la figura 2.5, la reacción puede ser catalizada por ácidos (HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, reactivo de Twitchell) o bases (NaOH). Estas reacciones involucran un intermediario tetraédrico y son reacciones de adición-eliminación.



**Fig. 2.5 Reacción general de hidrólisis.**

En Estados Unidos y Europa, el proceso que más se emplea para obtener los ácidos grasos de aceites y grasas, es el de “desdoblamiento de grasas”, es decir; una hidrólisis no catalítica a temperatura ( $< 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), presión elevada y un exceso de agua.

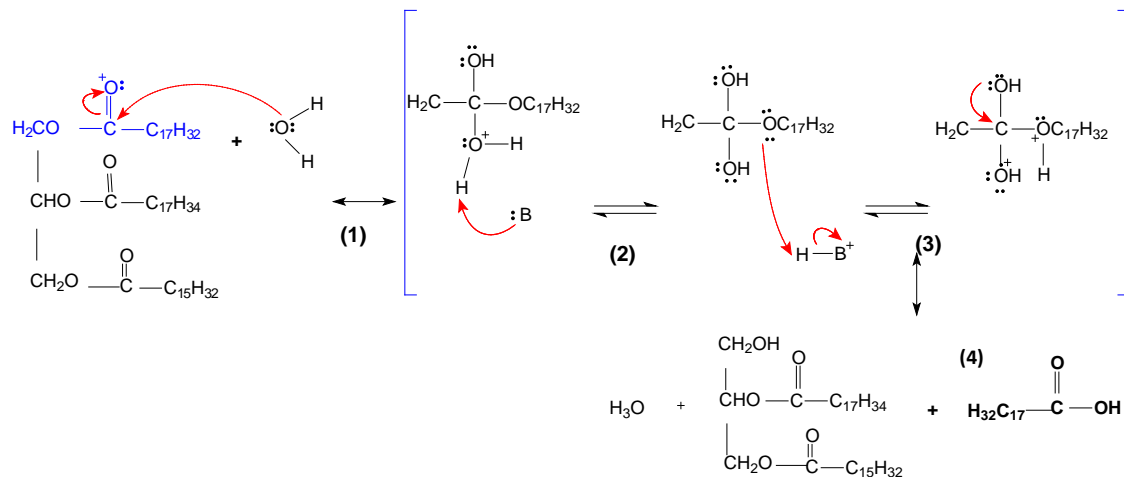
En plantas pequeñas se emplea el “desdoblamiento continuo” en autoclave, usando como catalizador el óxido de Zinc.

### 2.1.9 Hidrólisis ácida <sup>(7) (8)</sup>.

La hidrólisis ácida permite convertir el aceite en glicerol y ácidos grasos, que generalmente, son ácidos grasos insaturados.

Al ser una reacción consecutiva y reversible, tiene que existir una remoción de los ácidos grasos o el alcohol del sistema.

La hidrólisis ácida se da por un mecanismo de adición nucleofílica, como se muestra en la figura 2.6, y posteriormente se da una descripción del mecanismo.



**Fig. 2.6 Esquema general de la hidrólisis ácida.**

1. El ácido carboxílico es activado por la protonación del grupo carbonilo.
2. El agua realiza un ataque nucleofílico hacia el carbono protonado para generar el intermediario tetraédrico.
3. Se transfiere un protón hacia el agua, convirtiendo al grupo -OH en un buen grupo saliente.





4. La transferencia del par electrónico hacia el carbono genera la expulsión del alcohol y el ácido carboxílico, regenerando al catalizador ácido.

#### 2.1.9.1 Índice de acidez.

El índice de acidez es un método que constituye una medida del grado de hidrólisis de una grasa. Todos los aceites y grasas tienen ácidos grasos libres, esta existencia se debe a la actividad enzimática de las lipasas.

El índice de acidez se define como los miligramos de NaOH o KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en 1 gramo de aceite o grasa, como se muestra en la ecuación.

$$\text{Número de ácido} = \frac{(A - B) * N * 56.1}{W}$$

Donde:

A: mL de solución de NaOH 0.1 N requeridos para la muestra.

B: mL de solución de NaOH 0.1 N requeridos para el blanco.

N: normalidad de la solución de NaOH 0.1 N.

W: g de muestra usados.

#### 2.1.9.2 Separación de AG <sup>(4)</sup>.

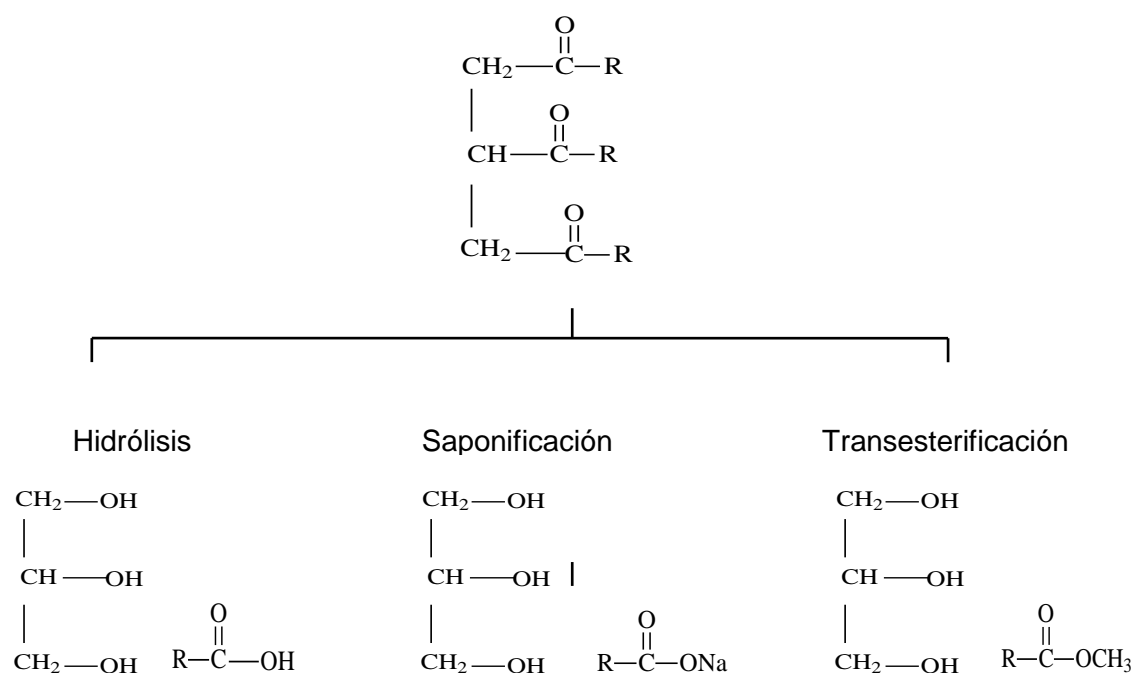
Existen dos procesos comerciales de cristalización por solventes para separar los ácidos grasos.

El proceso Emersol, patentado en 1940, usa como solvente el metanol, con una relación de 1:1 a 3:1 de solvente: ácidos grasos; y el proceso Armour/Texaco, que utiliza la acetona.

Se utiliza el mismo equipo en ambos métodos para separar los ácidos grasos. Estos son disueltos en el solvente correspondiente y son bombeados hasta unos cilindros que se encuentran a una temperatura de  $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$ , equipados con unas cuchillas que remueven los cristales a la superficie del cilindro; la mezcla es separada en un filtro de tambor cerrado mientras que la torta filtrada se rocía con solvente frío para remover los ácidos grasos líquidos, finalmente el solvente es recuperado en un evaporador flash para su rehúso.

### 2.1.9.3 Reacciones químicas comunes con ácidos grasos <sup>(9)</sup>.

Los triglicéridos al tener cantidades significativas de grasa, pueden experimentar una gran variedad de reacciones químicas, aplicadas en usos alimenticios o industriales, las principales reacciones que sufren los triglicéridos se muestran en la figura 2.7.



**Fig.2.7 Principales reacciones de los triglicéridos.**

Al realizar la hidrólisis de un triglicérido se obtiene glicerina y ácidos grasos a alta temperatura y presión. En la saponificación se obtiene glicerina y jabón (sales de ácidos grasos) que posteriormente son acidificadas para obtener los ácidos grasos.



En la transesterificación, los ácidos grasos reaccionan con un alcohol para formar un éster.

#### **2.1.9.4 Ésteres metílicos de aceite de soya.**

En estos momentos, la tendencia está orientada hacia los derivados tipo ésteres, principalmente metílicos y etílicos, generalmente obtenidos por la transesterificación de los aceites vegetales.

El aceite se calienta y se hace reaccionar con metanol en presencia de un catalizador. Como producto de la reacción se obtiene el éster y la glicerina.

Al realizarse la separación, la glicerina se va a almacenamiento y se usa en productos cosméticos.

El éster pasa por un proceso de lavado con agua, la cual ayuda a eliminar las impurezas, posteriormente se seca a través de un sistema de secado al vacío.

Los usos principales de los ésteres son como aditivos para desinfectar manos, lociones para el cuerpo, ceras y productos de limpieza para coches, hogar y como combustible.

### **2.2 Soya.**

En la actualidad, el sector de la producción de la semilla de soya ha tenido una gran transformación en los últimos 20 años, esto se debe a la gran extensión de tierra que se le ha asignado para su cultivo, modificaciones genéticas que ha sufrido y el empleo de buenas técnicas agronómicas, por lo anterior su producción ha aumentado, se realiza un estudio de producción de esta semilla ya que a partir de ella se obtiene el aceite usado en este trabajo de tesis.



### 2.2.1 Semilla de soya. <sup>(16)</sup>

La soya es una especie originaria de China, Japón e Indochina, es una legumbre que se obtiene de una planta herbácea, cuyo nombre científico se denomina *Glycine max.*

### 2.2.2 Producción mundial de SS. <sup>(19)</sup>

La producción mundial de soya ha tenido un incremento del 13.6 %, al pasar de 220 a 250 millones de toneladas. Esta producción se concentra en EU con un 36 %, Brasil con un 25 %, Argentina con 21%, China con un 6 % entre otros.

La producción mundial de soya fue de 216.6 millones de toneladas en el año 2010.

Los principales países productores de soya se muestran en la tabla 3:

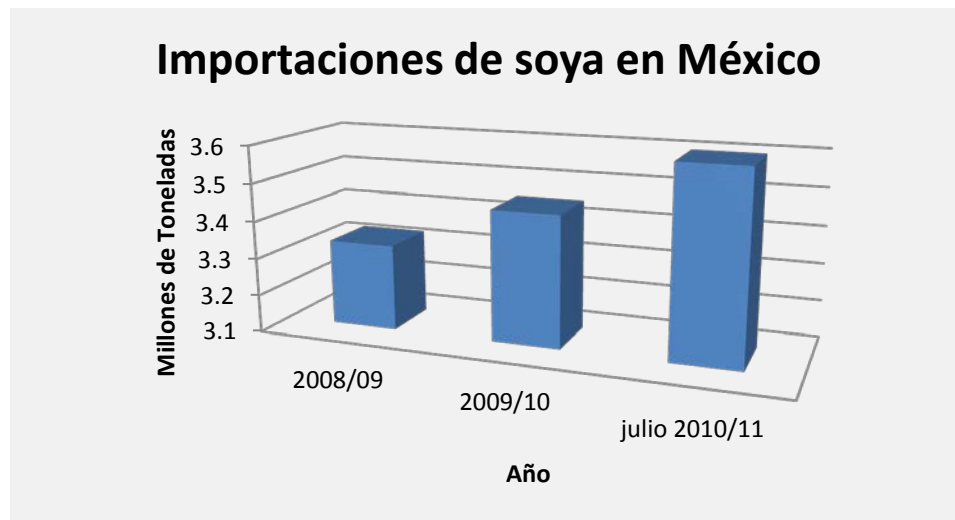
Tabla 3. Principales productores de soya 2010	
País	Producción (millones de toneladas)
Estados Unidos	90.6
Brasil	75.5
Argentina	49.0
China	15.1
India	9.8
Paraguay	8.3
Canadá	4.3
Otros	11.5
Total	264.1

### 2.2.3 Producción nacional de soya. <sup>(21)</sup>

En México, se produjeron 153 toneladas de soya en el año 2009, equivalentes a 4.7% del consumo nacional, de esta producción el 87% de la producción se concentró en los estados de Tamaulipas con un 58%, Chiapas con un 16% y San Luis Potosí con un 13%; mientras que el resto es destinado a Veracruz y Campeche. Pero esta producción nacional, no es suficiente para abastecer el consumo nacional.

Por esto, México importa esta semilla, siendo el cuarto importador más importante de soya a nivel mundial, después de China, la Unión Europea y Japón, en la figura 2.8 se muestra las importaciones que México ha realizado a partir del año 2008.

Las importaciones de México equivalen a 4.5% de la soya que se comercializa a nivel mundial.



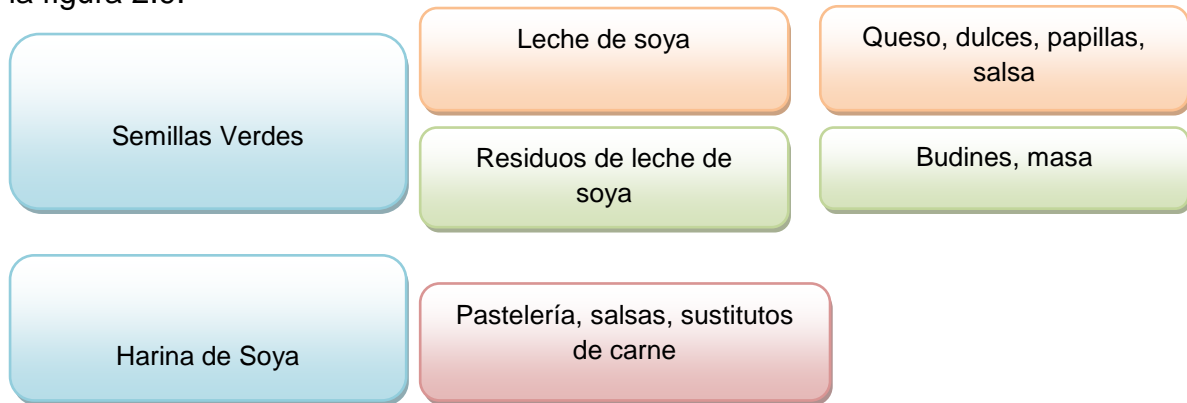
*Fig. 2.8: Importaciones de soya en México.*

#### **2.2.4 Sub-productos de la semilla de soya.**

De la semilla se extrae proteína de alta calidad para fabricación de alimentos para consumo animal, aceites comestibles de alta calidad y un abastecimiento abundante y confiable a bajos precios.

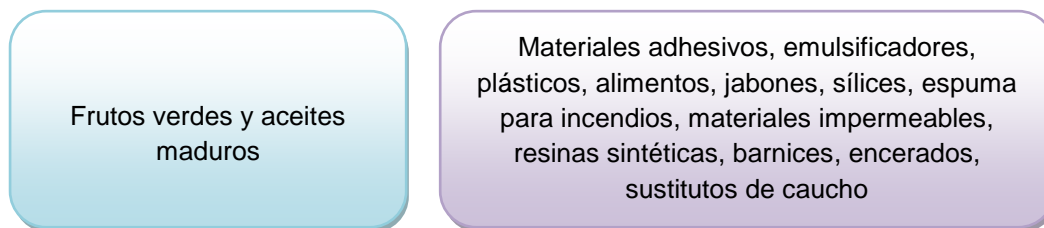
Generalmente se utiliza para la alimentación humana y del ganado aunque se le están dando nuevas aplicaciones en la industria cosmética, producción de plásticos y la producción de biocombustibles.

Las aplicaciones de la soya en la alimentación humana, se muestran en la figura 2.9:



**Fig. 2.9 Aplicaciones alimenticias de la SS.**

Mientras que las aplicaciones industriales de la soya, se muestran en la figura 2.10.



**Fig. 2.10. Aplicaciones industriales de la soya.**

### 2.2.5 Aceite de soya <sup>(13)</sup>.

Este aceite se obtiene a partir de las semillas de soya (SS) por extracción mecánica y por solventes. El aceite crudo contiene entre 2.5-3.0% de fosfolípidos, estos compuestos son eliminados por procesos de desgomado y refinación, para posteriormente blanquearlo y deodorizarlo para embotellarlo.

El uso del AS como grasa vegetal ha crecido muy rápido, hasta situarse como el segundo aceite más utilizado con una producción de aceite de 37.33 millones de toneladas y ser el segundo aceite en producirse a nivel mundial después del de palma, del grano seco se obtiene un 20% de aceite. Los principales países productores y consumidores de aceite de soya se muestran en la tabla 4.



**Tabla 4. Producción y consumo de aceite de soya en el 2010**

País	Producción (millones de toneladas)	Consumo (millones de toneladas)
Estados Unidos	8.57	7.62
China	9.84	11.11
Argentina	7.18	2.51
Brasil	6.90	5.26
Unión Europea	2.23	2.79
India	1.71	2.65
México	0.64	0.84
Marruecos	-	0.42
Irán	-	0.70
Otros	4.16	7.12
Total	41.23	41.02

### 2.2.6 Composición química del aceite de soya.

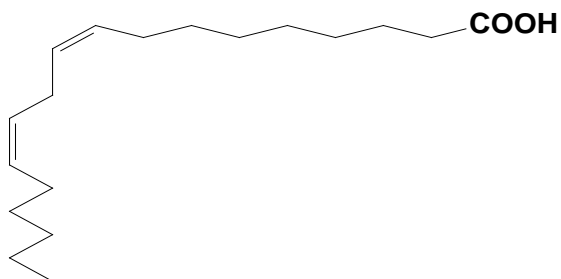
El aceite de soya es más barato que el de maíz, cártamo y girasol. Tiene un alto nivel de insaturación, los ácidos grasos que conforman al aceite son los mostrados en la tabla 5.

**Tabla 5. Composición de ácidos grasos del AS (%)**

Saturados		Insaturados	
No de Carbonos	Promedio	No de Carbonos	Promedio
C12:0	-	C18:1	24.5
C14:0	-	C18:2	53.0
C16:0	11.5	C18:3	7.0
C18:0	4.0		
Total	15.5	Total	84.5

### 2.2.6.1 Ácido linoleico.

Este ácido graso es llamado 9,12-octadecadienoico, 18:2 ( $\omega$ -6), es un ácido graso poliinsaturado, con dos dobles enlaces, mostrado en la figura 2.11.

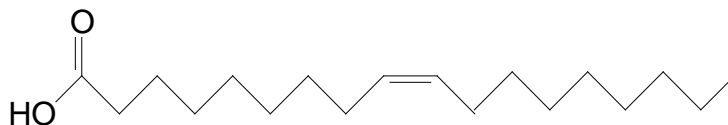


Utilizado en la fabricación de pinturas y barnices y se encuentra en muchos aceites de semillas como linaza, soya, girasol y algodón.

*Fig. 2.11 Estructura química del ácido linoleico.*

### 2.2.6.2 Ácido oleico.

Este ácido graso es llamado ácido cis-9-octadecenoico, 18:1 cis-9, es un ácido graso monoinsaturado de la serie omega-9, mostrado en la figura 2.12.



*Fig. 2.12 Estructura química del ácido oleico.*

El ácido oleico es empleado como lubricante en las industrias de metalúrgica, textil y del petróleo.

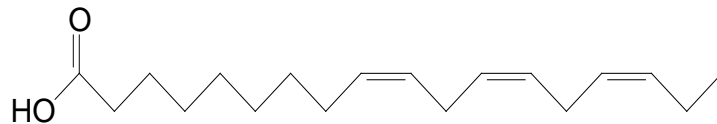
En la industria agroquímica y química es usado como aditivo para mejorar las características de algunos productos, para la fabricación de cosméticos para mejorar la detergencia en shampoos y mantener la humedad de espumas de afeitar, además de jabones.

La principal fuente de ácido oleico se encuentra en los aceites de oliva, aguacate, soya y palma.



### 2.2.6.3 Ácido linolénico.

Es un ácido graso poliinsaturado, omega 3 (isómero  $\alpha$ ), formado por una cadena de 18 carbonos con tres dobles enlaces en las posiciones 9, 12 y 15; (C: 18:3). Su fórmula química es  $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-}(\text{CH}_2)_7\text{-COOH}$ , mostrado en la figura 2.13.

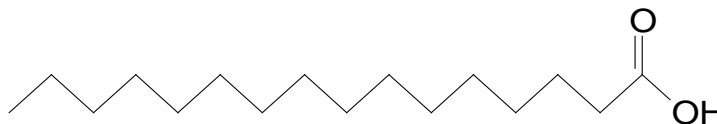


*Fig. 2.13 Estructura química del ácido linolénico.*

Este tipo de ácido se encuentra en el aceite de lino, aceite de soya y el aceite de colza.

### 2.2.6.4 Ácido palmítico.

Es un ácido graso saturado, formado por 16 átomos de carbono (C: 16:0), también es llamado ácido hexadecanoico y su fórmula química es  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$ , mostrado en la figura 2.14.



*Fig. 2.14 Estructura química del ácido palmítico.*

Se emplea para la fabricación de jabones, velas, lubricantes y detergentes.

Este tipo de ácido graso se encuentra principalmente en el aceite de coco y el aceite de palma.

### 2.2.6.5 Ácido esteárico.

Es un ácido graso saturado de 18 carbonos, también llamado ácido octadecanoico, su fórmula química es  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$ , mostrado en la figura 2.15.



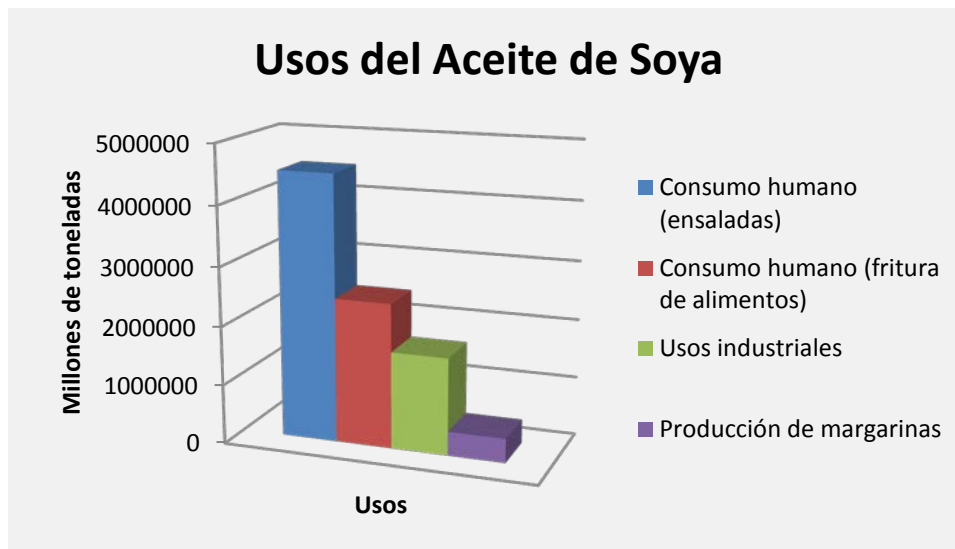
*Fig. 2.15 Estructura química del ácido estearico.*

Este ácido es empleado en la fabricación de jabones, velas y productos cosméticos y está presente en grasas animales y aceites vegetales.

### 2.2.7 Usos generales del AS.

El aceite de soya tiene una mayor diversidad de aplicación para uso humano e industrial como se muestra en la figura 2.16.

Entre los principales mercados no alimenticios del AS se encuentran las industrias de barnices y pinturas, resinas, plásticos y sedimentos (obtenidos a partir de ácidos grasos del aceite de soya), y en la producción de biocombustibles.



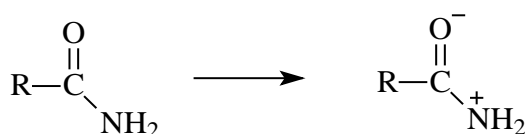
*Fig. 2.16 Usos principales del aceite de soya.*

## 2.3 Amidas.

Las amidas son compuestos orgánicos, derivados de la reacción entre un ácido carboxílico y una amina o amoníaco; donde existe una sustitución del grupo hidroxilo del grupo carboxilo, por el grupo amino; dando lugar a una amida primaria, secundaria o terciaria, según sea el caso respectivamente. (-CONH<sub>2</sub>, -CONHR o -CONR'R).

### 2.3.1 Propiedades químicas de las amidas.

Estos compuestos son débilmente básicos ya que existe un par electrónico sin compartir en el átomo de nitrógeno que permite incorporar un protón; sin embargo, este carácter básico es débil debido a una segunda estructura resonante, como se muestra en la figura 2.17.

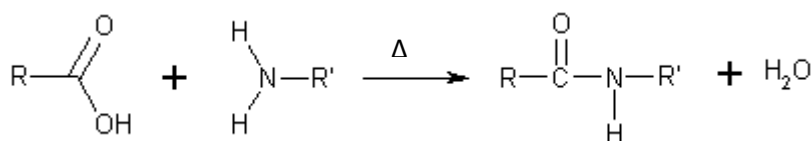


*Fig. 2.17: Estructura resonante de amida.*

### 2.3.2 Obtención de amidas. Síntesis directa de amidas.

Las amidas primarias y secundarias, así como el NH<sub>3</sub> son bases y pueden reaccionar con ácidos carboxílicos o sus derivados (ésteres, halogenuros de acilo).

Cuando las amidas se sintetizan partiendo de ácidos carboxílicos, la reacción inicial será con un ácido carboxílico y una amina, que dará como resultado una sal de carboxilato de amonio, para su posterior calentamiento a temperaturas mayores de 100 °C donde se elimina el vapor y se forma una amida, como se muestra en la figura 2.18.<sup>(14)</sup>



*Fig. 2.18 Reacción de la síntesis de amidas.*



### **2.3.2.1 Amidación de EMAS.**

Las amidas obtenidas a partir de EMAS, se les llama amidas alifáticas. Estos compuestos son generalmente neutros, y se encuentran en la naturaleza como sólidos inodoros a temperatura ambiente e insolubles en agua, con puntos de ebullición más altos que el de los ácidos correspondientes.

Son bases débiles ya que cuentan con un par electrónico deslocalizado, entre el oxígeno y el nitrógeno.

### **2.3.3 Usos de amidas.**

Actualmente, existe una gran demanda del grupo de derivados de nitrógeno, como las amidas.

El grupo de los derivados de nitrógeno incluyen las amidas simples y alcanolamidas de AG, estas amidas simples, se forman por reacción de amoníaco o aminas con los AG, formando un mol de amida y la deshidratación de un mol de agua.

Dichos productos se utilizan como espesantes en shampoos, reforzadores de espuma, acondicionadores para el cabello así como en cremas en emulsión de estabilidad de la temperatura y control de la viscosidad.

Generalmente, estas reacciones tienen conversiones altas de reacción, con más del 90%. Estas amidas representan más del 90% del mercado de las amidas.

Una amida de este tipo, se fabrica a partir del ácido láurico (obtenido del aceite de coco), haciéndolo reaccionar con la alcanolamina, con conversiones de reacción mayores al 85%.



Las amidas tienen usos muy generales y son mostrados en la tabla 6.

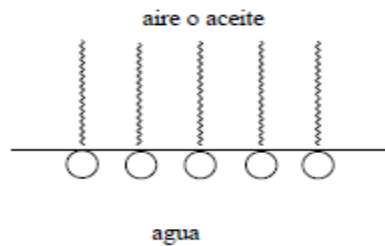
Nombre de amida	Aplicación
Amidas sustituidas (Dimetilformamida, dimetilacetamida)	Disolventes en procesos de síntesis orgánicas y preparación de fibras sintéticas
Acetamida	Desnaturalización de alcoholes Disolventes para plastificantes Aditivo para el papel Presente en lacas y explosivos
Formamida	Ablandador de papel y pegamentos Disolvente en la industria de plásticos y farmacéutica
Amidas alifáticas no saturadas (acrilamida)	Monómeros para síntesis de polímeros Síntesis de colorantes, adhesivos, engomado de papel y el apresto de textiles Tratamiento de aguas residuales
Poliacrilamidas	Agentes floculantes Reforzadores en la fabricación de papel
Amidas aromáticas	Intermediarios en la industria de los colorantes y en medicina Repelentes de insectos

## 2.4 Tensoactivos.

Los tensoactivos son compuestos químicos que adicionados en pequeñas cantidades a un disolvente, modifican las propiedades superficiales de éste, promoviendo humectación, detergencia, emulsificación.

Estos compuestos poseen una doble afinidad (anfífila); es decir, en la misma molécula existe una parte polar (hidrófila) que contiene átomos de O, S, P y N que se encuentran en grupos alcohol, ácido, sulfonato, sulfato, amina, amida y un grupo apolar (hidrofóbica) que generalmente es un grupo hidrocarbonado de tipo alquil o alquilbenceno y que puede tener átomos de algún halógeno u oxígeno.

Debido a esta doble afinidad, estos compuestos migran a la interfase, para que el grupo polar se encuentre en el agua y el grupo apolar se encuentre orientado hacia un solvente orgánico o en la superficie, como se muestra en la figura 2.19.



**Fig. 2.19 Orientación de las moléculas de un tensoactivo en una interfase aire (aceite) – agua.**

#### **2.4.1 Materias primas para su producción.**

A principios del siglo XX, los tensoactivos se fabricaban a partir de una materia prima natural, de origen vegetal o animal. Al querer aumentar la producción se hizo uso de materia prima sintética, proveniente del petróleo como olefinas cortas y benceno.

En los años 70's se decide retomar la producción de tensoactivos a partir de materiales orgánicos por los problemas de contaminación que se estaban creando y es así cuando nace un nuevo campo de productos orgánicos para producir tensoactivos como son los AG, particularmente de aceite de coco y palma ésteres metílicos, etoxi – aminas, amidoaminas, entre otros ya que estos compuestos están exentos de cloro combinado orgánicamente, y exentas de mono, di cloro y acetato de sodio, ya que estas impurezas pueden provocar irritaciones de la piel.



## 2.4.2 Tensoactivos para productos cosméticos <sup>(4)</sup> <sup>(5)</sup>.

Con el nuevo desarrollo de derivados de AG se ha abierto un nuevo mundo de materias primas para su uso en la industria de los cosméticos y de artículos de tocador.

Los campos de la tecnología cosmética donde se han aplicado estas materias primas se dan en:

- Shampoos.
- Pastas dentales.
- Cremas para afeitar.
- Jabones para la limpieza de manos y piel.

### 2.4.2.1 Shampoos.

Actualmente, los shampoos constituyen uno de los principales productos usados para la higiene personal, estos productos son usados para limpiar la suciedad del cabello y son empaquetados de forma cómoda para su empleo. <sup>(6)</sup>. Deben de cumplir con ciertos requerimientos: no deben ser irritantes, físicamente estables, libres de contaminación microbiana y no deben ser tóxicos.

Además son usados en las industrias agro-alimentarias, farmacéuticas, metalúrgicas, pinturas, polímeros, textiles, petroleras, etc.

El mercado de los tensoactivos llegó aproximadamente a los \$16,650 millones en el 2012, con una producción de 17.8 millones de toneladas.

Europa representa un 36% de mercado para este producto, seguido de Estados Unidos con un 32%.<sup>(22)</sup>



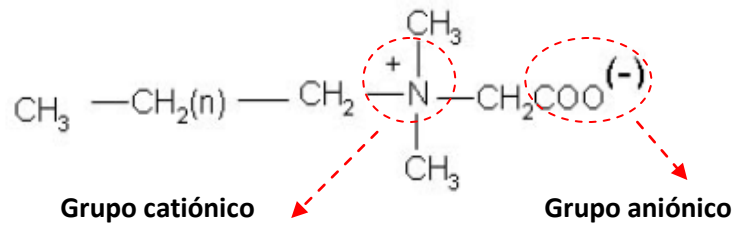
### 2.4.3 Clasificación de tensoactivos. <sup>(4)</sup>

- Tensoactivos aniónicos. Son sustancias que en solución acuosa, se disocian originando iones orgánicos grasos con carga negativa y son responsables de la actividad superficial. Son usados para la preparación de detergentes en polvo, además de productos líquidos para el lavado de ropa. La producción mundial de estos tensoactivos es aproximadamente del 55%. Dan una buena formación de espuma.
- Tensoactivos no iónicos. Tienen una gran actividad limpiadora aunque no tienen suficiente poder espumante, por lo tanto, son usados más como tensoactivos auxiliares.
- Tensoactivos catiónicos. Tensoactivos con buena formación de espuma y poder de limpieza, le confieren buenas características de brillo al cabello aunque tienden a disminuir el peso del cabello y son algo irritantes para el tejido de la córnea del ojo.
- Tensoactivos anfóteros. Usados solo como auxiliares de tensoactivos ya que tienen buenas propiedades acondicionadoras para el cabello, actualmente se está aumentando su producción a causa de su contribución a la suavidad en el cabello.



### 2.4.3.1 Tensoactivos anfóteros.<sup>(10)</sup>

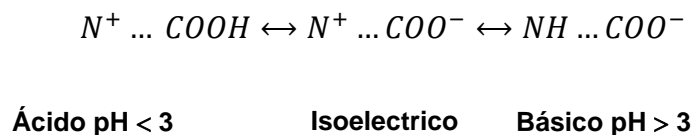
Estos compuestos poseen dos grupos funcionales, uno aniónico y el otro catiónico, dependiendo del pH del sistema. El grupo catiónico generalmente es una sal de amina (amida) o un nitrógeno cuaternario, mientras que el grupo aniónico es generalmente un grupo carboxilo, un éster de sulfato, como se muestra en la figura 2.20.



*Fig. 2.20: Estructura de un tensoactivo anfotérico.*

### 2.4.3.2 Propiedades generales.<sup>(6)</sup>

Dependiendo del pH de la solución acuosa en que se encuentre, adoptará el carácter aniónico o catiónico. Si el pH es < 3, el grupo amino actuará, si el pH es intermedio (aprox. 7) ambos grupos iónicos muestran ionización igual; denominado el punto isoeléctrico (poseen dos cargas a la vez), pero si el valor de pH es > 3, actuará el grupo carboxílico, como se muestra en la figura 2.21.



*Fig. 2.21 Carácter iónico de los tensoactivos anfóteros.*

**Solubilidad.** Excelente solubilidad en agua, cuando el agua es dura (alto contenido de sales  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ) la solubilidad disminuye.



### 2.4.3.3 Aplicaciones.

Estos compuestos se utilizan en mezclas anfóteros/aniónicos para la preparación de shampoos, baños de espuma, geles, jabones líquidos y productos de limpieza, jabones para lavado de ropa y platos, detergentes líquidos y en polvo, dándoles una buena formación de espuma y limpieza, además de baja irritación en la piel.

Los tensoactivos anfóteros que parten de compuestos de amonio cuaternario tienden a ser menos desactivados por proteínas, en los metales no son tan fáciles de eliminar. De un total de 20 millones de producción de tensoactivos, solo el 1% es producido para tensoactivos anfóteros.

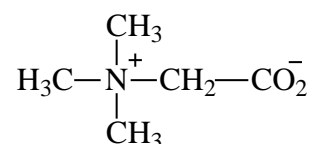
### 2.4.3.4 Clasificación.

**Aminoácidos N-sustituidos de cadena larga.** Son productos obtenidos de la sustitución de aminas grasas con 1 ó 2 restos carboxialquílicos, por ejemplo la N-alquil- $\beta$ -amino-propionatos:  $\text{RNH} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{COOH}$ . Su punto isoeléctrico, se encuentra a un pH de 4.3.

### 2.4.3.5 Betaínas de cadena larga.

Estos tensoactivos son productos nuevos y están muy de moda en el desarrollo de shampoos suaves; es decir, shampoos de baja irritación generalmente usados para bebés.

Son compuestos zwitteriónicos (moléculas en las que ambos grupos iónicos: catiónico-aniónico; se ionizan de igual manera en una solución acuosa), derivados de la trimetilglicina, mostrada en la figura 2.22, generalmente conocidos como betaínas.



**Fig. 2.22 Fórmula desarrollada de la trimetilglicina.**

Son tensoactivos suaves ya que no son agresivos para los ojos ni la piel y buenos limpiadores con propiedades elevadas de formación de espuma, que no se ven afectados por la variación del pH de la solución, además de ser espesantes.

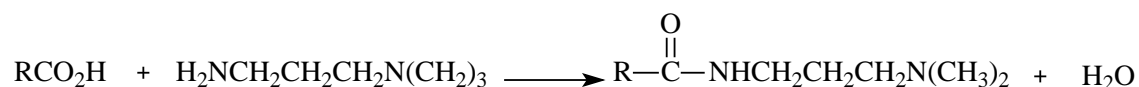
#### **2.4.3.6 Formación de betaínas.**

Las betaínas son tensoactivos que se producen mediante carboxialquilación de compuestos amínicos. Estas sustancias se condensan con ácidos halogenocarboxílicos o sus sales, de modo que por un mol de betaína se forma un mol de sal.

Generalmente, el método de producción de las amidopropil betaínas consiste en dos etapas, la primera es la formación de la amidoamina a partir de AG del aceite de coco o sebo y la DMAPA, la cual se encuentra en exceso. Mientras que la segunda etapa consiste en la carboxialquilación de la amidoamina con ácido monocloroacético en solución acuosa, formando una betaína que contiene un grupo de nitrógeno cuaternario. Obteniendo la betaína en una solución acuosa al 30 %.

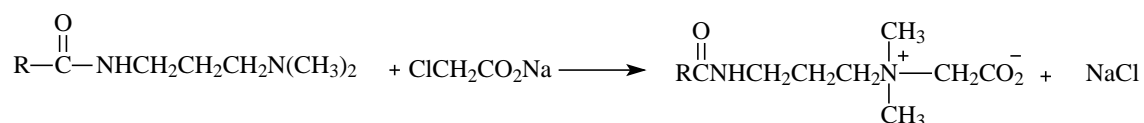


La formación de la amidoamina se muestra en la figura 2.23. <sup>(4)</sup>



**Fig. 2.23 Formación de una amidoamina.**

Posteriormente la amidoamina reacciona con  $\text{ClCH}_2\text{CO}_2\text{H}$  o su sal para formar la amidobetaína, como se muestra en la figura 2.24.



**Fig. 2.24 Formación de una betaína.**

#### 2.4.3.7 Aplicaciones de betaínas.

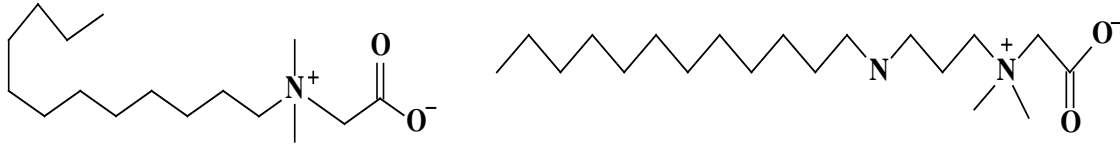
**Shampoos.** Confieren características suaves cuando son añadidos con compuestos aniónicos, causando baja irritación en ojos y piel y dando propiedades antiestáticas al pelo, buenos impulsadores de espuma y estabilizantes de la misma.

**Baños de espuma, jabones líquidos, geles de ducha y productos de limpieza manuales.** Cuando son añadidos con compuestos aniónicos confieren buena formación y estabilidad a la espuma y no causan irritación en piel y manos.

**Textiles.** Son utilizados como agentes antiestáticos en acabados de pinturas.

### 2.4.3.8 Ejemplos de betaínas.

A continuación se muestran en la figura 2.25, dos ejemplos de betaínas usadas en la industria de los cosméticos.



**Fig. 2.25 Ejemplos de betaínas (lado izq). Laurildimetil betaína y (lado der.)  
Cocoamidopropilbetaina**



## CAPÍTULO 3

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### ESTABLECIMIENTO DE LAS CONDICIONES DE REACCIÓN

En este capítulo se presentan los procedimientos para comprobar la hipótesis y realizar los objetivos planteados en el capítulo I, para ello el proceso experimental se divide en cuatro fases:

- La determinación de las condiciones adecuadas de reacción de aminólisis a partir de ésteres metílicos del aceite de soya (EMAS) y la DMAPA ambos proporcionados por la empresa RYMSA, S.A de C.V, los cuales fueron caracterizados por medio de la técnica de cromatografía de gases (CG) y Espectroscopia de infrarrojo (IR) para identificar los grupos funcionales presentes en los compuestos.
- La determinación de las condiciones adecuadas de reacción de hidrólisis ácida (HiAc) a temperatura y presión alta del AS para obtener los AGAS y glicerina, la separación de los AG, donde se aplica la técnica de cristalización para su purificación y la caracterización de los productos por Espectroscopia de IR.
- La determinación de las condiciones adecuadas de la reacción de síntesis directa de amidas; entre los AGAS y la DMAPA, además de la purificación de la amidoamina y su caracterización por Espectroscopia de IR.
- La determinación de las condiciones adecuadas para la reacción de carboxialquilación de la amidoamina y la caracterización de la betaína por medio de HPLC, Espectroscopia de IR y resonancia magnética nuclear (RMN).

#### 3.1 Elaboración de la amida a partir de EMAS.

La etapa fundamental de esta experimentación es la obtención de una amida a partir de una mezcla de ésteres metílicos provenientes del AS; ya que éstos son más reactivos que los AG que conforman al AS.

### 3.1.1. Primera Metodología. Sistema usado para la reacción de aminólisis entre los EMAS y la DMAPA.

Para encontrar las variables más adecuadas de la reacción de aminólisis de EMAS, se da una descripción del sistema usado para dicho fin.

Se realizan 3 reacciones en un sistema que consiste en un matraz de tres bocas, con un volumen de 250 mL, en una boca se colocó un termómetro, en la otra boca se adjunta un condensador. El medio de calentamiento se realiza por una mantilla, que está conectada a un regulador de electricidad para así poder variar la cantidad de energía suministrada al reactor. Así como el uso de un agitador magnético que garantizará una buena mezcla de los reactivos. En la figura 3.1, se muestra el sistema de reacción armado.

La primera reacción de las tres mencionadas anteriormente se realizó con una relación molar de 1:1.15 de EMAS: DMAPA,  $T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$  <sup>(24)</sup>.



*Fig. 3.1 Sistema de reacción (Aminólisis de EMAS).*

### 3.1.2 Técnica para el desarrollo de las reacciones de aminólisis.

1. Armar un sistema de reacción como el que se muestra en la figura 3.1.
2. Vaciar 17.5 g de EMAS en el matraz de tres bocas.
3. Medir con una probeta 8.64 g de DMAPA y agregarlo al matraz de tres bocas.
4. Poner un tapón en una de las bocas del matraz para sellarlo y evitar alguna fuga de DMAPA y encender la agitación.



5. Conectar la parrilla de calentamiento.
6. Dejar reaccionar por 3 h, variando la temperatura en un rango de 130, 140 y 150 °C.
7. Bajar la parrilla con ayuda de un soporte mecánico para dejar enfriar el matraz.
8. Vaciar el producto en un embudo de separación para su posterior separación y análisis.

### 3.1.3. Reacción de aminólisis de EMAS en un sistema cerrado.

Esta reacción se realiza en un reactor PARR, con capacidad de 600 mL, tipo batch, mostrado en la figura 3.2 y posteriormente se describe la metodología usada.



*Fig. 3.2. Reactor Parr utilizado para la realización de la reacción de aminólisis.*

#### Metodología usando el reactor PARR

1. Pesar en una balanza analítica 170 g EMAS y 65.68 g de DMAPA en vasos de precipitados.
2. Vaciar los reactivos al reactor.
3. Cerrar el reactor con sus respectivos seguros, asegurándose de que las válvulas de entrada y salida estén bien cerradas, con el fin de evitar fugas o accidentes.





4. Poner el reactor en su soporte. Subir la chaqueta de calentamiento para conectar el termopar y que se registre la temperatura en el controlador.
5. Conectar las mangueras en los compartimientos laterales del reactor en las que fluye agua para el enfriamiento del reactor y prender la bomba para la circulación de agua a través del sistema.
6. Ya que se ha montado el reactor, presionar el botón de agitación indicando 250 rpm.
7. Encender el botón de calentamiento para indicar la temperatura a la cual se llevará a cabo la reacción (130,140 y 150 °C)
8. Dejar reaccionar por tres horas a partir de que se alcanzó la temperatura deseada.
9. Cuando el tiempo de reacción ha finalizado se suspende el calentamiento y se baja la mantilla de calentamiento durante 30 min, para dejar enfriar el reactor.
10. Apagar el botón de agitación.
11. Desconectar el cable de la bomba y desconectar las mangueras que están unidas al reactor.
12. Poner el reactor dentro de la “campana” para desfogar.
13. Destapar el reactor.
14. Vaciar el producto obtenido.

### **3.2 Segunda metodología de Aminólisis.**

Esta segunda metodología, se realiza para obtener otra fuente de AG, del AS para hacerlos reaccionar con la DMAPA.

Para ello se realiza una reacción de HiAc a temperatura y presión elevadas, en el reactor PARR, mostrado en la figura 3.2.

#### **3.2.1 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc. Temperatura.**

Para determinar las condiciones adecuadas de temperatura de la HiAc, se toman lotes con una masa inicial de AS de 100 g, 150 g de H<sub>2</sub>O y 1% de HCl respecto al AS, se harán reaccionar variando la temperatura en un rango de 150, 180, 200, 210 y 220 °C durante 4 h.



### **3.2.2 Separación de AG.**

1. Vaciar el producto de la reacción a un embudo de separación.
2. Realizar tres lavados a la fase orgánica, cada lavado tendrá 50 g de H<sub>2</sub>O.
3. Almacenar en un recipiente la fase acuosa.
4. Filtrar los AG en un embudo Büchner para separarlos del resto del aceite.
5. Poner los AG en un desecador por 2 h.
6. Determinar el No. de ácido a los AG, descrito en el anexo B.

### **3.2.3 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc. Relación másica.**

Una vez obtenida la temperatura adecuada de la reacción de hidrólisis ácida (220 °C), con un 1% de HCl respecto al AS, se varía la relación másica AS: H<sub>2</sub>O, tomando un rango de 1:2, 1:3 y 1:4, durante 4 h.

Al producto obtenido, en cada variación de la relación másica AS: H<sub>2</sub>O, se realizará la metodología del apartado 3.2.2.

### **3.2.4 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc. Tiempo de reacción ( $\theta$ ).**

Teniendo las condiciones de temperatura y relación másica de la HiAc, se varía el tiempo de reacción, en un rango de 1.5, 2,3 y 3.5 h.

Al producto obtenido, en cada variación del tiempo, se realizará la metodología del apartado 3.2.2.



### 3.2.5 Purificación de la mezcla de AGAS.

Al separar los AGAS de la fase acuosa y del aceite restante, se procede a realizar una purificación de estos por cristalización usando: acetona, agua y metanol como disolventes, la metodología usada es la siguiente:

1. Pesar en una balanza analítica 25 g de AGAS.
2. Vaciar a un vaso de precipitados los AGAS y se adicionan 25 mL de acetona.
3. Colocar el matraz en una parrilla con una barra magnética de agitación, activar la agitación y el calentamiento.
4. Vaciar 25 mL de agua, 25 mL de metanol y 25 mL de acetona al vaso de precipitados.
5. Mantener la agitación para garantizar una disolución y temperatura homogénea (45 °C).
6. En una cubeta con hielo, se coloca un matraz Erlenmeyer y se deja reposar.
7. Montar un embudo de vidrio con papel filtro en un matraz Erlenmeyer de 250 mL para filtrar la solución caliente.
8. Colocar la disolución filtrada en el matraz que se encuentra en el baño de hielo (este paso debe hacerse rápidamente, para evitar que el producto cristalice en el primer matraz).
9. Dejar enfriar la solución filtrada en el baño de hielo para lograr la cristalización. En caso de que no ocurra se puede inducir raspando con una espátula las paredes del matraz (interfase solución-aire).
10. Posteriormente se introduce el matraz con la solución a un congelador durante toda la noche para lograr una temperatura cercana a los -12 °C.
11. Los cristales formados, se filtran a vacío en un embudo Büchner y un matraz Kitasato.
12. Colocar los cristales en un desecador y pesarlos en una balanza analítica.

### 3.2.6 Caracterización de los AGAS a las condiciones adecuadas.

Ya purificados los AG por medio de la técnica de cristalización, se procede a caracterizarlos por Espectroscopia de IR, mediante la siguiente metodología.

1. Tomar 0.100 g de AGAS purificados.
2. En el equipo de Espectroscopia de IR, modelo Varian 800 FT-IR, Scimitar Series, a temperatura ambiente y con 10 barridos de resolución; realizar pastillas mediante una prensa mecánica, con los AGAS y yoduro de potasio, éste último debe estar en mayor cantidad en la pastilla.
3. Introducir la pastilla al equipo de espectroscopia y analizarla.
4. Tomar 0.25 g de AGAS purificados y determinar su punto de fusión, en el aparato mostrado en la figura 3.3.



**Fig. 3.3: Aparato para determinar el punto de fusión de los AGAS.**

### 3.3 Síntesis directa de la amida a partir de la mezcla de AGAS.

En esta sección se dan a conocer los pasos a seguir para la obtención de la amidoamina, la metodología es desarrollada nuevamente en el reactor Parr, que fue mostrado en la figura 3.2.



### **3.3.1 Determinación de las condiciones adecuadas de la síntesis directa de amidas. Temperatura.**

Para la determinación de las condiciones adecuadas de temperatura de la reacción, se toman lotes con una masa inicial de AGAS de 40 g y 15.45 g de DMAPA y 6% de HCl al 35.6% en peso respecto a los AGAS, se harán reaccionar en un rango de temperatura de 150, 170, 180, °C durante 4 h.

#### **3.3.1.1 Neutralización de la amida.**

1. Vaciar la mezcla (amida, HCl) en un vaso de precipitados.
2. Agregar 4.68 mL de NaOH al 20% para neutralizar el HCl.

Posteriormente, la amida es caracterizada por medio de las técnicas de Espectroscopia de IR y HPLC.

### **3.3.2 Determinación de las condiciones adecuadas de la síntesis directa de amidas. Relación másica.**

Una vez obtenida la temperatura adecuada de la reacción de aminólisis (180 °C), con un 6% de HCl respecto a los AGAS, se varía la relación másica AGAS: DMAPA, en un rango de 1:1 y 1:1.1 durante 4 h.

El producto de la reacción es colocado en un vaso de precipitados para su posterior neutralización, descrita en el apartado 3.3.1.1.

### **3.3.3 Determinación de las condiciones adecuadas de la síntesis directa de amidas. Tiempo de reacción.**

Teniendo las condiciones de temperatura y relación másica de la reacción entre los AGAS y la DMAPA, se varía el tiempo de reacción, en un rango de 3 a 5 h.

El producto de la reacción es colocado en un vaso de precipitados para su posterior neutralización, descrita en el apartado 3.3.1.1.

### 3.3.4 Caracterización de la amida.

Se procede a la caracterización por medio de la técnica de Espectroscopia de IR, mediante la siguiente metodología:

1. Tomar 0.100 g de soyamida neutralizada.
2. En el equipo de Espectroscopia de IR, modelo Varian 800 FT-IR, Scimitar Series, a temperatura ambiente y con 10 barridos de resolución; realizar pastillas mediante una prensa mecánica, con la soyamida y el yoduro de potasio, éste último debe estar en mayor cantidad en la pastilla.
3. Introducir la pastilla al equipo de espectroscopia y analizarla.

### 3.4 Carboxialquilación de la amidoamina.

Se realiza la reacción de carboxialquilación, en un matraz de tres bocas de 500 mL, en una boca se coloca un agitador, las boquillas restantes se les colocaron tapones. El medio de calentamiento se realiza por una mantilla, que está conectada a un regulador de electricidad para así poder variar la cantidad de energía suministrada al reactor. En la figura 3.4, se muestra el sistema de reacción armado.



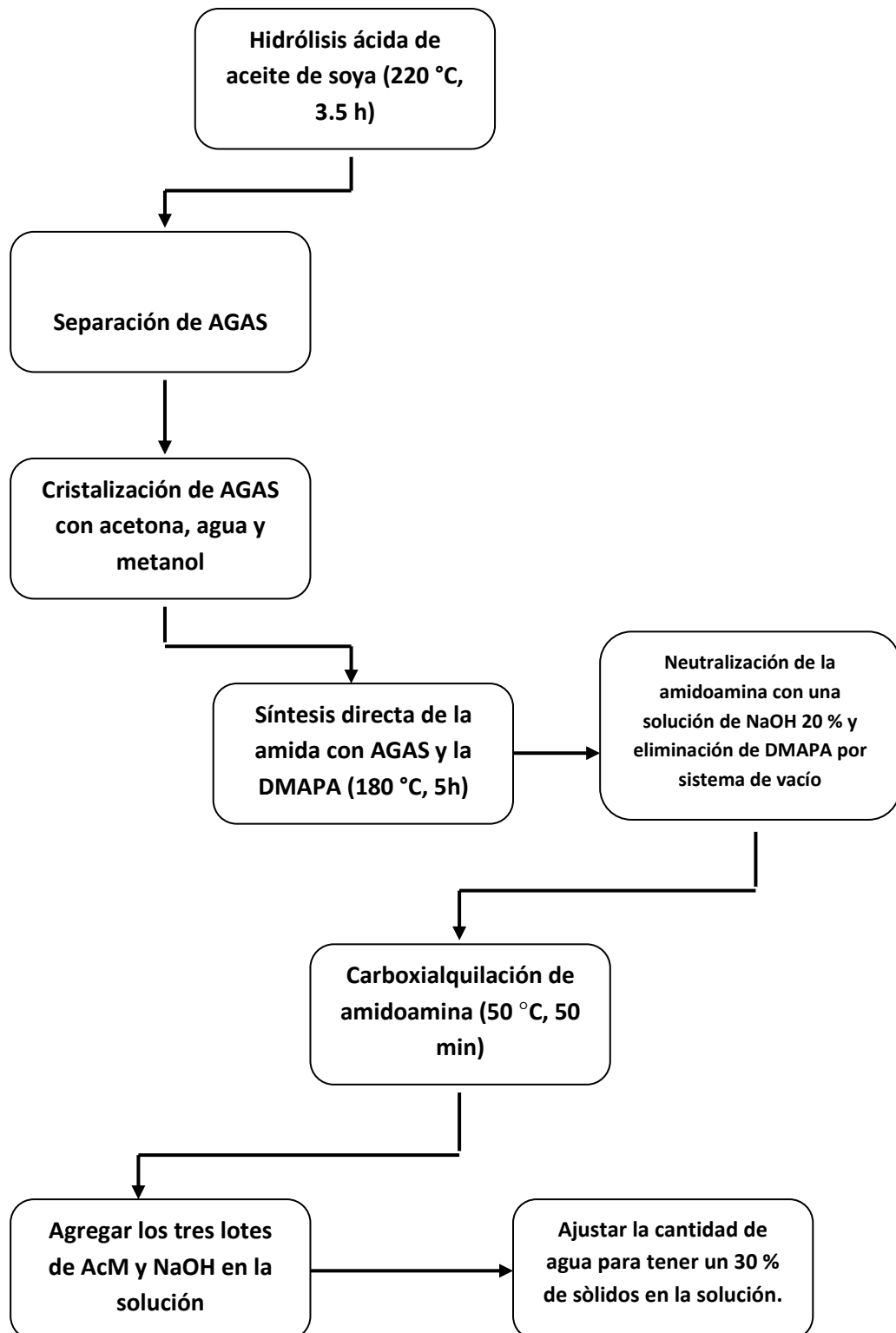
*Fig. 3.4 Sistema de reacción (carboxialquilación de la amidoamina).*



## Metodología

1. Armar un sistema de reacción como el que se muestra en la figura 3.4.
2. Pesar en una balanza analítica 45.3 g de amidoamina.
3. Pesar en una balanza analítica 11.8 g de AcM y dividir en tres lotes.
4. Pesar en una balanza analítica 5.0 g de NaOH y dividir en tres lotes.
5. Disolver cada lote de NaOH en 5 mL de agua.
6. Agregar 45.3g de amidoamina en un matraz de tres bocas, cuidando que no se quede en los bordes de éste.
7. Medir con una probeta 67.9 mL de H<sub>2</sub>O y agregarla al matraz.
8. Prender el agitador y dejar que la amida se disuelva hasta tener una solución homogénea.
9. Calentar el matraz hasta alcanzar la temperatura de 50 °C.
10. Agregar el primer lote de AcM y NaOH, cuando se tenga una mezcla homogénea y dejar reaccionar durante 15 minutos.
11. Agregar el segundo lote de AcM y NaOH, cuidando que estos reactivos no se queden en las paredes del reactor. Dejar reaccionar 15 minutos.
12. Agregar el tercer lote de ACM y NaOH, cuidando que estos reactivos no se queden en las paredes del reactor. Dejar reaccionar durante 15 minutos.
13. Agregar 62.4 g de H<sub>2</sub>O, dejar reaccionado por 30 minutos más.
14. Apagar el botón de agitación, transcurrido el tiempo de reacción y bajar la parrilla con ayuda de un soporte mecánico para dejar enfriar el matraz.
15. Ya que se enfrío el producto, vaciarlo a un vaso de precipitados para realizar la caracterización del producto mediante Espectroscopia de IR, RMN y HPLC.

La Metodología general para la obtención de la betaína del AS se muestra en la figura 3.5 a partir de un diagrama de bloques:



*Fig. 3.5 Proceso general para la obtención de soyamidapropil betaína.*





### **3.5 Diseño Experimental.**

#### **Caracterización de reactivos y productos.**

Para la caracterización de los reactivos y productos, se hizo uso de la técnica de Espectroscopia de IR para identificar los grupos funcionales que conformaban a la molécula.

Otra técnica empleada para caracterizar los reactivos y determinar si la reacción se estaba llevando a cabo, es decir si se estaba obteniendo el producto deseado o la concentración de reactivos está disminuyendo fue mediante la técnica de cromatografía de gases (CG).

#### **Reacción de aminólisis entre EMAS y la DMAPA.**

Para la reacción de aminólisis de los EMAS y la DMAPA, se realizaron 3 reacciones con una relación molar de 1:1.15 de EMAS: DMAPA. Para la realización del primer experimento, se tomaron en cuenta el valor de temperatura (150 °C) y el tiempo de reacción (3 h), del artículo "Betaínas" <sup>(24)</sup>. Posteriormente se fue modificando la temperatura ya que esta variable es la que más afecta en el proceso porque se requiere de energía para deshidratar la amida.

#### **Reacción de aminólisis en un sistema cerrado.**

Las 3 reacciones antes mencionadas, se realizaron en un embudo de tres bocas pero se perdía mucha DMAPA, además de que no se obtenía el producto deseado (la amidoamina) así que se decidió hacer uso de un nuevo sistema de reacción, por consiguiente se hizo uso de un reactor PARR, tipo batch, modelo 4842, de acero inoxidable con un volumen de 600 mL, una  $T_{max}$  y  $P_{max}$  de operación de 350 °C y 207 bares y una tapa en la que se encuentra un manómetro que registra la presión interna en el sistema.

Se trabajo con un exceso molar de EMAS: DMAPA, 1:1.1, se disminuyó la cantidad de DMAPA ya que se pensó que no afectaría una diferencia de 0.05 mol de DMAPA en exceso.



### **Reacción de la síntesis directa de amidas con AGAS y DMAPA.**

En estas reacciones, se hizo uso de HCl como catalizador, para neutralizarlo se utilizó una solución de NaOH al 20%.

### **Carboxialquilación de la amido amina.**

Para convertir las amidoamina en la soyamidapropil betaína, se hará reaccionar con un ácido halogenocarboxílico o la sal de este mismo. Las condiciones de temperatura y tiempo de reacción fueron tomadas a partir de las condiciones de proceso para obtener la cocoamidopropilbetaína fabricada en la empresa RYMSA S.A de C.V (T= 50 °C, P=1 atm, t=45 min, divididos en tres lotes).

La cantidad de AcM y NaOH que se usará, se obtiene por relación estequiométrica en base a la cantidad de amida obtenida.

La soyamidapropil betaína debe de estar en un 30% de sólidos, mientras que el 70% debe de ser agua, los cálculos realizados se muestran en el anexo D.

Para la caracterización del compuesto, por la técnica de HPLC, se hizo uso de una columna GRACE de 4.6 mm de diámetro y 12 cm de longitud, cuyas partículas son de sílice.

Además de que se determinó el tiempo de retención a la que resultaba la señal de la cocoamidopropil betaína para tener una muestra patrón para realizar la curva de calibración en HPLC.

Para la caracterización del compuesto final (soyamida propil betaína) por medio de la técnica de RMN, la cantidad a analizar fue de 0.05 g disuelta en 5 mL de agua deuterada, el tiempo de análisis fue de 6h, el modelo del equipo es Varian 800 FT-IR- Scimitar Series.

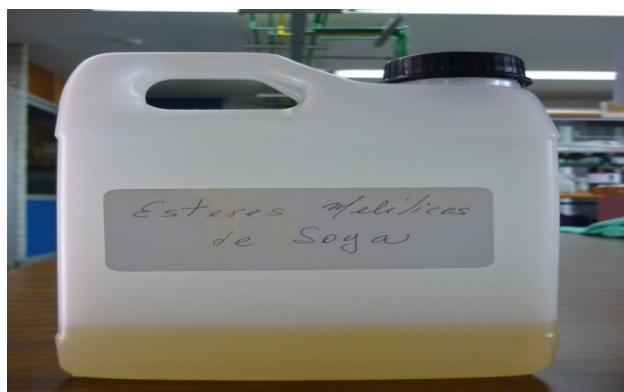
## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se mostrarán los resultados de los experimentos realizados así como un análisis de estos, para obtener las condiciones adecuadas de reacción para la obtención de una betaína a partir de la mezcla de AGAS.

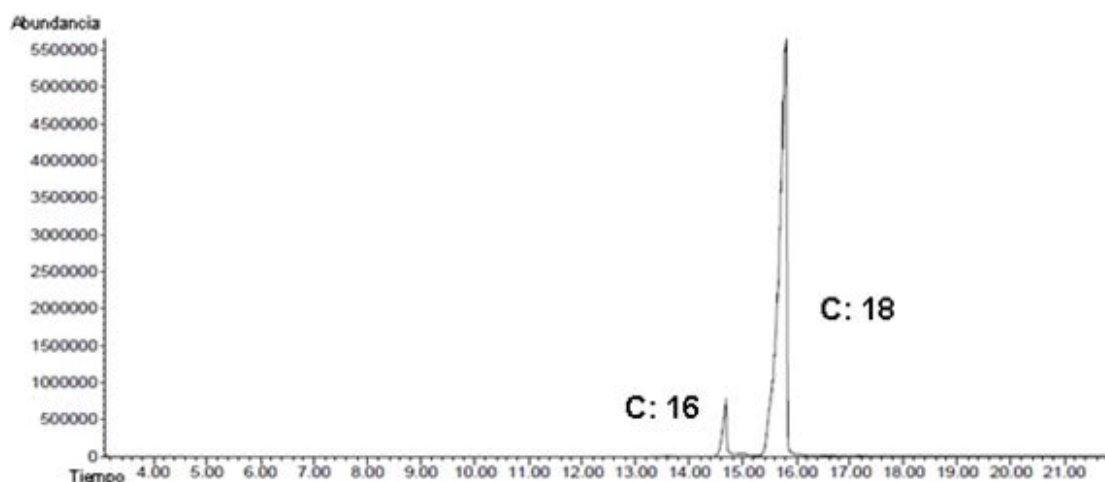
#### 4.1 Caracterización de los EMAS.

El primer reactivo usado para preparar la amida, fue el EMAS ya que en estos momentos la tendencia está orientada hacia los derivados tipo ésteres, principalmente metílicos y etílicos; por ser más reactivos que los ácidos grasos que forman parte de los aceites vegetales; la mezcla de los EMAS tienen una densidad de 0.875 g/mL, con un color amarillo claro como se muestra en la figura 4.1.



**Fig. 4.1. Esteres metílicos de soya.**

Posteriormente, se toma 1  $\mu$ L de muestra para ser analizada por la técnica de CG, en la figura 4.2 se observan las señales de los diferentes ésteres metílicos presentes en dicha muestra.



**Fig. 4.2 Cromatograma (Composición de ésteres metílicos).**

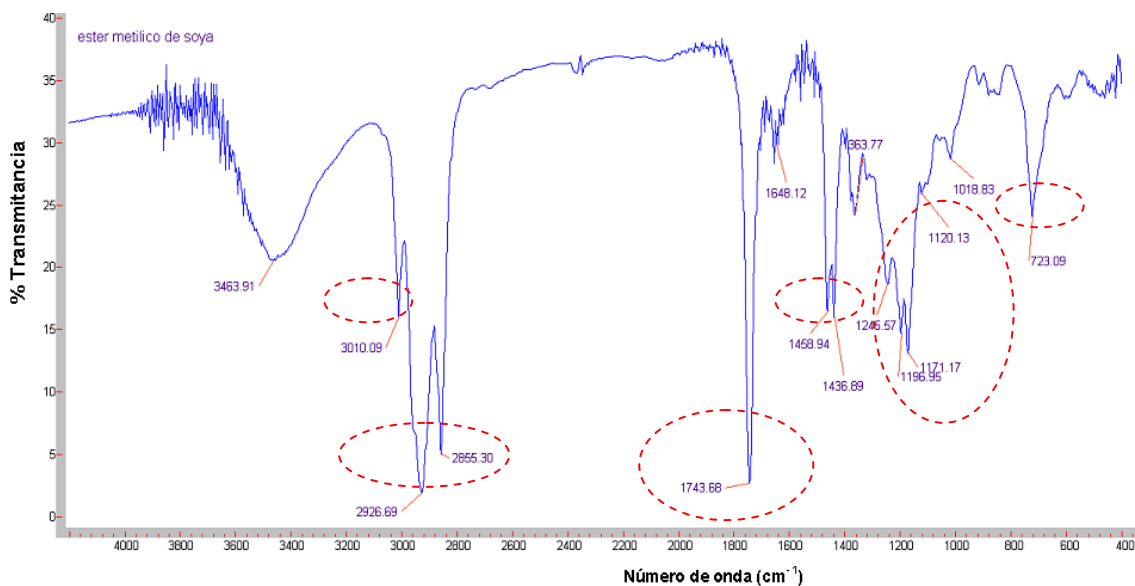
Con los resultados de la CG, se observa un contenido de varios ésteres metílicos principalmente con tamaños de cadena de 18 carbonos un 96.957 % y un 6.043 % de ésteres de cadenas de 16 carbonos. <sup>(14)</sup>

En el pico donde se localizan los AG de 18 carbonos, existen 4 tipos de ésteres metílicos del AS, mostrados en la tabla 7, debido a que el número de carbonos que conforman a las 4 moléculas es de 18 carbonos y solo difieren en la localización y el número de dobles enlaces que posee cada AG.

Tabla 7: Tipos de EMAS registrados en 1 $\mu$ L de muestra EMAS		
Ésteres	Símbolo	Tiempo de retención
Palmitato de metilo	C-16:0	14.62-14.92
Estereato de metilo	C-18:0	16.01-16.0
Oleato de metilo	C-18:1	14.96-15.57
Linoleato de metilo	C-18:2	14.96-15.96
Linolenato de metilo	C-18:3	15.04-15.96

El espectro de infrarrojo de la muestra de EMAS es presentado en la figura 4.3, el grupo C=O indicado por la banda de  $1743\text{ cm}^{-1}$ , el grupo C-O en las bandas de  $1171\text{ cm}^{-1}$ ,  $1996\text{ cm}^{-1}$  y  $1245\text{ cm}^{-1}$ , la existencia de grupos metilos en las bandas de  $1436\text{ cm}^{-1}$  y  $1458\text{ cm}^{-1}$  y grupos alcanos en las

bandas de  $2855\text{ cm}^{-1}$  y  $2926.69\text{ cm}^{-1}$ , el grupo  $\text{HC}=\text{CH}$  indicado por la banda de  $3010\text{ cm}^{-1}$  y el grupo metileno ( $-\text{CH}_2$ ) en la banda de  $710\text{ cm}^{-1}$ .



**Fig. 4.3. Espectro IR de los ésteres metílicos obtenidos del aceite de soya.**

## 4.2 Caracterización de DMAPA.

Es el segundo reactivo usado para producir la amidoamina, se hará reaccionar con los EMAS y los AGAS, este compuesto es una diamina; es decir, en su molécula existen dos átomos de nitrógeno, es líquida y tiene un olor parecido a pescado. Para profundizar en sus propiedades físicas y químicas ir al Anexo F.

Posteriormente, se toma una muestra de  $1\ \mu\text{L}$  de DMAPA para ser analizada por la técnica de CG, en la figura 4.4 se puede observar el cromatograma de dicho compuesto, el disolvente retenido en la columna fue el hexano.



**Fig. 4.4. Cromatograma de DMAPA (N-N dimetilaminopropilamina).**

Con los resultados de la CG, se determina un contenido de varias aminas pero principalmente se encuentra la N-N-dimetilaminopropilamina al 99.5%, el otro 0.5% corresponden a ciclohexa-etanimas y butanimas, mostrada en la tabla 8.

Tabla 8: Aminas registrada en 1 $\mu$ L de muestra de DMAPA		
Aminas	Fórmula	Tiempo de retención
DMAPA	$(\text{CH}_3)_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$	4.422- 5.959

El espectro de infrarrojo de una muestra de DMAPA es presentado en la figura 4.5, en este se observa que un grupo funcional N-H en la banda de  $3429 \text{ cm}^{-1}$  indicando el grupo amino, para el grupo funcional C-N existe una banda de intensidad media que se observa en la zona de  $1339 \text{ cm}^{-1}$ .

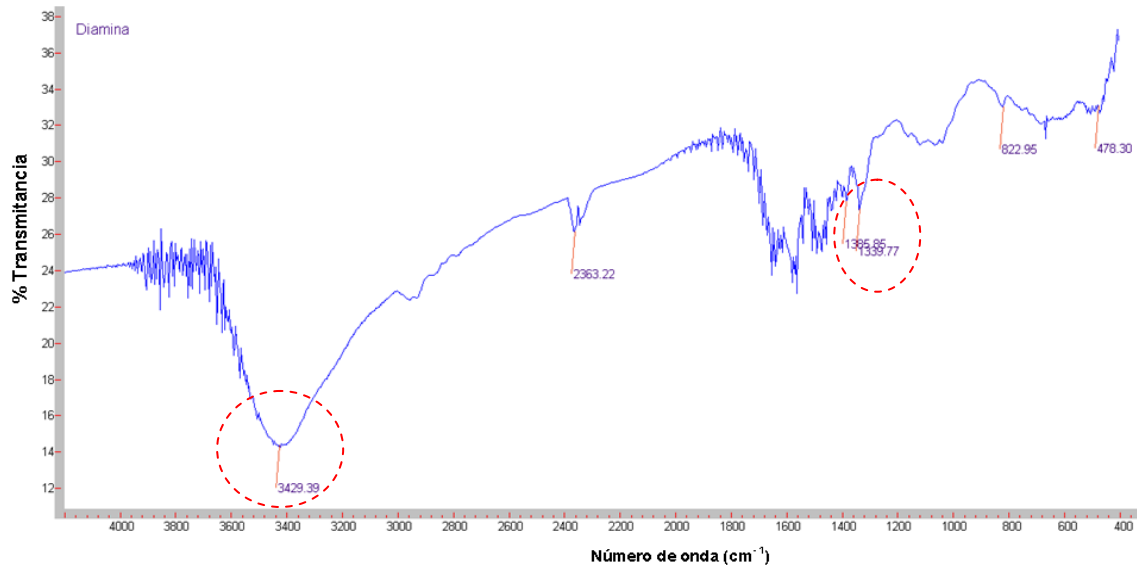


Fig. 4.5 Espectro IR del reactivo DMAPA.

### 4.3 Determinación de las condiciones adecuadas de aminólisis de EMAS.

Los datos de conversión de los EMAS ( $X_{EMAS}$ ) fueron calculados usando la ecuación II, donde  $n$  son los moles de EMAS:

$$X_{EMAS}(\%) = \frac{n_{EMAS\ inicial} - n_{EMAS\ final}}{n_{EMAS\ inicial}}$$

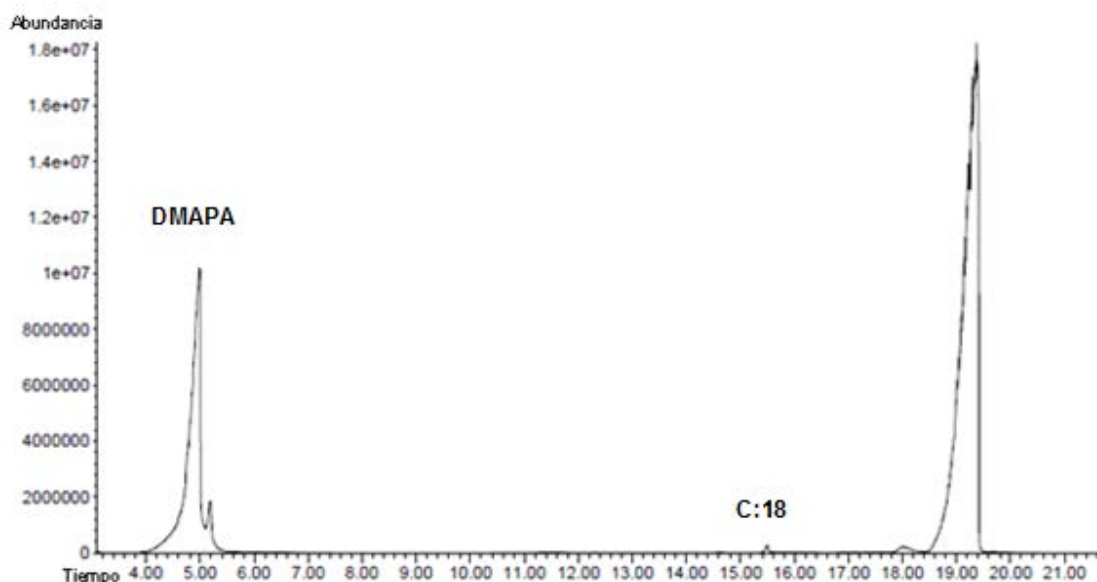
Para ello, las variables que se mantuvieron constantes fueron la cantidad de reactivos y el tiempo de reacción, se determinó que la DMAPA estuviera en exceso para obtener una mayor conversión. En la tabla 9 se muestran los resultados obtenidos de las reacciones de aminólisis efectuadas para determinar la temperatura de reacción a un tiempo de reacción de 3 h.

Tabla 9. Resultados de la reacción de aminólisis de EMAS						
No. de reacción	$T_r$ (°C)	Presión (bar)	$n_{EMAS\ inicial}$	$n_{DMAPA\ inicial}$	$n_{EMAS\ final}$	Conversión (%)
1	130	1	0.060	0.069	0.042	30
2	140	1	0.060	0.069	0.040	33
3	150	1	0.060	0.069	0.028	53

Respecto a la tabla anterior se muestra un aumento de la conversión conforme aumenta la temperatura, pero al analizar el producto en el cromatógrafo, no se identifican las amidas correspondientes a los ésteres.

Posteriormente, se aumentó el tiempo de reacción a 6 h ya que en la literatura se encontraron trabajos que se realizaban a este tiempo de reacción pero no se obtuvieron buenos resultados (obtención de amidas); por lo que los cromatogramas ya no son mostrados en el trabajo.

Realizando un análisis de CG de las reacciones, se obtiene el cromatograma a la temperatura de reacción de 130 °C mostrado en la figura 4.6 y el cromatograma a una temperatura de reacción de 150°C en la figura 4.7.

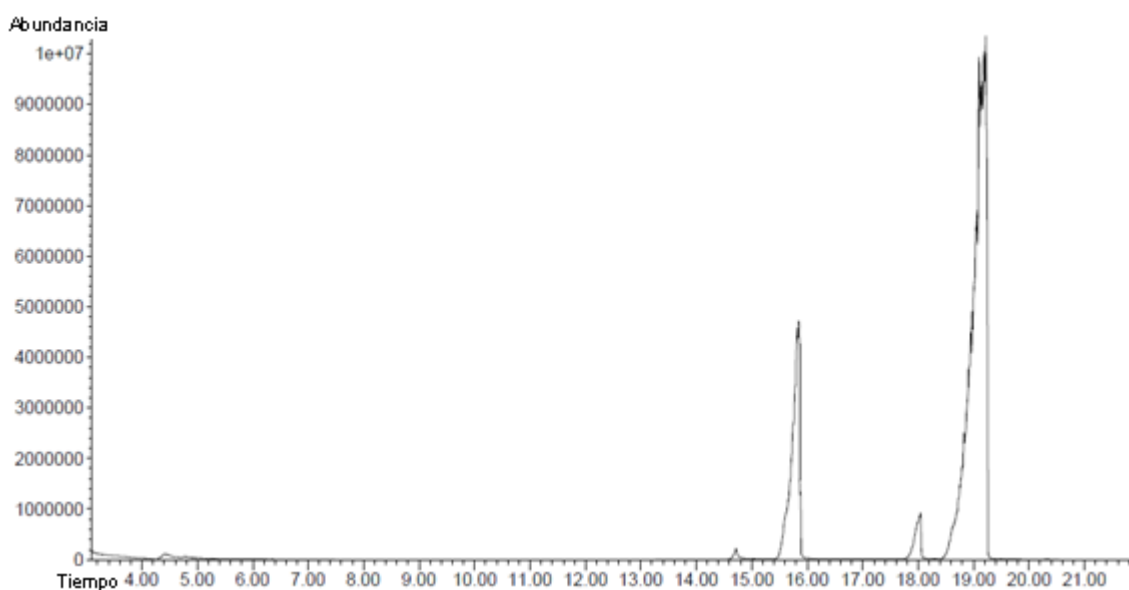


**Fig. 4.6. Cromatograma del producto de aminólisis de EMAS a 130°C.**

De acuerdo al cromatograma anterior se observa que del tiempo 4 al 5.50 se tiene DMAPA, la señal registrada es mejor que la del compuesto puro ya que en la figura 4.4 se contaminó con otros compuestos de anteriores muestras; en el tiempo de 15.4 a 15.6 se observan EMAS, en el tiempo de 17.8 a 18.25 se registra el compuesto llamado 1-octadenamina se pensó que era la maldita deseada ya que su estructura está formada por 18 carbonos mientras que en el tiempo de 18.4 a 19.5 se observa un pico muy elevado, de acuerdo al análisis del CG, los compuestos que se tienen en esa área son: N,N-dimetil-2-isopropoxietilamina, N-metil 2-butanamina, 2- metil-undecanal.



El comportamiento de las áreas registradas en el cromatograma de la figura 4.7, son muy parecidas a una temperatura de 140°C; indicando que ninguna de las dos temperaturas es la adecuada para la reacción.



**Fig. 4.7. Cromatograma del producto de aminólisis de EMAS a 150 °C.**

Mientras que en la figura 4.7 a un valor de temperatura de 150°C, no se registra casi áreas en el tiempo de intervalo donde se encontraba la DMAPA, indicando que al aumentar la temperatura, se evaporaba y era lo que se obtenía como condensado. Lo más importante es que al perderse este reactivo, no alcanzaba a reaccionar con todos los EMAS, mostrados en el intervalo de tiempo de 15.4 a 16.2 pero hubo cierta cantidad que si reaccionó ya que si se tienen productos en el rango de tiempo de 18.5 a 19.2, los compuestos obtenidos en esa área son: N, N- Dimetil-2-isopropoxietilamina, N- metil 2-butanamina, 2 metil-undecanal y 1-octadecanamina, aunque no se muestran registros de amidas.

En la figura 4.8, se muestra el producto obtenido de las reacciones, en una cantidad de 20 g, lo que hace pensar que se estaba perdiendo DMAPA, además de tener muy poca conversión en la reacción, se muestra una mezcla de los ésteres y la DMAPA, no resultando ningún sólido aunque se aumentara la temperatura.



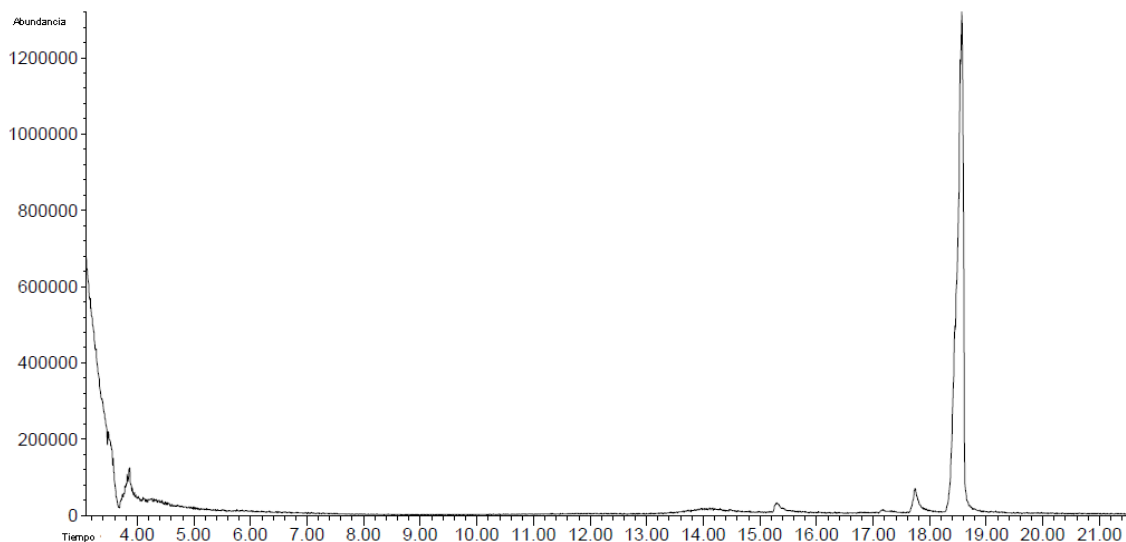
*Fig. 4.8. Producto de la reacción de aminólisis de EMAS.*

#### 4.3.1 Reacciones de aminólisis realizadas en reactor PARR.

En el cambio de equipo se trabajó a un rango más alto de temperatura porque se contaba con un sistema cerrado y no se perdería DMAPA del medio de reacción además de que en la referencia 14, se había trabajado con una temperatura de 180 °C, obteniendo la amida deseada; los resultados de la conversión de estas reacciones se muestran en la tabla 10:

Tabla 10. Reacciones de aminólisis de EMAS realizadas en reactor PARR						
No. de reacción	$T_r$ (°C)	P (bar)	$\theta$ (h)	$n_{EMASinicial}$	$n_{EMASfinal}$	Conversión (%)
1	180	6	5	0.585	0.415	17
2	200	6	5	0.585	0.346	24
3	220	6	5	0.585	quema	-

Se realizó el cromatograma de las reacciones anteriores y resultó el cromatograma, mostrado en la figura 4.9.



**Fig. 4.9. Producto de la reacción de aminólisis de EMAS.**

En el cromatograma, se observa la señal de la amina (DMAPA), en el intervalo de tiempo de 4 a 5. Mientras que en el intervalo del tiempo de retención entre 14 -16, existen rastros de EMAS, con un porcentaje de área de 4.65%.

Hay un incremento considerable en el porcentaje del área de los productos en el intervalo de 18.2 a 19, el 75.2% del área, pero sigue sin aparecer la amida de los EMAS y aparecen los compuestos mencionados en mismo período de tiempo de la figura 4.7.

Respecto a la reacción, que se realizó con una temperatura de 200 °C, se obtuvo un líquido negro con trazas de carbón, indicando que es demasiada energía suministrada a tal punto de descomponer los reactivos.

En la tabla 11, se muestran algunas características físicas obtenidas del producto de la reacción a 200 °C y en la figura 4.10 se muestra este producto.

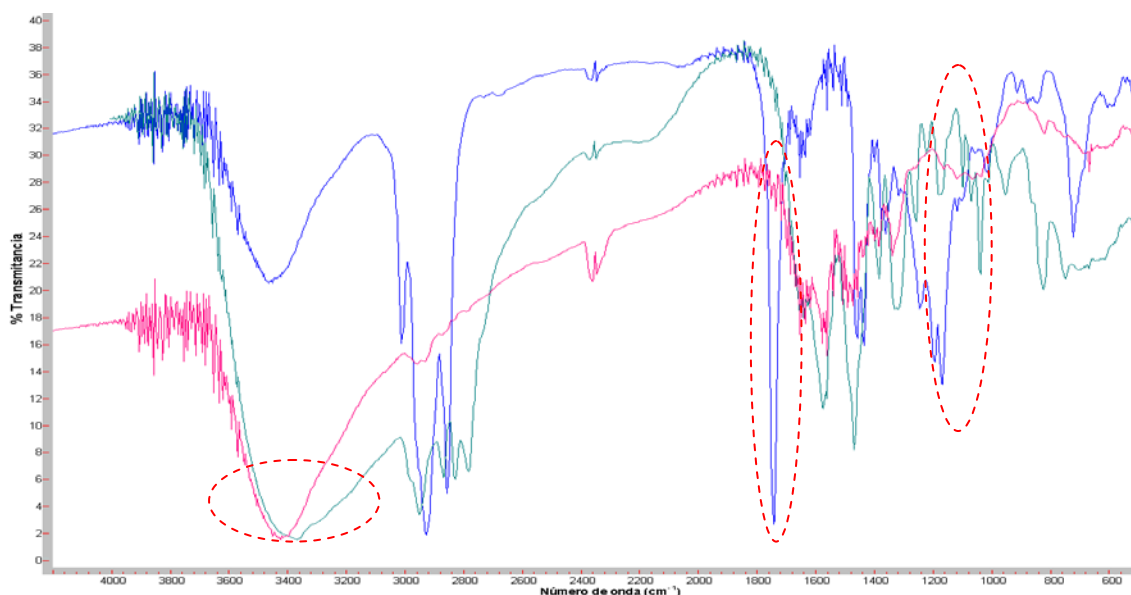
Tabla 11. Características del producto obtenido de la aminólisis en el reactor Parr	
Cantidad de producto (g)	230
Color	Café oscuro
Densidad (g/mL)	0.8495



**Fig. 4.10. Producto de la reacción de aminólisis de EMAS, usando el reactor PARR a una  $T=200$  °C, 5 h de reacción y 1:1.05 (EMAS: DMAPA).**

Por consiguiente, ni siquiera aumentando el tiempo de reacción, ni la temperatura y por lo tanto la presión para la reacción de aminólisis de EMAS se obtuvieron amidas de estos por los datos obtenidos en el cromatograma, además se podría pensar que los EMAS al estar formados por cadenas alifáticas insaturadas, formaban amidas pero eran inestables y se volvían a descomponer por las altas temperaturas usadas en la reacción.

Finalmente se realiza una comparación de Espectros de IR de los EMAS, la DMAPA y el producto obtenido en la reacción del reactor PARR a temperatura ambiente y con 10 barridos de resolución y se muestra en la figura 4.11.



**Fig. 4.11. Espectro IR donde se comparan los EMAS, DMAPA y el producto obtenido.**

- DMAPA.
- EMAS.
- Producto de la reacción.

Al analizar los grupos funcionales que aparecen en el espectro de IR que corresponde al producto de la reacción, se determina que no es una amida ya que no existe el grupo C=O en la banda de  $1690\text{ cm}^{-1}$ , ni la banda del grupo C-O en  $1900\text{ cm}^{-1}$ , mientras que el alargamiento de la banda de la DMAPA y el producto de reacción, son muy parecidos ( $3400\text{ cm}^{-1}$ ), indicando que no se tenía una amida.

#### 4.3.2 Hidrólisis ácida del AS.

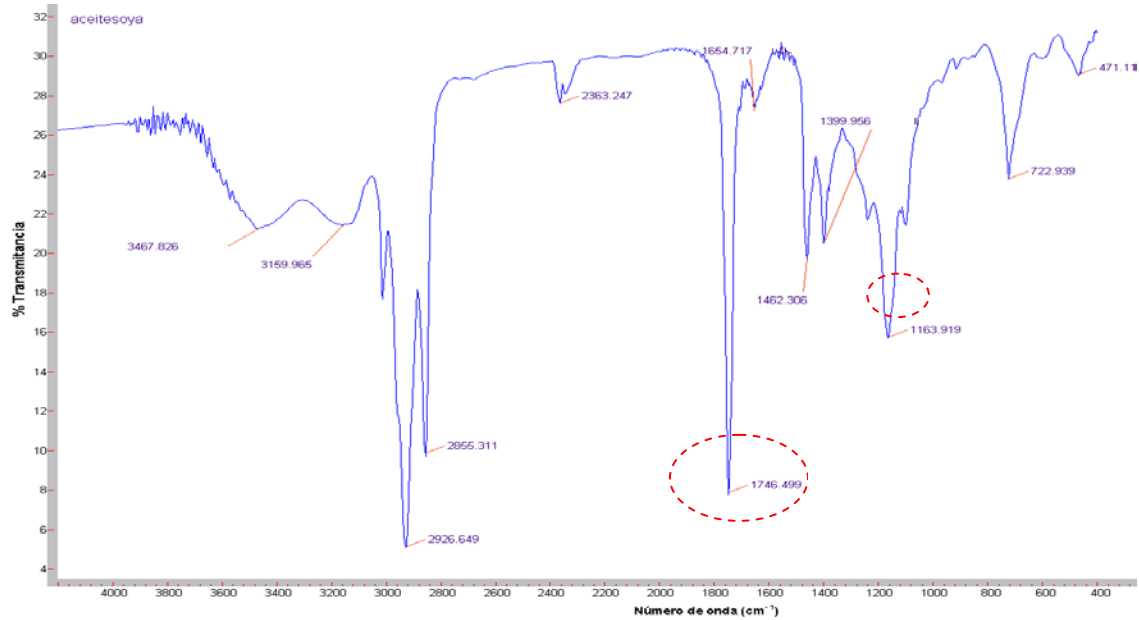
De acuerdo a los cromatogramas obtenidos anteriormente, se decide trabajar con otro compuesto que se obtenga del AS para la obtención de la amida.

Se determina que la mezcla de AG que conforman al aceite podrían ser una opción, para obtenerlos se realizan reacciones de hidrólisis ácida al AS.

Esta mezcla de AG, también se pudo obtener partiendo de los EMAS, intercambiando un radical metilo ( $\text{CH}_3$ ) por un hidroxilo ( $-\text{OH}$ ) pero implicaba un camino mas largo y un gasto adicional.

#### 4.3.2.1 Caracterización del AS.

El AS se caracterizó por medio de la técnica de Espectroscopia de IR, y el espectro se muestra en la figura 4.12.



**Fig. 4.12 Espectro IR del AS.**

En la banda de  $1746\text{ cm}^{-1}$  se muestra el grupo carbonilo, en la banda de  $1163\text{ cm}^{-1}$  se observa el grupo C-O, estos grupos funcionales son característicos de aceites y ésteres.

Se determinó inicialmente el No.de ácido de este aceite, resultando 0.214, para determinar la tendencia de su valor cuando se variaran las condiciones de temperatura, relación másica entre el aceite y el agua

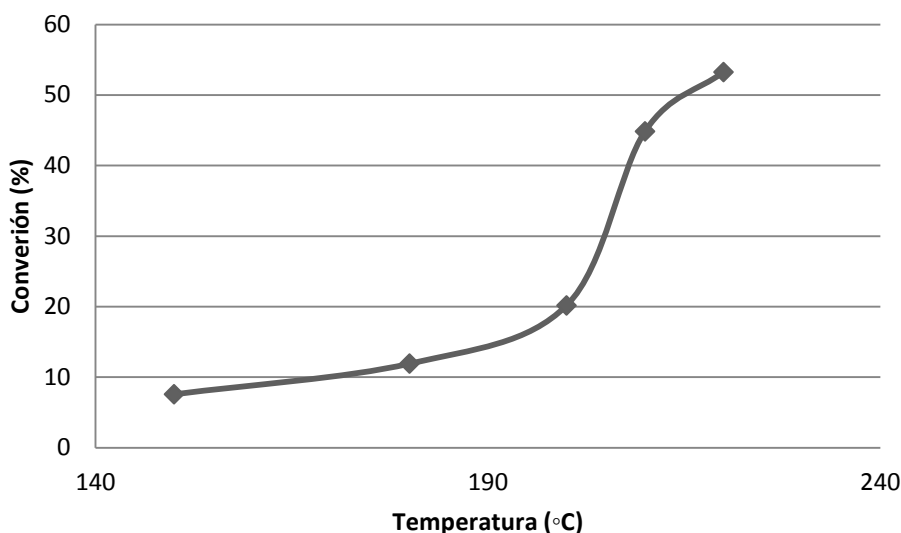
#### 4.3.3 Determinación de las condiciones adecuadas de HiAc al AS. Temperatura adecuada.

Para determinar las condiciones adecuadas de reacción se realizaron 5 reacciones de hidrólisis variando la temperatura de reacción, dejando constante la composición másica 1:1.5 (AS:  $\text{H}_2\text{O}$ ) y el tiempo de reacción (3.5 h), en la tabla 12 se muestran los resultados obtenidos de los valores de la conversión de las reacciones de HiAc y el No. de ácido a cada temperatura.



Tabla 12: Condiciones para determinar la temperatura de reacción para la HiAc						
No. reacción	T <sub>r</sub> (°C)	P (bar)	m <sub>ASinicial</sub> (g)	m <sub>ASfinal</sub> (g)	Conversión (%)	No. De ácido
1	150	0	100.02	92.45	7.56	12.89
2	180	8.27	100.04	88.12	11.92	19.49
3	200	12.41	100.02	79.86	20.16	65.43
4	210	14.07	100.01	55.17	44.83	113.19
<b>5</b>	<b>220</b>	<b>22.07</b>	<b>100.05</b>	<b>46.78</b>	<b>53.24</b>	<b>131.17</b>

La figura 4.13 se obtiene al graficar los datos de conversión obtenidos de las reacciones de HiAc a diferentes valores de temperatura.

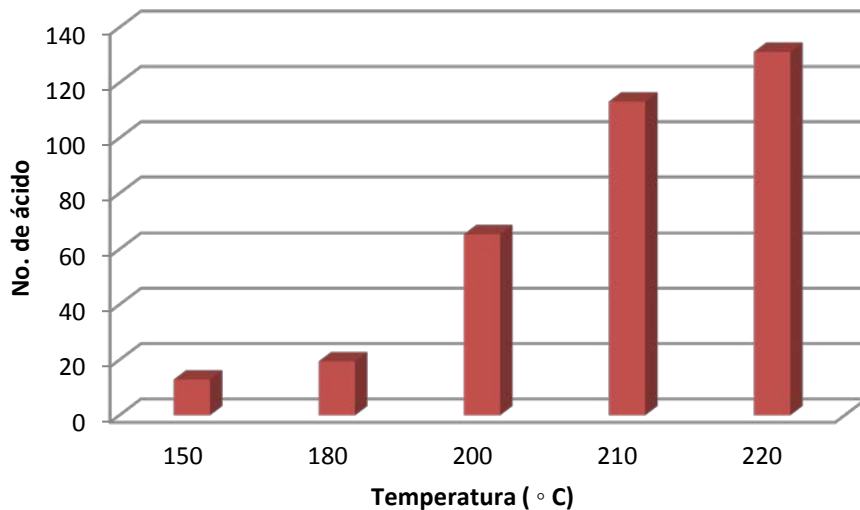


*Fig. 4.13 Comportamiento de la conversión respecto a la temperatura.*

Como se observa en la figura 4.13, al ir aumentando la temperatura va aumentando el valor de la conversión de la reacción de HiAc, el valor más alto de conversión se da a la temperatura de 220 °C indicando que la hidrólisis es favorecida a temperaturas altas.

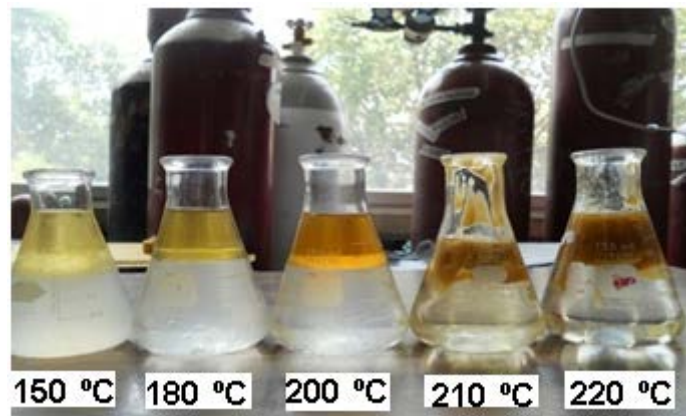
No se siguió aumentando la temperatura ya que al trabajar a una temperatura de 220 °C se tenía una mezcla de AS y AG quemados, es decir, con una coloración café con tonalidades negras y si se aumentaban 10 grados más de temperatura pudiera ocasionar una descomposición del aceite.

Respecto al aumento del valor del No. de ácido con el aumento de la temperatura, resulta lógico ya que al aumentar la temperatura se producirá mayor cantidad de AG y se necesitará una mayor cantidad de NaOH para neutralizarlos, provocando un aumento del no. de ácido, como se muestra en la figura 4.14.



**Fig. 4.14 Comportamiento del No.de ácido respecto a la temperatura de reacción de HiAc.**

Tomando como referencia el número de acidez de cada temperatura, se determinó que a la temperatura de 220 °C se tiene una mayor cantidad de ácidos grasos libres, de acuerdo a las reacciones realizadas, la figura 4.15 muestra la formación de ácidos grasos conforme aumenta la temperatura:



**Fig. 4.15 Formación de AGAS respecto a la temperatura de reacción de HiAc.**





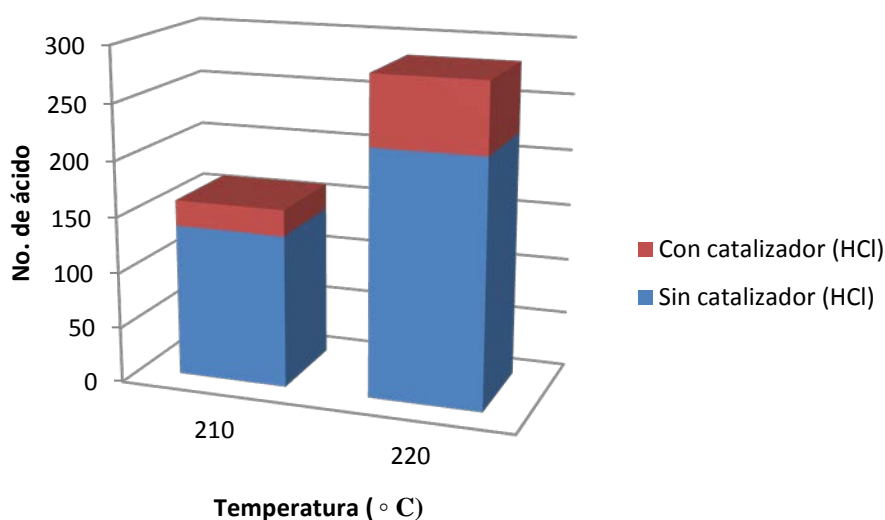
Como se observa en la figura 4.15, el color de la fase orgánica así como la formación de una sustancia más viscosa está determinada por el grado de conversión en la reacción de HiAc.

#### 4.3.3.1 Cantidad de catalizador (HCl).

Para determinar si era necesario el uso de catalizador (HCl) a las temperaturas de 210°C y 220 °C, se realizaron cuatro experimentos, las condiciones siguientes se muestran en la tabla 13.

Tabla 13: Determinación del uso de catalizador en la reacción de HiAc					
Temperatura (°C)	Cantidad de reactivos (g)		$\theta$ (h)	Catalizador (g)	No. De ácido
	AS	H <sub>2</sub> O			
210	130	150	3.5	1.7	150.580
220	130	150	3.5	1.7	282.778
210	130	150	3.5	0	136.812
220	130	150	3.5	0	220.346

Y en la figura 4.16 se muestra el comportamiento del número de ácido respecto al catalizador.



**Fig. 4.16. Comportamiento del No. de ácido respecto al uso de catalizador.**



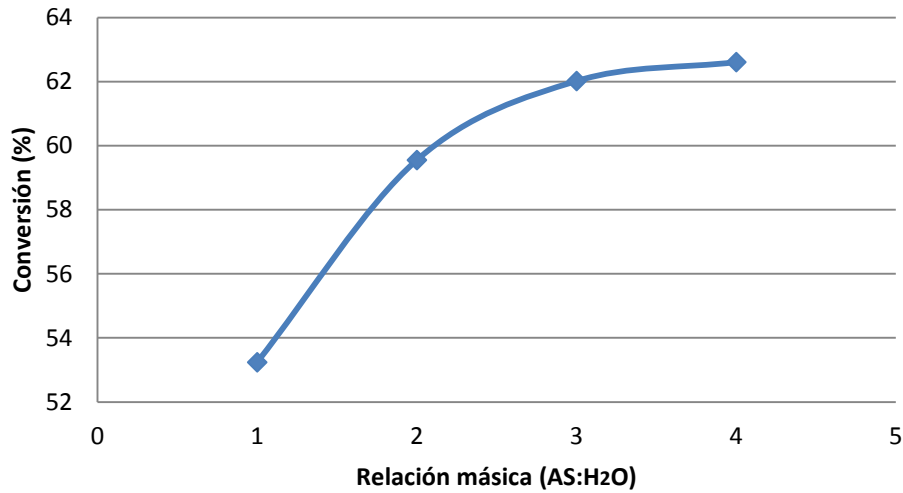
De acuerdo a lo mostrado en la figura 4.16, el No. de ácido aumentó cuando se agregó el catalizador, a la temperatura de 210 °C sólo hubo un aumento del 10% cuando se agrega el catalizador, mientras que a la temperatura de 220 °C existe un aumento de 22%, indicando que a esta temperatura el uso de catalizador (HCl) ayuda a obtener mayor cantidad de AGAS.

#### 4.3.4 Relación másica AS: H<sub>2</sub>O de la HiAc.

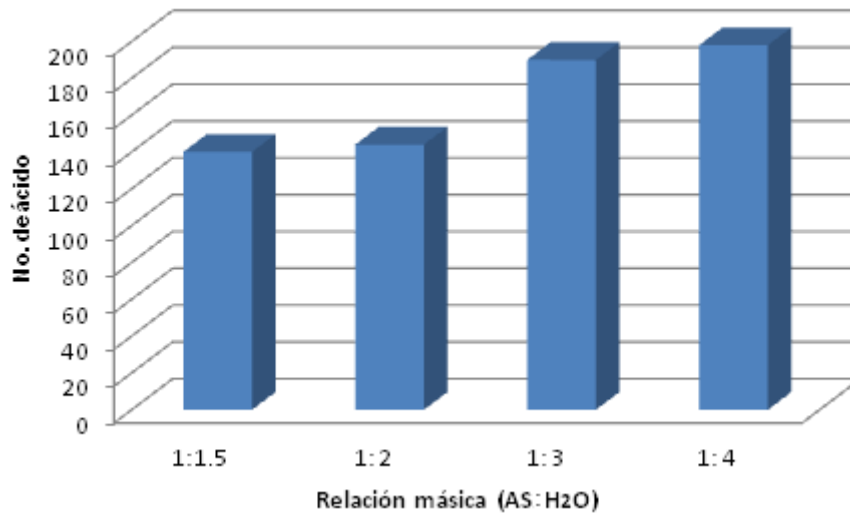
Teniendo la temperatura adecuada, que resultó de 220 °C, se prosigue a variar la relación másica en la reacción de HiAc, para ello se realizaron tres reacciones donde se mantuvo constante la temperatura (220 °C), el tiempo de reacción (3.5 h) y el uso de catalizador, en la tabla 14 se muestran los resultados obtenidos al variar la relación másica.

Tabla 14: Condiciones para determinar la relación másica AS:H <sub>2</sub> O						
No. reacción	Relación másica (AS/H <sub>2</sub> O)	P (bar)	m <sub>ASinicial</sub> (g)	m <sub>ASfinal</sub> (g)	Conversión (%)	No. De ácido
1	1:1.5	22.06	100.05	46.78	53	131
2	1:2	22.06	100.01	40.45	59	137
<b>3</b>	<b>1:3</b>	<b>22.06</b>	<b>100.08</b>	<b>38.01</b>	<b>62.02</b>	<b>184</b>
4	1:4	20.69	100.03	36.42	62.6	188

En la figura 4.17 se muestra el comportamiento de la conversión respecto a la relación másica de los reactivos, con base a la tabla 14 y en la figura 4.18 se muestra el comportamiento del número de ácido respecto a la relación másica AS:H<sub>2</sub>O.



**Fig. 4.17** Variación de la conversión respecto a la relación másica AS: H<sub>2</sub>O de HiAc.



**Fig. 4.18** Variación del No. de ácido respecto a la relación másica AS: H<sub>2</sub>O de HiAc.

En la figura 4.17 se observa que el valor de conversión máximo es a una relación AS: H<sub>2</sub>O de 1:4 aunque es muy parecido al valor de la conversión obtenido a la relación másica de AS: H<sub>2</sub>O de 1:3, la diferencia solo es de 1.57% y por eso se decide tomar la relación másica de los reactivos como 1:3; es decir, que ya casi se mantiene constante la conversión y se podría pensar que aunque se aumente la cantidad de agua no provocará un gran aumento en el valor de la conversión.



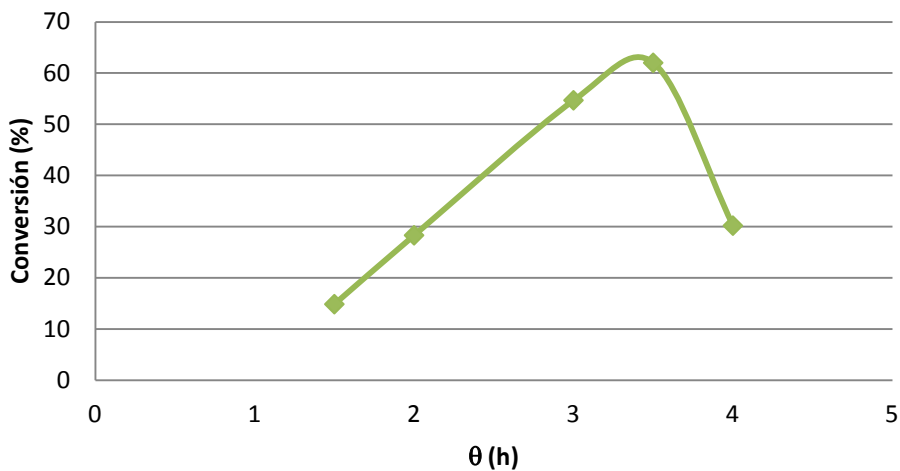
Al comparar los valores de No de ácido en las relaciones másicas de AS: H<sub>2</sub>O de 1:3 y 1:4 se observa que no difieren mucho.

#### 4.3.5 Tiempo de reacción de HiAc.

Teniendo los valores de las variables de temperatura (220 °C) y relación de reactivos (1:3; AS: H<sub>2</sub>O) se prosigue a determinar el tiempo de la reacción adecuado para la reacción de HiAc bajo las condiciones que se muestran en la siguiente tabla 15.

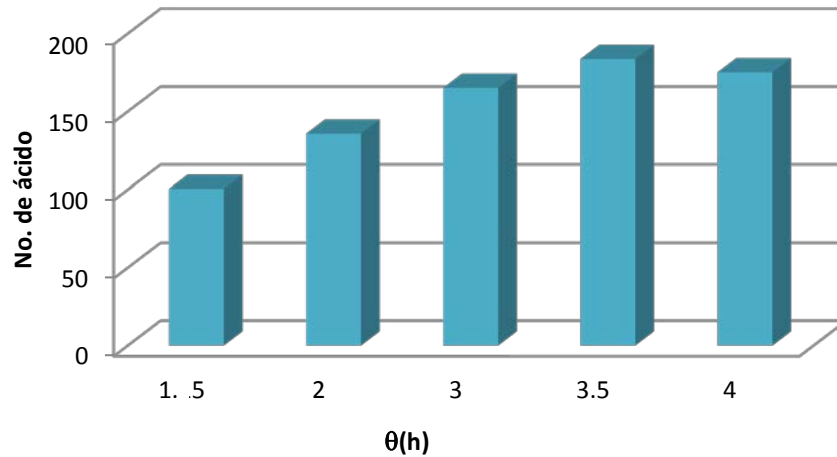
Tabla 15: Condiciones para determinar el tiempo de reacción de la HiAc						
No. reacción	$\theta$	P (bar)	$m_{ASinicial}$ (g)	$m_{ASfinal}$ (g)	Conversión (%)	No. De ácido
1	1.5	22.06	100.05	85.17	15	100
2	2	22.06	100.40	71.96	28	135
3	3	22.06	100.96	45.74	54	165
<b>4</b>	<b>3.5</b>	<b>22.06</b>	<b>100.08</b>	<b>38.01</b>	<b>62</b>	<b>186</b>
5	4	20.69	100.45	70.01	30	175

En la figura 4.19 se muestra el comportamiento de la conversión respecto al tiempo de reacción.



**Fig. 4.19 Variación de la conversión respecto al tiempo de reacción de la HiAc.**

Así como el comportamiento del número de ácido respecto al tiempo en la figura 4.20.



**Fig. 4.20** Variación del número de ácido respecto al tiempo de reacción de la HiAc.

En el tiempo de reacción de 3.5 h se obtiene una conversión del 62% pero cuando se llega al tiempo de reacción de 4 horas, la conversión decrece esto es debido a que la reacción ha llegado al equilibrio y para que siga existiendo formación de productos es necesaria la sustracción de uno de ellos ya sea la glicerina o los AGAS.

Verificado en la imagen 4.20 donde se muestra que a las 4 horas de reacción existe una disminución en el valor del número de ácido indicando que no se está dando más formación de AGAS, al contrario, como la reacción es reversible, los productos se están convirtiendo de nuevo en reactivos.

Por ello, se determina que el tiempo de reacción para la HiAc es de 3.5 h. Cabe señalar que la determinación del número de ácido, se repitió 3 veces para corroborar los valores tomando el promedio de estos.

#### **4.3.6 Purificación de AGAS a las condiciones adecuadas de reacción de HiAc. Cristalización de AGAS.**

Realizando una reacción de hidrólisis a una temperatura de 220 °C, con una relación másica de aceite-agua 1:3 (62.g/188 g) y un tiempo de reacción de 3.5 h se obtiene un 20 % de ácidos grasos libres.

El producto obtenido de la reacción (ácidos grasos libres, glicerina, monoglicéridos, diglicéridos, etc) se coloca en un embudo de separación para eliminar la fase acuosa (agua, glicerina, HCl) de la fase orgánica (ácidos grasos libres, monoglicéridos, diglicéridos, aceite de soya), ésta última es purificada por cristalización.

Los AGAS obtenidos después de la cristalización se muestran en la figura 4.21.



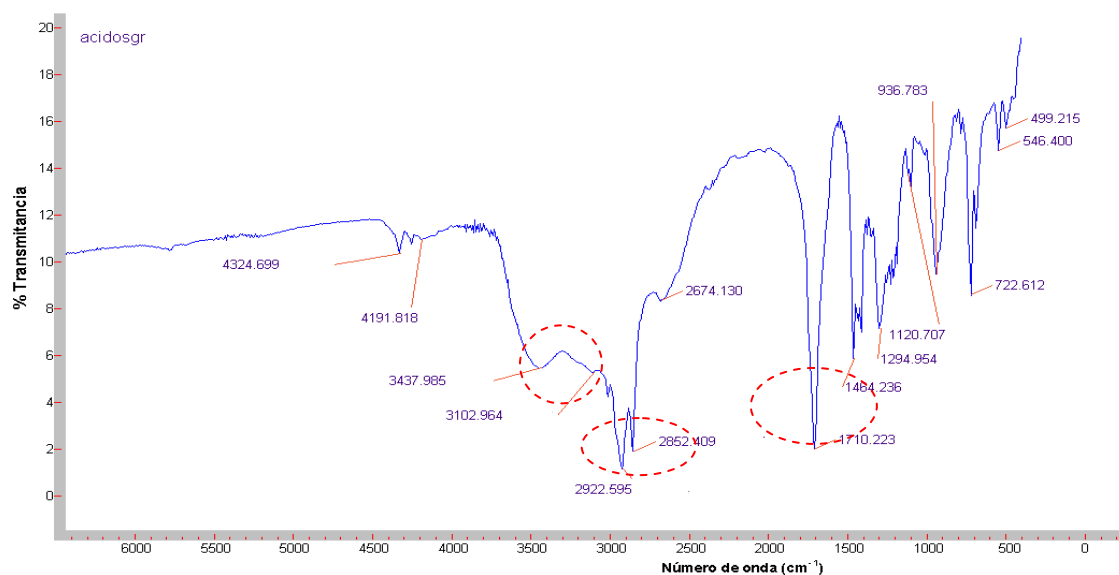
**Fig. 4.21 AGAS separados de la fase orgánica (a) y AGAS cristalizados (b).**

Como se muestra en la figura 4.21 del inciso a, los AGAS tienen residuos de la fase orgánica, mientras que los AGAS del inciso b, muestran un color más blanco después de realizar dicha cristalización, tienen una consistencia cerosa como la margarina ya que al momento de cristalizar se formaron principalmente cristales tipo  $\alpha$ ; que no son muy estables y tienen la característica de consistencias cerosas, además de que los puntos de fusión de la mezcla de AGAS no tienen tan elevado punto de fusión, el ácido palmítico tiene un punto de fusión cercano a los 63 °C y por consiguiente puede ayudar a la formación de cristales en la muestra, por consiguiente el punto de fusión de la mezcla de AGAS obtenido en el aparato de Fisher-John fue de 31 °C.

Mientras que el punto de fusión teórico calculado resultó de 10.03 °C, esta diferencia se puede explicar por el grado de insaturación y la longitud de cadena de los AGAS así como el tiempo requerido para organizar la estructura

cristalina ya que al calcular el valor teórico del punto de fusión de los AG solo se hace un promedio del punto de fusión con el porcentaje en que se encuentran en la grasa, mientras que en la práctica al dejar más tiempo en refrigeración los AGAS, hubo una mejor formación de cristales  $\beta$ , y como consecuencia un aumento en su punto de fusión.

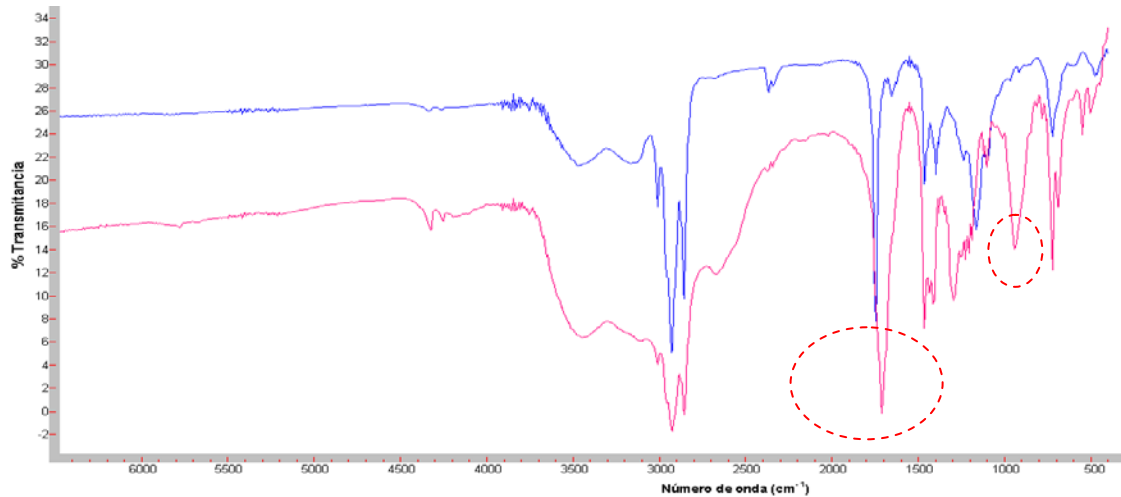
Cabe señalar que este método se usó para purificar los AGAS y tener un parámetro para saber si era necesaria otra cristalización de los AGAS para tener un valor del punto de fusión muy parecido en las purificaciones realizadas a estos AG, caracterizándolos por medio de Espectroscopia de IR como se muestra en la figura 4.22.





**Fig. 4.22 Espectro IR de AGAS.**

En el espectro se observa el grupo carbonilo indicado por la banda de  $1710\text{ cm}^{-1}$ , el grupo funcional hidroxilo (-OH) del ácido carboxílico se presenta en las bandas de  $3437\text{ cm}^{-1}$  y  $936\text{ cm}^{-1}$ , en las bandas de  $2922\text{ cm}^{-1}$ ,  $1464\text{ cm}^{-1}$ ,  $2852\text{ cm}^{-1}$  y en  $722\text{ cm}^{-1}$  se presentan los grupos metilos ( $\text{CH}_3$ ) y metilenos ( $\text{CH}_2$ ). Mientras que en la banda de  $1294\text{ cm}^{-1}$  se indica la presencia del grupo alcohol.

Posteriormente se hace una comparación de la muestra de AS y los AGAS para determinar la diferencia entre algunos grupos funcionales, en la figura 4.23 se muestra dicha comparación de espectros de IR.



**Fig. 4.23 Espectro IR de comparación de AGAS y el AS.**

-  Espectro de AGAS.
-  Espectro de AS.

La diferencia que se observa en el Espectro de IR, son las bandas localizadas en  $1700\text{ cm}^{-1}$ , la banda está más ancha en los AGAS al igual que las registradas de  $1462\text{ cm}^{-1}$  a  $1120\text{ cm}^{-1}$  además existe una banda de  $960\text{ cm}^{-1}$  en el espectro de los AGAS que no se observa en el AS, que confirma la presencia de ácidos carboxílicos en la mezcla de AG.

Ya determinadas las condiciones adecuadas de la reacción de hidrólisis se determina trabajar en un reactor más grande para tener una mayor producción de AGAS, trabajando en un reactor con capacidad de 1 L, se produjeron 300 g de AGAS, los cuales se hicieron reaccionar con DMAPA para realizar la reacción de aminólisis.

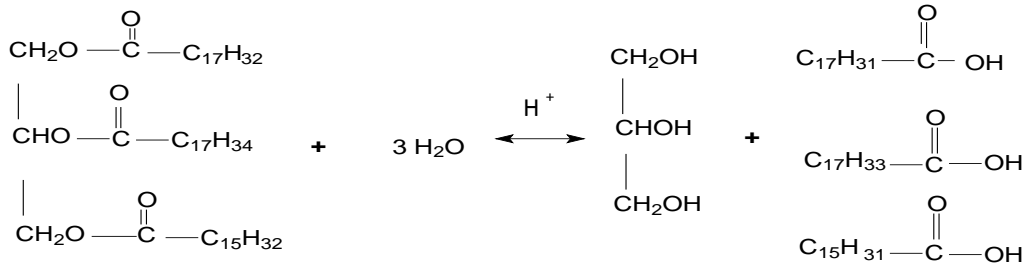




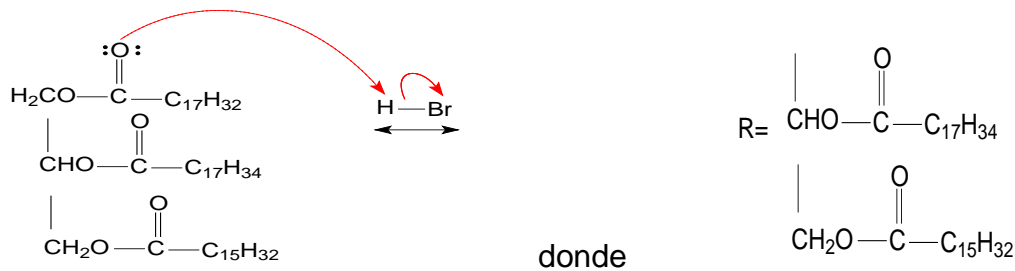
### 4.3.7 Mecanismo de reacción. HiAc del AS. <sup>(7)</sup>

Para finalizar con el análisis de esta reacción de HiAc, se muestra el mecanismo de reacción de la HiAc del AS.

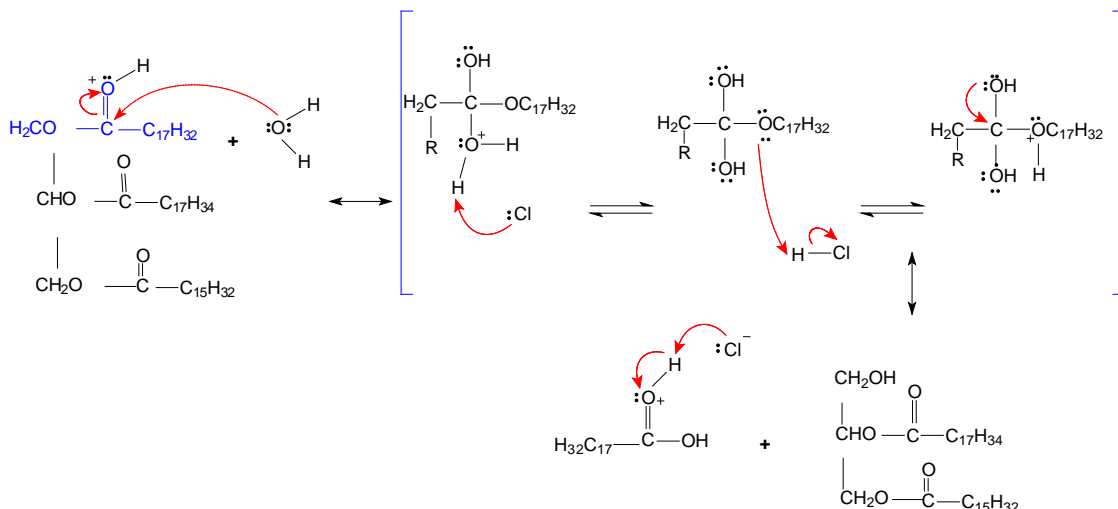
La reacción general de HiAc del AS.



1. El ácido protona al oxígeno del grupo carbonilo.

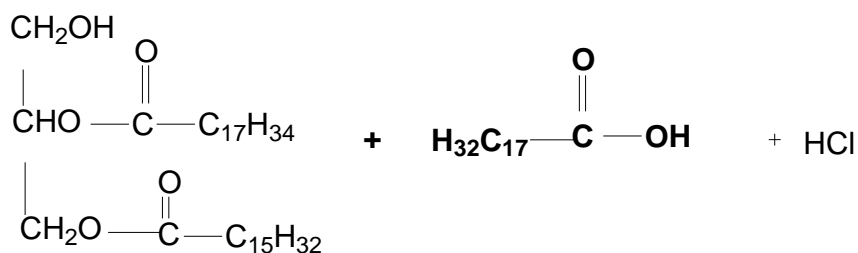


2. El agua realiza un ataque nucleófilo hacia el carbono del grupo carbonilo protonado para formar el intermediario tetraédrico protonado, el cual está en equilibrio con su forma no protonada. Posteriormente, existe una transferencia de un protón hacia el agua, convirtiendo al grupo  $-\text{OH}$  en un buen grupo saliente.





3. La transferencia del par electrónico hacia el carbono genera la expulsión del alcohol y el ácido carboxílico, regenerando al catalizador ácido.

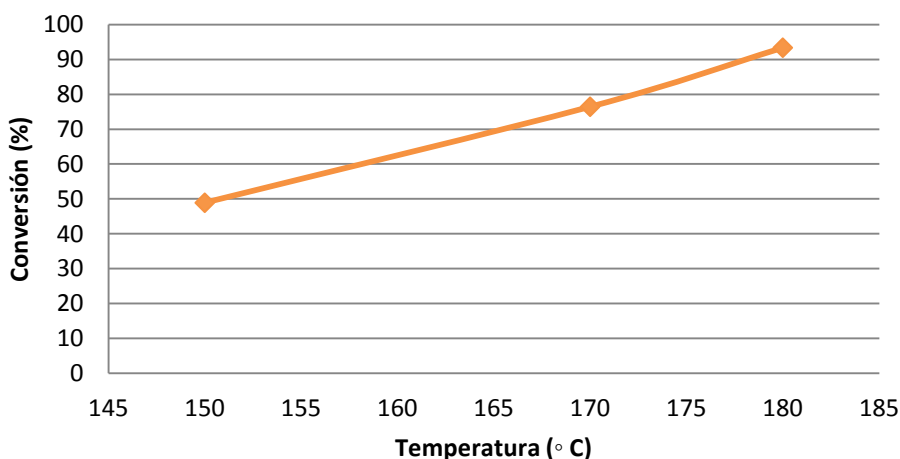


#### 4.4 Síntesis directa de amidas a partir de AGAS.

Ya teniendo la mezcla de AGAS se prosigue a determinar las condiciones adecuadas de la síntesis directa para obtener la amidoamina. La primera variable que se tomó en cuenta fue la temperatura, manteniendo constante el tiempo de reacción (4 h) y la relación molar de AGAS: DMAPA 1:1.05 y 6% de HCl respecto a los AGAS.

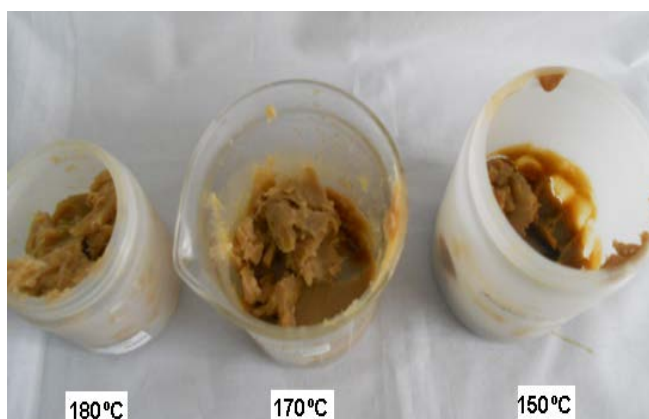
Los datos obtenidos de las reacciones realizadas para determinar la temperatura para la síntesis, se encuentran en la tabla 16. Mientras en la figura 4.24 se muestra la gráfica de la influencia de la temperatura de reacción respecto a la conversión.

Tabla 16: Síntesis directa de amidas de AGAS a diferentes temperaturas							
Reacc.	T <sub>max.</sub> (°C)	P <sub>max.</sub> (bar)	ÁGAS <sub>iniciales</sub>		AGAS <sub>final</sub> (n)	θ (h)	Conversión (%)
			(g)	(n)			
1	150	4.83	40.12	0.14	0.073	4	48.94
2	170	8.27	40.02	0.14	0.034	4	76.45
3	180	12.41	40.09	0.14	0.009	4	93.38



**Fig. 4.24.** Variación de la conversión respecto a la temperatura de la síntesis de la amida.

De acuerdo a la figura 2.24, la conversión de la reacción de la síntesis aumenta conforme aumenta la temperatura, se observa una mayor conversión a la temperatura de 180 °C, obteniéndose un sólido, con olor a pescado, en la figura 4.25 se muestran las amidas obtenidas a diferentes temperaturas de reacción.



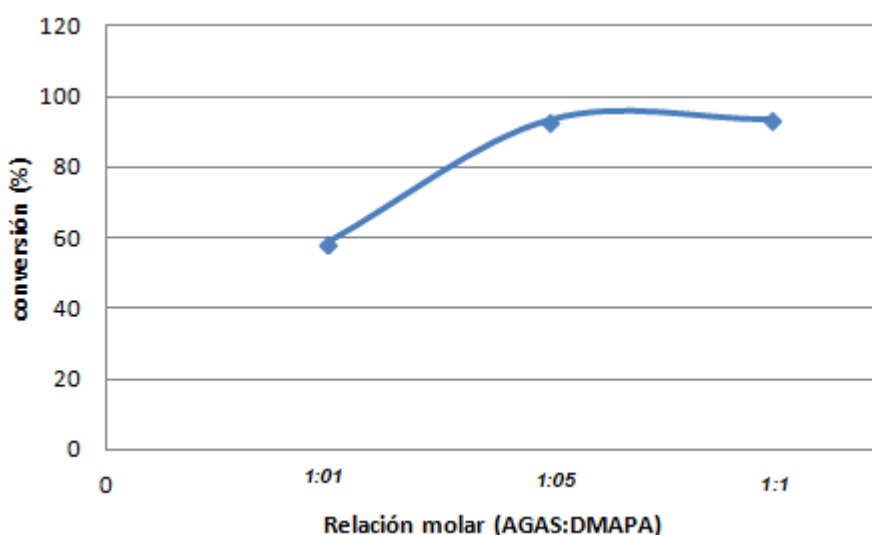
**Fig. 4.25.** Amidoaminas de AGAS a diferentes temperaturas de reacción.

A la temperatura de 150 °C se observa una amida muy pastosa y de color café oscuro, mientras que a la temperatura de 180°C se observa un compuesto no tan pastoso y con un color más claro que a la temperatura de 150°C.



Posteriormente se varió la relación molar (AGAS: DMAPA) y se mantuvo constante la temperatura que con el experimento anterior, resultó que la temperatura adecuada era la de 180 °C, así como el tiempo de reacción de 4 h y 6% de HCl respecto a los AGAS, los resultados obtenidos se muestran en la tabla 17 para posteriormente observar en la figura 4.26, el comportamiento de la conversión respecto a la relación molar de los reactivos.

Reacc.	Relación molar (AGAS:DMAPA)	P <sub>max</sub> (bar)	ÁGAS <sub>iniciales</sub>		AGAS <sub>final</sub> (n)	θ (h)	Conversión (%)
			(g)	(n)			
1	1:1	9.65	40	0.144	0.059	4	58.65
2	1:1.05	12.41	40.01	0.144	0.00955	4	93.36
3	1:1.1	12.41	40.12	0.144	0.00924	4	93.49



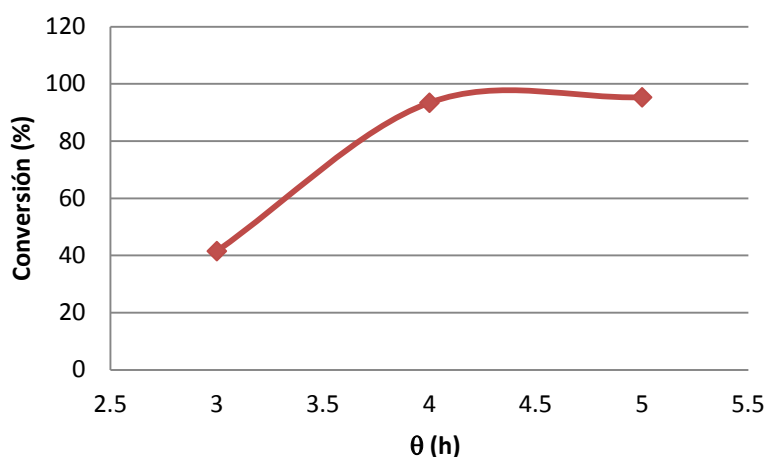
**Fig. 4.26. Variación de la conversión respecto a la relación molar AS: DMAPA.**

En la figura 4.26 se observa que en las dos últimos valores de relación de AGAS: DMAPA existe una conversión mayor al 90% pero como los valores de conversión no varían mucho, se decide tomar como relación adecuada la de 1:1.05 de AGAS: DMAPA.

Teniendo las condiciones de temperatura y relación molar adecuadas solo se varió el tiempo de reacción, como se muestra en la tabla 18.

Tabla 18: Variación de tiempos de reacción de la síntesis de AGAS						
Reacc.	$\theta$ (h)	$P_{max}$ (bar)	ÁGAS iniciales		AGAS final (n)	Conversión (%)
			(g)	(n)		
1	3	9.65	40.02	0.144	0.084	41.50
2	4	12.41	40.01	0.144	0.009	93.36
3	5	12.41	40.09	0.144	0.007	95.2

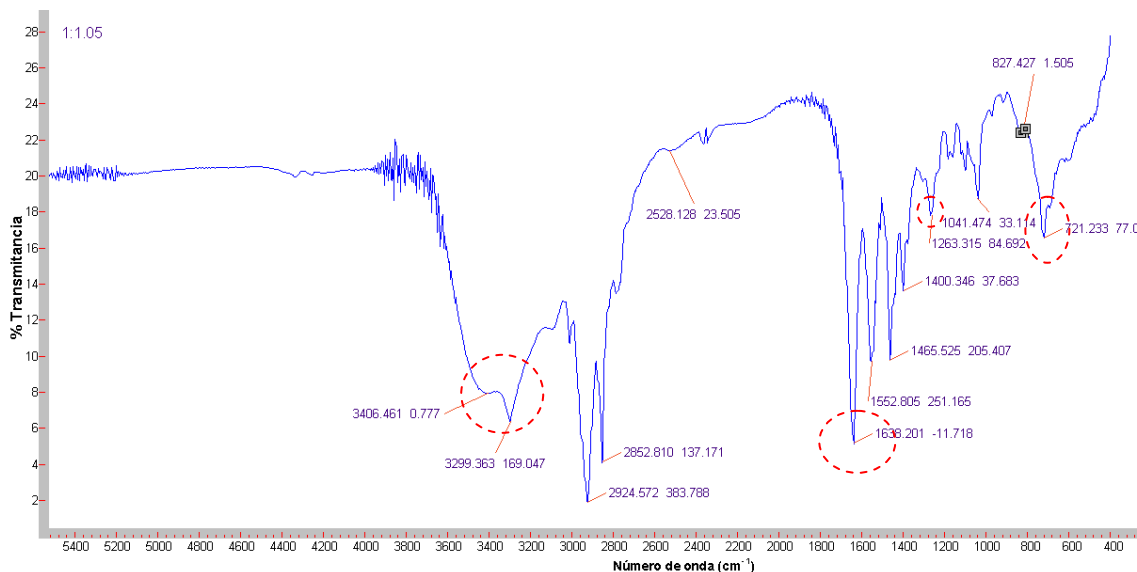
La figura 4.27, muestra el comportamiento de la conversión respecto al tiempo de reacción de la síntesis de AGAS.



**Fig. 4.27. Variación de la conversión respecto al tiempo de reacción de la síntesis de amidas.**

Conforme aumenta el tiempo de reacción, la conversión también aumenta, se tiene el valor de conversión más alto al tiempo de reacción de 5 horas pero solo difiere en 1.84% respecto al tiempo de 4 horas, aunque los valores son muy parecidos en el tiempo de reacción de 5 horas se observa una amidoamina más sólida por esto, se determina que el tiempo de reacción óptimo es de 5 h.

La amidoamina (soyamida), obtenida a las condiciones adecuadas de su síntesis, se caracterizó mediante la técnica de Espectroscopia de IR, mostrada en la figura 4.28.



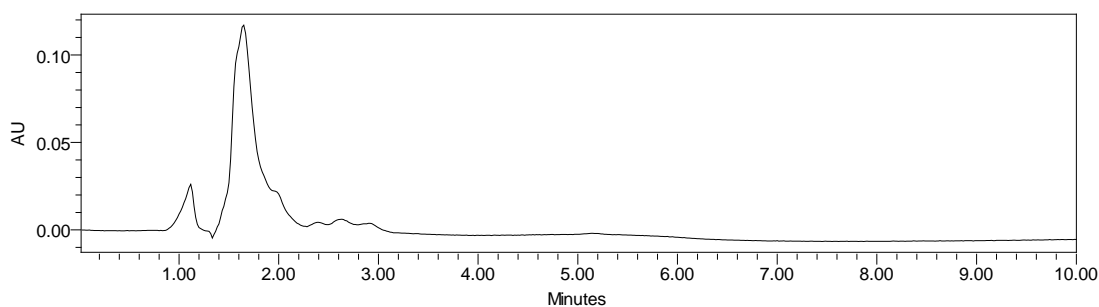
**Fig. 4.28 Espectro de la amidoamina (soyamida).**

En la banda de  $1638\text{ cm}^{-1}$  se muestran señales del grupo carboxilo y del enlace C-O y del enlace C-O en la banda de  $1263\text{ cm}^{-1}$ , en vez de aparecer el grupo OH que es característico en los ácidos carboxílicos aparece el grupo N-H indicando que existen señales de amida en la banda de  $3406\text{ cm}^{-1}$  y  $3299\text{ cm}^{-1}$  y como se muestran dos bandas en esta zona indica que se trata de una amida primaria, la banda de  $721\text{ cm}^{-1}$  indica la existencia de más de cuatro metilenos juntos ( $-\text{CH}_2$ ).

Como se tiene una mezcla de AG, también se obtendrá una mezcla de amidas, mostradas en la tabla 19.

Tabla 19: Amidas de AGAS			
Nombre del AG	Nombre de la amida	Formula química	Peso molecular (g/mol)
Ácido linoléico	Linoleamida	$\text{C}_{23}\text{H}_{44}\text{N}_2\text{O}$	364
Ácido oléico	Oleamida	$\text{C}_{23}\text{H}_{46}\text{N}_2\text{O}$	366
Ácido palmítico	Palmitiamida	$\text{C}_{21}\text{H}_{44}\text{N}_2\text{O}$	340
Ácido linolénico	Linoleanimida	$\text{C}_{23}\text{H}_{42}\text{N}_2\text{O}$	362
Ácido Esteárico	Estreamida	$\text{C}_{23}\text{H}_{48}\text{N}_2\text{O}$	368

Además se identifica por medio de HPLC, como se muestra en la figura 4.29.

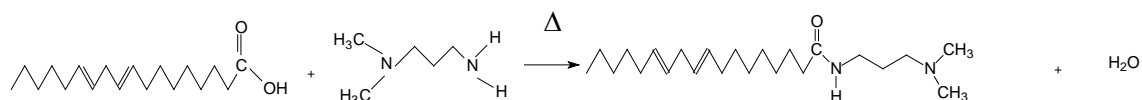


**Fig. 4.29** Cromatograma de HPLC de la soyamida.

Este cromatograma se determinó a una longitud de onda de 263 nm, la relación de los disolventes acetonitrilo: metanol es de 70:30, indicando que el compuesto tiene mayor afinidad a los compuestos apróticos como el acetonitrilo, el pico registrado a un tiempo de retención de 1.110 pueden ser restos de DMAPA. La soyamida aparece en un tiempo de retención de 1.644.

#### 4.4.1 Síntesis directa de amidas. Condensación de AGAS con DMAPA.<sup>(14)</sup>

Para finalizar con el análisis de esta reacción, se muestra en la fig. 4.30 el diagrama de la reacción.

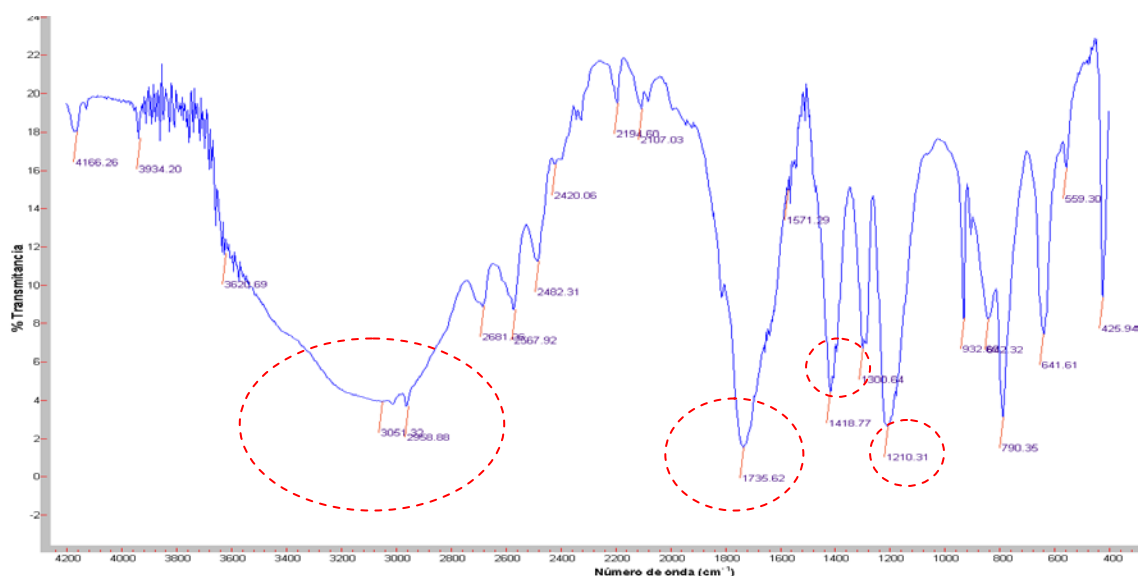


**Fig. 4.30** Diagrama de síntesis directa de amidas.

#### 4.5 Carboxialquilación de la amidoamina (soyamida).

Para poder realizar la carboxialquilación de la soyamida, es necesario neutralizarla ya que tiene HCl, usado como catalizador, para ello se neutraliza con una disolución de NaOH al 20%. Los cálculos para determinar la cantidad de solución de NaOH, se muestran en el apéndice D.

Como el reactivo, usado para dicha carboxialquilación es el AcM, se caracteriza por medio de la técnica de Espectroscopia de IR, su espectro se muestra en la figura 4.31.

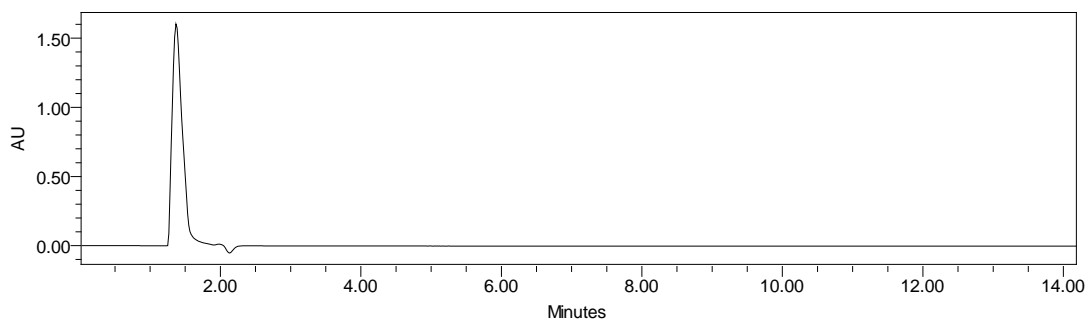


**Fig.4.31 Espectro del Ácido Monocloroacético.**

En el espectro, se muestra el grupo OH característico de los ácidos carboxílicos, la banda de estiramiento se encuentra en la zona de  $3620\text{ cm}^{-1}$  y  $3051\text{ cm}^{-1}$ ; la banda de estiramiento del grupo carbonilo se encuentra en la zona de  $1735\text{ cm}^{-1}$ , mientras que la banda de estiramiento del enlace C-O, se encuentra en la zona de  $1300\text{ cm}^{-1}$  y  $1210\text{ cm}^{-1}$ . La banda registrada en la zona de  $1418\text{ cm}^{-1}$ , corresponde al grupo metilo ( $-\text{CH}_3$ ).

También se caracterizó por medio de la técnica de HPLC, el cromatograma se muestra en la figura 4.32.

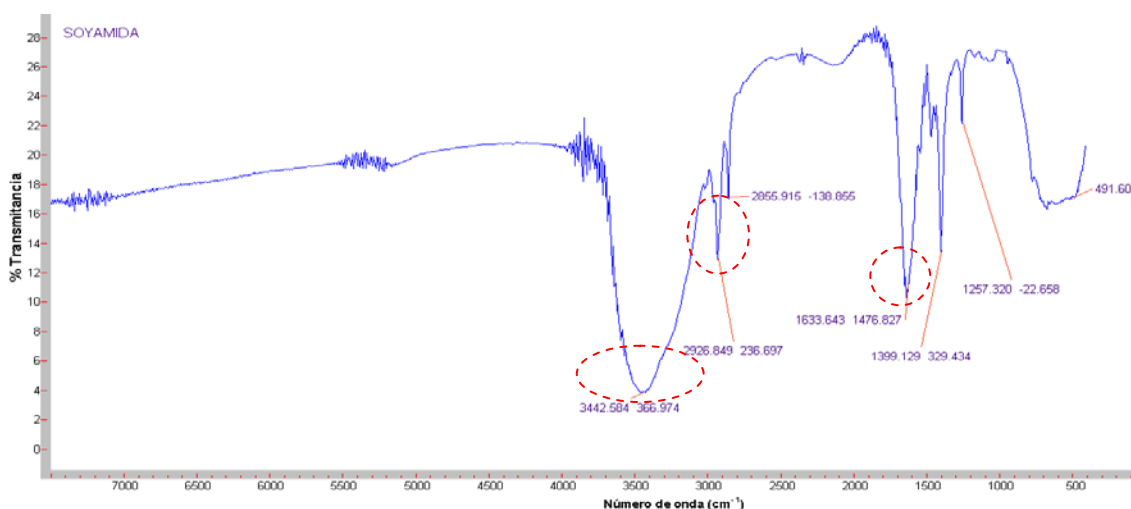




**Fig.4.32. Cromatograma HPLC del ácido monocloroacético.**

La señal del AcM aparece en un tiempo de retención de 1.372, a una longitud de onda de 245.5 nm, el flujo de la fase móvil es de 0.5 mL/min y la relación entre metanol: acetonitrilo es de 60:40, indicando que el AcM eluirá a tiempos más cortos porque se tienen una mayor cantidad de metanol.

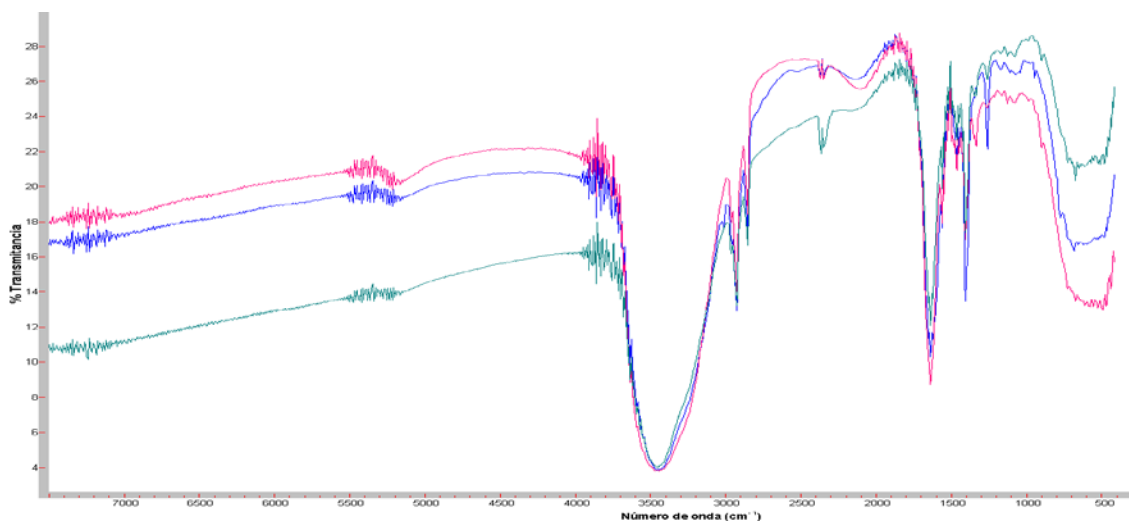
Realizando la carboxialquilación de la amidoamina (soyamida), se procede a caracterizarla mediante la técnica de Espectroscopia de IR mostrada en la figura 3.33.






**Fig. 4.33. Espectro de la betaína (soyamida propil betaína).**

En el espectro, se muestra el grupo amino (N-H) característico de las amidas y aminas, la banda de estiramiento es muy ancha y se encuentra en la zona de  $3442.58 \text{ cm}^{-1}$ ; la banda de estiramiento de  $2926.849 \text{ cm}^{-1}$ , y  $2588.915 \text{ cm}^{-1}$  indica la presencia de grupos metilos y metileno ( $-\text{CH}_3$  y  $-\text{CH}_2-$ ), en la banda de  $1633.643 \text{ cm}^{-1}$  se identifica el grupo C=O.

Posteriormente se hace una comparación de los espectros de IR entre las betaínas comerciales (estreamidapropil betaína y cocoamido propilbetaína) y la obtenida (soyamida propil betaína), mostradas en la figura 3.34.

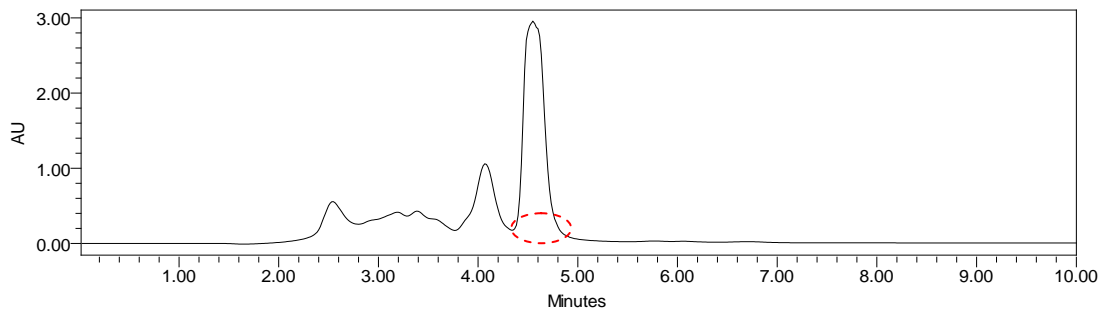


**Fig.4.34. Comparación entre las betaínas comerciales y la soyamida propil betaína.**

-  Estreamida propil betaína.
-  Soyamida propil betaína.
-  Cocoamido propil betaína.

En el espectro de IR de las betaínas, se observa que las señales coinciden claramente en las bandas de  $3450\text{ cm}^{-1}$ ,  $1633\text{ cm}^{-1}$ , en general los grupos funcionales que conforman a estos compuestos son muy parecidos.

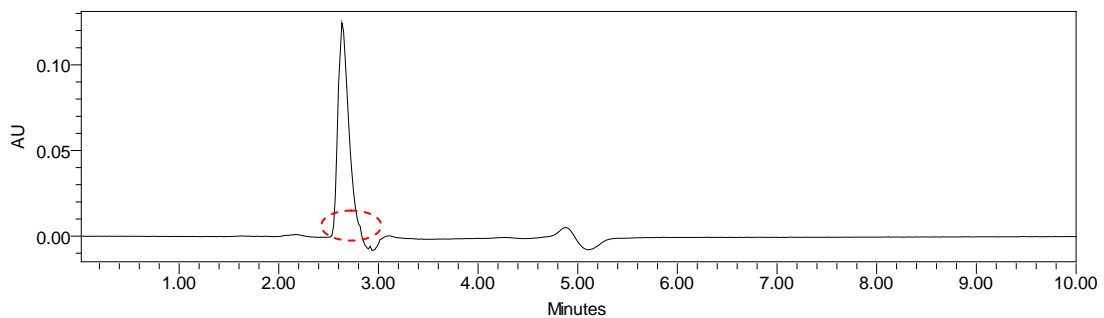
Por otra parte, la soyamida propil betaína fue caracterizada por la técnica de HPLC, mostrando el cromatograma del compuesto en la figura 4.35.



**Figura 4.35. Cromatograma de HPLC de soyamida propil betaína.**

Esta señal se determinó a un número de onda de 254.1 nm y una relación de metanol-acetonitrilo de 30:70, a un tiempo de retención de 4.875, mientras que las otras señales son de sales formadas en el proceso de carboxialquilación. Con la curva de calibración realizada se determinó una concentración de la betaina de 52741.6 ppm, donde la muestra patrón fue la cocoamidapropil betaína.

Por otra parte, se realiza una caracterización de la betaína a partir del ácido láurico, y el cromatograma se muestra en la figura 4.36, donde aparece en un tiempo de retención de 2-3 min a una longitud de onda de 252.4 nm.

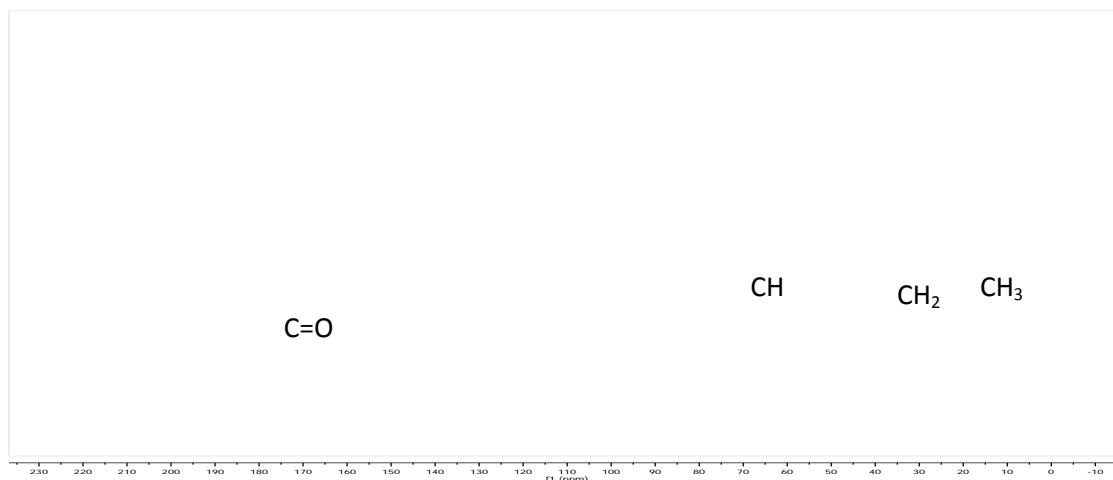


**Figura 4.36. Cromatograma de HPLC de cocoamido propil betaína.**



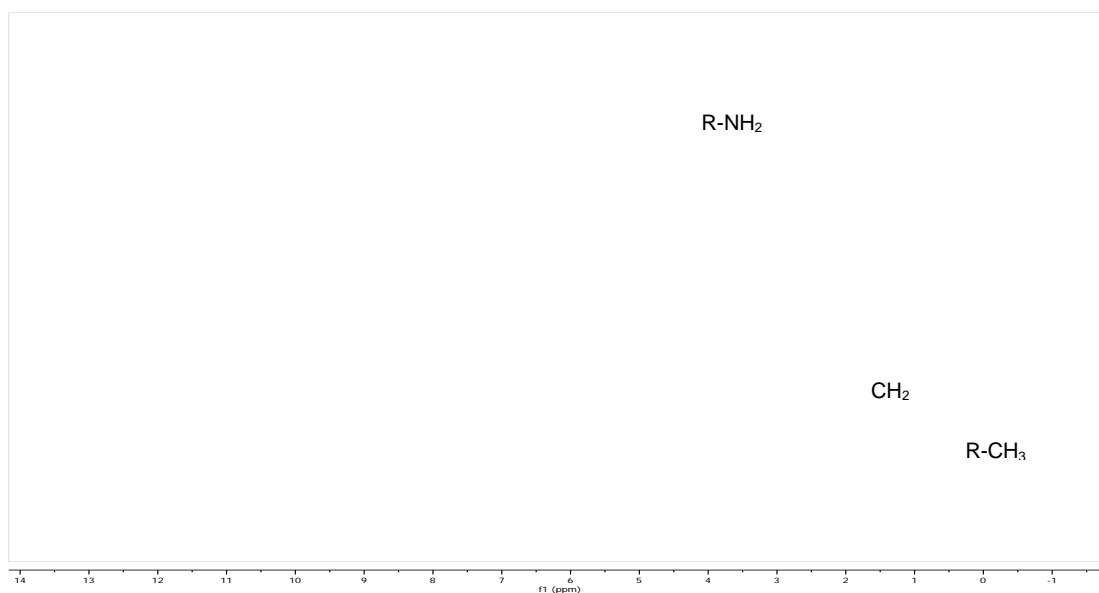
Como último análisis instrumental, se usó la técnica de espectroscopia de RMN para determinar el número de carbonos e hidrógenos diferentes que conforman a la molécula estudiada.

En el caso de  $^{13}\text{C}$  se obtiene el espectro mostrado en la figura 4.37, donde se aprecia que hay 24 tipos de  $^{13}\text{C}$ , donde se aprecian las señales de  $\text{CH}_3$  (0-30 ppm),  $\text{CH}_2$  (20-45ppm),  $\text{CH}$  (30-60 ppm),  $\text{C}=\text{O}$  (155-185 ppm).



**Figura 4.37. Espectro de RMN ( $^{13}\text{C}$ ) de soyamida propil betaína.**

También, se realizó un análisis por  $^1\text{H}$ , (figura 4.38) donde se tienen las señales de los diferentes tipos de hidrógenos que conforman a la molécula, como:  $\text{R-CH}_3$  (0.9 ppm),  $\text{CH}_2$  (1.3 ppm),  $\text{R-NH}_2$  (3-5ppm).



**Figura 4.38. Espectro de RMN ( $^1\text{H}$ ) de soyamida propil betaína.**



El producto final (soyamida propil betaína) obtenido se muestra en la figura 4.39.

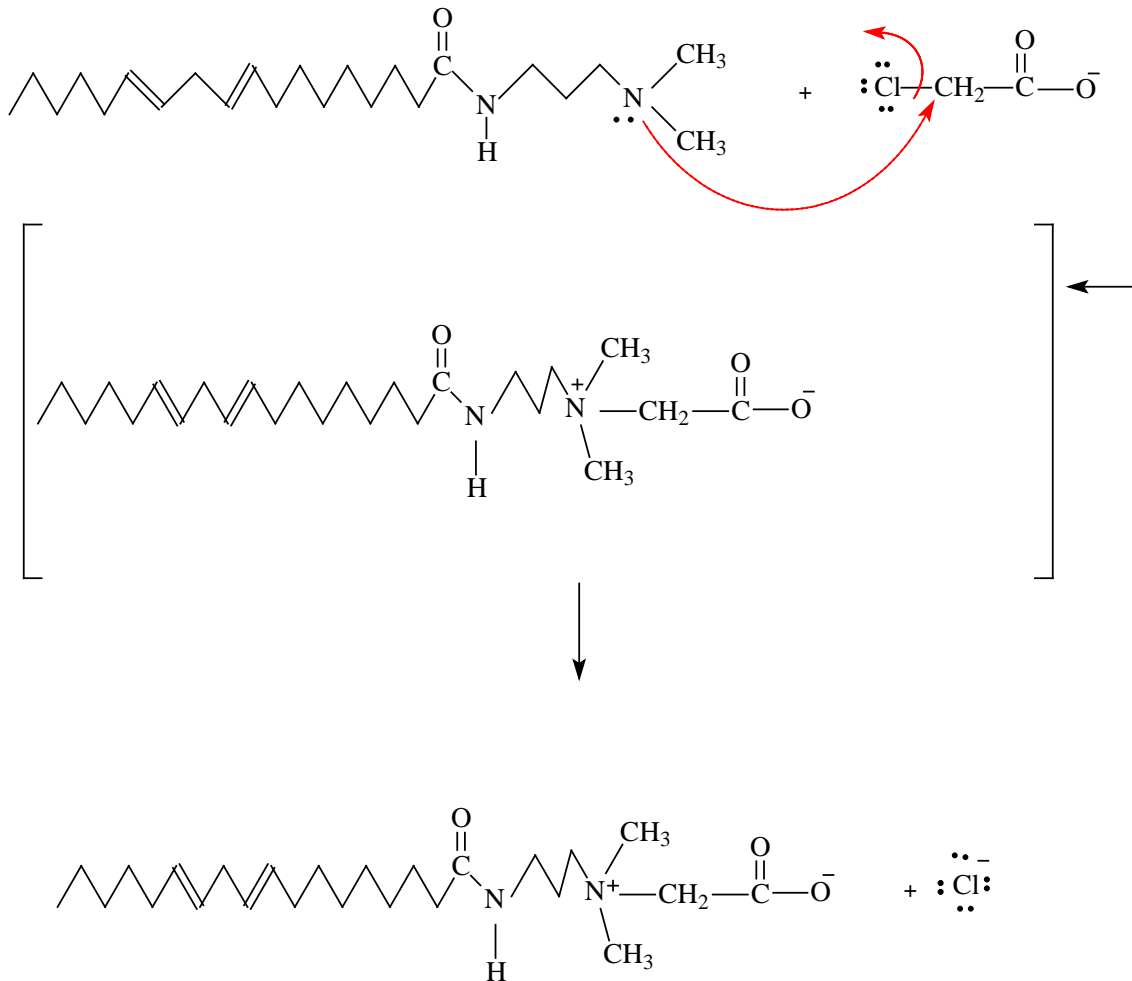


*Figura 4.39. Producto final: soyamida propil betaína.*

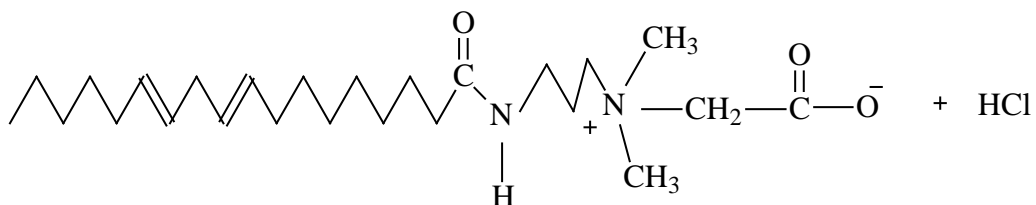
#### 4.5.1 Mecanismo de reacción de carboxialquilación de la amidoamina.

Para finalizar con el análisis de esta reacción de carboxialquilación se muestra el mecanismo de reacción. <sup>(4) (7) (8)</sup>

1. El par compartido del nitrógeno (que se encuentra en la amida) ataca al carbono del ácido monocloroacético hidrolizado, como consecuencia el  $\text{Cl}^-$  es expulsado ya que es un buen grupo saliente. Posteriormente, se forma un compuesto de transición para realizarse la cuaternización y obtener un catión de amonio cuaternario.

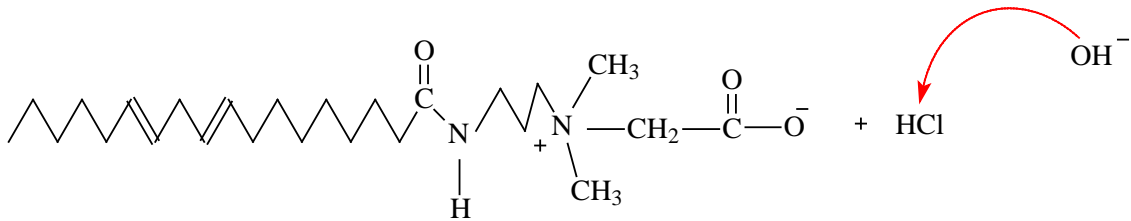


2. Formación del producto. Se forma la amida cuaternaria y como en el medio había iones hidronio y los iones  $\text{Cl}^-$  liberados, existe la formación de ácido clorhídrico en el medio.

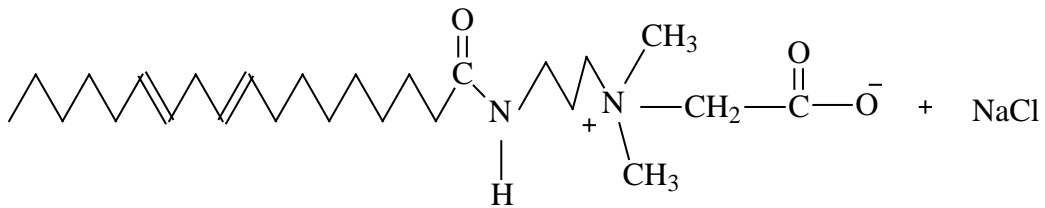




3. Neutralización. Al agregar una solución de NaOH, el ión hidroxilo es el que actuará para neutralizar al ácido y dar formación de NaCl para neutralizar la reacción.



4. Formación de la betaína.





## CAPÍTULO 5

### CONCLUSIONES

Con este trabajo se logró establecer las condiciones de reacción más adecuadas para llevar a cabo las reacciones de hidrólisis ácida del AS, aminólisis de los ácidos grasos del AS y la carboxialquilación de la amidoamina y obtener la betaína a partir de los AGAS.

Cuando se realiza la reacción entre los EMAS y la DMAPA no se obtiene la diamina deseada.

Para obtener AG del AS, las condiciones adecuadas de la reacción de hidrólisis ácida fueron: temperatura de 220 °C, relación másica AS: H<sub>2</sub>O de 1:3, tiempo de reacción de 3.5 h y 1 % en peso de HCl para catalizar la reacción.

Para la aminólisis de los AGAS las condiciones adecuadas de reacción fueron: temperatura de 180 °C, relación molar AGAS: DMAPA de 1:1.05, 6% en peso de HCl respecto a los AGAS con tiempo de reacción de 5 h.

Para la carboxialquilación de la amidoamina, las condiciones adecuadas fueron: temperatura de 50 °C, tiempo de reacción de 50 min; mediante estas condiciones si se obtiene la betaína deseada.

La técnica de Espectroscopia de IR usada para caracterizar dicha betaína, fue una técnica satisfactoria ya que sí se pudieron identificar los grupos funcionales de la soyamida propil betaína mediante la comparación del espectro de IR obtenido con el de otras betaínas comerciales.

De acuerdo a los espectros de <sup>13</sup>C e <sup>1</sup>H obtenidos por la técnica de RMN, se distinguen desplazamientos de los diferentes carbonos e hidrógenos que conforman a la molécula indicando que si se tiene el producto deseado.





### **Propuestas.**

Probar con otro tipo de catalizador para realizar la hidrólisis ácida o realizar experimentos donde se aumente la temperatura para no hacer uso de dichos catalizadores.

Realizar reacciones de aminólisis con los AGAS pero cambiando la amina y determinar la densidad, punto de fusión de la amida obtenida.

Realizar estudios sobre la tensión superficial de la soyamida propil betaína.



## CAPÍTULO 6

### REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

#### Libros:

- (1) Steve Ziller. "Grasas y aceites alimentarios", 7ª Edición 1996, Editorial ACRIBIA, S.A Zaragoza (España), p.p 71.
- (2) Torres González C. "Tratado de Química Orgánica", TOMO I, SAETA, Madrid 1945, p.p 688.
- (3) Lawson, Harry. "Aceites y grasas alimentarios, tecnología, utilización y nutrición", España, 1994, p.p 333.
- (4) Fritz Earle, Johnson Robert. "Fatty Acids in Industry", Ed. Marcel Dekker, INC; New York and Basel, p.p 667.
- (5) Bailey E. Anton. "Industrial, oil and fat products", INTERSCIENCE PUBLISHERS, INC, New York, 1945, p.p 735.
- (6) Wilkinson B.J, Moore R.J. "Cosmetología de Harry", 1990, Ediciones Díaz de Santos, S.A, Madrid, p.p. 1039.
- (7) Yurkanis Bruice Paula, "Química Orgánica", 5ª Ed, 2008, Pearson Educación, México, p.p. 1319.
- (8) Mc MURRY, John. "Química Orgánica", Editorial Iberoamericana, México, 1992, p.p 714.
- (9) Stauffer E. Clyde. "Fats and Oils", 1999, Eagan Press, Minnesota, USA, p.p 149.
- (10) March Jerry, Smith B. Michael. "March's advanced organic chemistry, reactions, mechanism and structure, 6ª Edición 2007, WILEY, Cánada, p.p 2374.
- (11) Porter, R.M. "Manual de surfactantes", Chapman and Hall, N.Y, USA, 1991, p.p 750.
- (12) Smith, J.M. "Ingeniería de la cinética Química", 6ª Edición 1991, CECOSA, México, p.p. 774.
- (13) Teijón J.M, García A, J. "La Química en Problemas", 2ª Ed. Tebar, Madrid 2006.



(14)Wade L.G, “Química Orgánica”, 2ª Pearson Educacion.

**Manuales:**

(14) Erickson R. David, “Manual de procesamiento y utilización de aceite de soya”, 1983, Cortesía de la Asociación Americana de soya (América Latina), México, D.F, p.p 525.

**Tesis:**

(15) Obtención de amidas de ácidos grasos a partir de aceites vegetales”.  
Tesis de Jesús Antonio Soto Estrada para obtener el título de Ingeniero Químico, Facultad de Química, UNAM, 2011.

**Fuentes:**

(16) Consejo Mexicano para el Desarrollo del Aceite de Palma A.C (COMEXPALMA), extraído el 28 de agosto del 2012, [http://www.comexpalma.org/comexpalma2010/index.php?option=com\\_content&view=category&layout=blog&id=17&Itemid=13](http://www.comexpalma.org/comexpalma2010/index.php?option=com_content&view=category&layout=blog&id=17&Itemid=13).

(17) Los aceites vegetales comestibles, extraído el 28 de agosto del 2012, <http://portal.aniame.com/uploads/losaceitesvegetales.pdf>

(18) Asociación Nacional de Industrias de Aceite y Mantecas Comestibles, A.C ANIAME

(19) Resumen del mercado de semillas oleaginosas, Organización Mundial de las Naciones Unidas para la Agricultura y Alimentación (FAO, 2011), extraído el 28 de agosto del 2012, [http://www.fao.org/fileadmin/templates/est/COMM\\_MARKETS\\_MONITORING/Oilcrops/Documents/Food\\_outlook\\_oilseeds/FO\\_SPA\\_NOV11.pdf](http://www.fao.org/fileadmin/templates/est/COMM_MARKETS_MONITORING/Oilcrops/Documents/Food_outlook_oilseeds/FO_SPA_NOV11.pdf)

(20) Lineamientos para la promoción del sano desarrollo de la industria procesadora de soya, DOC /CAP/006-2008, documento pdf.

(21) Tendencias. Aceites de semillas: palma, colza, soya y girasol lideran la producción y el consumo mundial, José Luis Murcia, extraído el 29 de



agosto del 2012, [http://www.mercasa.es/files/multimedios/pag\\_065-070\\_Murcia.pdf](http://www.mercasa.es/files/multimedios/pag_065-070_Murcia.pdf).

(22) “México, bajo productor de soya”, El Economista.mx, extraído el 2 de septiembre del 2012, <http://eleconomista.com.mx/columnas/agro-negocios/2010/01/07/mexico-bajo-productor-soya>.

(23) “Mercado mundial de surfactantes”, Petroquímicos, Bussines News Americas, extraído el 15 de septiembre del 2012, [http://www.bnamericas.com/news/petroquimicos/Mercado\\_mundial\\_de\\_surfactantes\\_debiera\\_llegar\\_a\\_US\\*16,650mn\\_el\\_2012](http://www.bnamericas.com/news/petroquimicos/Mercado_mundial_de_surfactantes_debiera_llegar_a_US*16,650mn_el_2012).

**Artículo:**

(24) Gilabert Bonastre Nuria, Conesa Amelia. “Betaínas”, No. De publicación: 2243024, Fecha de presentación: 30/09/1999, Número de publicación de la solicitud: 0992489, Fecha de publicación de la solicitud: 12/04/2000.



## ANEXO A

### Técnicas de caracterización

#### A.1 Espectroscopia Infrarroja.

La Espectroscopia de IR es el estudio de la interacción de materia con la radiación electromagnética. Debido a que la radiación electromagnética presenta propiedades ondulatorias, se puede caracterizar como una onda por su frecuencia ( $\nu$ ) o por su longitud ( $\lambda$ ).

La longitud indicada para un enlace entre dos átomos solo es una longitud promedio ya que realmente un enlace se comporta como un resorte en vibración. Un enlace vibra porque experimenta movimientos de estiramientos y de flexión.

Cuando se habla de un estiramiento se refiere a una vibración que sucede a lo largo de la línea del enlace que cambia la longitud del mismo, mientras que una flexión es una vibración que no sucede a lo largo de la línea del enlace; cambiando los ángulos del enlace. Cada vibración de flexión y de estiramiento de determinado enlace se formará con una frecuencia característica.

Un espectro de IR se obtiene cuando se hace pasar radiación infrarroja a través de una muestra de un compuesto; y se obtiene un gráfico en donde se representa en las abscisas, la radiación infrarroja transmitida por las uniones químicas en términos de número de onda de la radiación ( $4000$  a  $200\text{ cm}^{-1}$ ) y en las ordenadas la transmitancia de las mismas (uniones).

La Espectroscopia de IR, está considerada como una prueba de identidad, donde se pueden identificar los tipos de grupos funcionales que se encuentran en un compuesto orgánico.



## **A.2 Cromatografía de gases (CG).**

La cromatografía es un método muy utilizado en todas las ramas de la ciencia, permite la separación, identificación y determinación de los componentes químicos en mezclas complejas.

Es empleada cuando los componentes de una mezcla son volátiles o semivolátiles y térmicamente estables a una temperatura de 350 – 400 °C.

Además se utiliza la CG para determinar la cantidad de componentes individuales presentes en una muestra, empleando curvas de calibración de los patrones de los componentes correspondientes.

En CG el analito a analizar se inyecta en la fase móvil que generalmente es un gas inerte (He, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>) mientras que la fase estacionaria puede ser un sólido o un líquido retenido en una columna. La fase móvil no interactúa con las moléculas del analito (sólido o líquido) ya que su única función es la de transportar el analito a través de una columna capilar, ésta se encuentra dentro de un horno que tiene programada la temperatura de acuerdo al método utilizado.

Dependiendo de la afinidad que tenga el analito con la fase estacionaria se llevará a cabo la separación; si los componentes del analito son retenidos por esta fase ocasionará una movilización lenta en la fase móvil mientras que los débilmente detenidos lo harán rápidamente.

## **A.3 Cromatografía Líquida de Alto Desempeño.**

La cromatografía de líquidos es importante porque la mayoría de los compuestos son poco volátiles (es decir, tienen un alto peso molecular o iones metálico) para que se les pueda aplicar la CG. La cromatografía de líquidos utiliza una presión elevada para forzar el disolvente a que pase por una columna que contiene partículas muy finas de sílice o de otro material, consiguiendo separaciones de gran resolución.

Generalmente los equipos usados para esta técnica constan de un sistema de suministro de disolventes, una válvula de inyección de muestra, una



columna de alta presión, un detector; para controlar el equipo y una computadora que ayudará a ver los resultados de dicho análisis.

En este tipo de cromatográficos se utilizan columnas generalmente de acero inoxidable o plástico de pequeño diámetro interior (2-3 mm) y de unos 20- 30cm de longitud.

La fase móvil en este sistema es la combinación de solventes. Dependiendo de las interacciones químicas entre la muestra, la fase móvil y el relleno de la columna, se determinará el grado de migración y separación de los compuestos contenidos en la muestra.

Existen varios tipos de cromatografías: adsorción, fase normal, fase inversa; la más usada es la cromatografía de fase inversa ya que se caracteriza porque la fase estacionaria es no polar o débilmente polar y el disolvente es más polar ya que un disolvente menos polar tienen mayor fuerza eluyente.

Existen dos tipos de elución: isocrática y de gradiente; la elución isocrática utiliza un único disolvente (o una mezcla de disolventes de composición fija); en la elución de gradiente, se van añadiendo cantidades crecientes del disolvente B al disolvente A.

Dependiendo de la afinidad de los compuestos del analito, se irán separando en la columna, a tiempos de retención más bajos se registrarán los compuestos menos polares mientras que si los compuestos del analito son polares saldrán a tiempos de retención altos.

#### **A.4 Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear (RMN).**

Esta técnica es comúnmente conocida como espectrometría RMN. Esta técnica espectroscópica puede utilizarse sólo para estudiar núcleos atómicos con un número impar de protones o neutrones (o de ambos). Esta situación se da en los átomos de  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ , y  $^{31}\text{P}$ . Este tipo de núcleos son magnéticamente activos, es decir, poseen espín, igual que los electrones, ya que los núcleos al tener carga positiva, tienen un movimiento de rotación sobre un eje que hace que se comporten como si fueran pequeños imanes.



En ausencia de campo magnético, los espines nucleares se orientan al azar. Sin embargo, cuando una muestra se coloca en un campo magnético, los núcleos con espín positivo se orientan en la misma dirección del campo, en un estado de mínima energía denominado estado de espín  $\alpha$ , mientras que los núcleos con espín negativo se orientan en dirección opuesta a la del campo magnético, en un estado de mayor energía denominado estado de espín  $\beta$ .

La diferencia de energía entre los dos estados de espín  $\alpha$  y  $\beta$ , depende de la fuerza del campo magnético aplicado  $H_0$ . Cuanto mayor sea el campo magnético, mayor diferencia energética habrá entre los dos estados de espín.

Cuando una muestra que contiene un compuesto orgánico es irradiada brevemente por un pulso intenso de radiación, los núcleos en el estado de espín son promovidos al estado de espín  $\alpha$ .

Los espectros de RMN actualmente funcionan con frecuencias entre 60 y 900 MHz, mientras mayor sea la frecuencia de operación del instrumento y el magneto mejor será la resolución del espectro de RMN.

Los principales componentes de un equipo de resonancia magnética son:

1. Un imán estable, con un controlador que produce un campo magnético preciso.
2. Un transmisor de radiofrecuencias, capaz de emitir frecuencias precisas.
3. Un detector para medir la absorción de energía de radiofrecuencia de la muestra.
4. Un ordenador y un registrador para realizar las gráficas que formarán el espectro de RMN.

Para obtener un espectro de RMN, se coloca una pequeña cantidad del compuesto orgánico disuelto en 0.5 mL de disolvente en un tubo de vidrio largo que se sitúa dentro del campo magnético del aparato. El tubo con la muestra se hace girar alrededor de su eje vertical para promediar la posición de las moléculas en el campo magnético, aumentando mucho la resolución del espectro.





Como se había explicado anteriormente se pueden obtener espectros de  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ , pero en este trabajo solo se realizó la prueba de RMN con  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  por eso se explicará a continuación:

### **Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear de $^{13}\text{C}$ .**

La resonancia magnética nuclear de  $^{13}\text{C}$  es complementaria a la de  $^1\text{H}$ . Esta última técnica se utiliza para deducir la estructura del esqueleto carbonado observando los entornos magnéticos de los átomos de hidrógeno, mientras que la Espectroscopia de RMN de  $^{13}\text{C}$  determina el entorno magnético de los átomos de carbono.

Aproximadamente el 99% de los átomos de carbono en una muestra natural son del isótopo  $^{12}\text{C}$ . Este isótopo posee un número par de protones y un número par de neutrones, por tanto, no tiene espín magnético y no puede dar lugar a señales de resonancia magnética nuclear. El isótopo de  $^{13}\text{C}$  menos abundante tiene un número impar de neutrones, lo que le confiere un espín magnético de 1/2, igual al del protón.

La Espectroscopia de resonancia magnética nuclear de  $^{13}\text{C}$  es menos sensible que la de  $^1\text{H}$  debido a que sólo el 1% de los átomos de carbono posee espín y a que, además, la frecuencia de resonancia del  $^{13}\text{C}$ , para un campo magnético dado, es la cuarta parte de la que se da en la RMN de  $^1\text{H}$ .

Los desplazamientos químicos del carbono son de 15 a 20 veces mayores que los del hidrógeno debido a que el carbono está directamente unido a los átomos que resultan ser bien apantallantes o desapantallantes. Además, las señales en el espectro de  $^{13}\text{C}$  son líneas verticales, es decir, no hay desdoblamientos de espín-espín. Esto se debe a que sólo el 1% de los átomos de carbono entran en resonancia, y por tanto, existe una probabilidad muy pequeña de que un núcleo de  $^{13}\text{C}$  esté adyacente a otro núcleo de  $^{13}\text{C}$ .

En general, la Espectroscopia de RMN ayuda a identificar la estructura de la molécula en base a los carbonos e hidrógenos.



## ANEXO B

### Determinación del número de ácido

En base a la Norma ASTM D-4662-98

#### PROCEDIMIENTO

1. Preparar una disolución de alcohol etílico desnaturalizado y acetona en relación 1:1 a la cual se le llamará solvente para acidez.
2. Preparar una disolución, disolviendo un gramo de fenolftaleína en 100 mL de alcohol etílico desnaturalizado a la que se le llamará fenolftaleína en solución alcohólica.
3. Preparar una solución 1 N de NaOH para ello en un matraz balón aforado de 100 mL pesar 4.3 a 4.5 g de NaOH (lentejas grado reactivo), agregar 500 mL de agua destilada previamente hervida y fría, agitar vigorosamente la disolución y seguir agregando agua destilada hasta aforar a 1 L.

Esta solución tendrá que ser valorada para ello, se realiza lo siguiente:

- 3.1. En un matraz Erlenmeyer pesar 0.5 g de biftalato de potasio previamente seco, (introducirlo a la estufa a una temperatura de 150 °C durante 2 h), agregar 50 mL de agua destilada y titular con la solución de NaOH preparada en el punto 3 y se calculará la normalidad de la solución con base a la ecuación siguiente:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{W_{\text{biftalato}}}{(V_{\text{NaOH}})(0.20423)} \quad \text{Ec. (1)}$$

4. En un matraz Erlenmeyer de 250 mL pesar la cantidad necesaria de muestra (Nota 1). Agregar 50 mL del solvente para acidez y 0.5 mL del indicador de fenolftaleína.



Nota 1

Acidez	Peso (g)
Mayor de 7	4-5
Menor de 4	8-10
Menor de 2	10-15

5. Agregar 50 mL de solvente para acidez y 0.5 mL de fenoftaleína en solución alcohólica en un matraz Erlenmeyer y titular con la solución de NaOH 0.1 la muestra que será el blanco.
6. Titular con la solución de NaOH 0.1 N hasta que aparezca un color rosa y que permanezca por 20 s.
7. Para obtener el número de ácido, se sustituyen los valores en la ecuación siguiente:

$$\text{Número de ácido} = \frac{(A - B) * N * 56.1}{W}$$

Donde:

A = mL de solución de NaOH 0.1N requeridos para la muestra.

B = mL de solución de NaOH 0.1N requeridos para el blanco.

N = Normalidad de la solución de NaOH 0.1N calculada con la ecuación 1.

W = g de muestra usados.



## ANEXO C

### *Pruebas de solubilidad*

Las sustancias químicas puras se caracterizan por ciertas constantes físicas (punto de fusión, punto de ebullición, densidad, etc) que permiten evaluar la pureza de dicha sustancia. La recristalización es uno de los mejores métodos físicos para purificar compuestos sólidos a temperatura ambiente.

La recristalización es la purificación de un compuesto sólido que contiene impurezas que no permiten un orden en su red cristalina.

Un compuesto sólido puede recristalizarse a partir de una solución saturada y caliente, en un disolvente en el que a temperatura ambiente es poco o medianamente soluble. Este medio de purificación se basa en el hecho de que el exceso de soluto forma núcleos cristalinos que crecen al enfriarse la solución, dejando la mayor parte de sus impurezas en el disolvente.

Para que un disolvente se considere adecuado para la recristalización, debe cumplir lo siguiente:

- a) Que el compuesto por cristalizar sea poco soluble en él a bajas temperaturas pero muy soluble a temperatura elevada.
- b) Que no reaccione con el soluto.
- c) Que sea lo suficientemente volátil para que resulte fácil eliminarlo de los cristales filtrados.
- d) Que las impurezas sean mucho más solubles en frío que el soluto para que no lo recontaminen.

En ocasiones, ocurre que no existe un solo disolvente ideal para un compuesto sólido que se desea recristalizar, en tales casos debe recurrirse a los sistemas llamados par de disolventes para realizar una recristalización.



Para la elección del par de disolventes se basa principalmente en lo siguiente:

- e) Los dos disolventes deben ser solubles entre sí.
- f) Uno de los disolventes debe tener poca afinidad por el sólido a cristalizar.
- g) Los puntos de ebullición de los dos disolventes deben ser relativamente cercanos.

## Metodología

Esta técnica se realizó para purificar los AGAS, por lo tanto se realizó una prueba de solubilidad con distintos disolventes orgánicos, el método se describe en el apartado y aquí solo se mostrarán los resultados obtenidos de la solubilidad de los AG con distintos disolventes para poder encontrar los disolventes adecuados para realizar la cristalización, los resultados se muestran en la tabla 20.

Tabla 20: Pruebas de solubilidad de los AGAS							
Disolventes	Hexano	Cloroformo	Acetato de etilo	Etanol	Metanol	Acetona	Agua destilada
Solubilidad en frío	Poca	Media	Soluble	Baja	Soluble	Media	Insoluble
Solubilidad en caliente	Soluble	Soluble	Soluble	Soluble	Soluble	Soluble	insoluble
Formación de cristales	Poca	No	No	Baja	Si	Media	No

Como se observa en la tabla 20, los disolventes que pueden ser considerados como disolventes ideales son el metanol, la acetona y el etanol ya que sus puntos de ebullición están cercanos (diferiendo en algunos °C), no reaccionan con el compuesto, forman cristales en baño de hielo, además de que disuelven en gran cantidad los AGAS cuando están calientes.

Pero como estos compuestos solubilizan los AGAS en frío se decidió escoger el agua destilada ya que a temperatura ambiente no disuelve a los AGAS.

Las pruebas de solubilidad se muestran, en la figura A1.



**Fig. A1. Pruebas de solubilidad de AGAS en diferentes disolventes.**

## Conclusión

La acetona y el metanol cumplen con la mayoría de las características que debe tener el disolvente ideal pero al disolver a los AGAS a temperatura ambiente se decide utilizar agua ya que no los disuelve, otros disolventes ocasionaron lo mismo pero se decidió usar el agua ya que es más barato utilizar agua destilada que otro disolvente.



## ANEXO D

### Cálculos realizados en las reacciones

*Reacción de aminólisis de EMAS.*

*Determinación del peso molecular de EMAS.*

La determinación del peso molecular promedio de los ésteres metílicos de soya, se realizó mediante la siguiente ecuación:

$$M_{EMAS} = \sum_{i=1}^c X(\%)_{EMAS} M_{EMAS}$$

Donde:

$X(\%)_{EMAS}$ : es el porcentaje de EMAS presentes en la mezcla.

$M_{EMAS}$ : es el peso molecular de los EMAS.

Se toma el promedio de los EMAS ya que se tiene una mezcla de ellos, el peso molecular de cada éster se determinó partiendo de los AG presentes en el aceite de soya, por lo tanto, el peso molecular del EMAS es 290.4 g/mol.

*Cantidad de DMAPA requerida para la reacción de aminólisis de EMAS.*

La cantidad de DMAPA se obtuvo por un cálculo estequiométrico, en las tres primeras reacciones se tuvo un exceso de DMAPA del 1.15 pero cambiando al reactor PARR fue de 1.1 como se muestra a continuación:

$$m_{EMAS} \left( \frac{1 \text{ mol}_{EMAS}}{290.4 \text{ g}} \right) \left( \frac{1.15 \text{ mol}_{DMAPA}}{1 \text{ mol}_{EMAS}} \right) \left( \frac{102 \text{ g}_{DMAPA}}{1 \text{ mol}_{DMAPA}} \right) = m_{DMAPA}$$



*Reacción de hidrólisis ácida del AS.*

Para realizar estos cálculos, primero se calculó el peso molecular del aceite de soya que es de 871.58 g/mol para ello se necesita saber primero el peso molecular promedio de los AGAS que resultó de 277.83 g/mol, el peso molecular del glicerol (92.093 g/mol) y el peso molecular del agua (18 g/mol), mediante la ecuación siguiente:

$$m_{AS} = M_{glicerol} + 3M_{AGAS} - 3M_{H_2O}$$

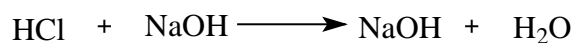
*Reacción de aminólisis de AGAS.*

La cantidad de DMAPA para la reacción de aminólisis se obtuvo por un cálculo estequiométrico, mostrado a continuación:

$$m_{AGAS} \left( \frac{1 \text{ mol}_{AGAS}}{277.83 \text{ g}_{AGAS}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol}_{DMAPA}}{1 \text{ mol}_{AGAS}} \right) \left( \frac{102 \text{ g}_{DMAPA}}{1 \text{ mol}_{DMAPA}} \right) = m_{DMAPA}$$

*Neutralización de la amidoamina.*

La cantidad de solución de NaOH al 20 % se calcula estequiométricamente, se parte de la siguiente reacción:



La concentración del HCl es 35.63 % en peso.

Calculando la cantidad de HCl puro en la disolución (mezcla de HCl y agua):

$$6 \text{ g}_{dis_{HCl}} \left( \frac{35.63 \text{ g}_{HCl}}{100 \text{ g}_{dis_{HCl}}} \right) = m_{HCl}$$





Se prosigue a calcular la cantidad de NaOH (sólido) para neutralizar esa cantidad de HCl:

$$m_{HCl} \left( \frac{1 \text{ mol}_{HCl}}{36.453 \text{ g}_{HCl}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol}_{NaOH}}{1 \text{ mol}_{HCl}} \right) \left( \frac{40 \text{ g}_{NaOH}}{1 \text{ mol}_{NaOH}} \right) = m_{NaOH}$$

Si se tiene una disolución de NaOH al 20 %, se calcula la cantidad de solución necesaria para neutralizar la cantidad de HCl ( $m_{HCl}$ ):

$$m_{NaOH} \left( \frac{100 \text{ mL}_{Sol NaOH}}{20 \text{ g}_{NaOH}} \right) = \text{mL de solución al } 20\%_{NaOH}$$

#### *Carboxialquilación de amidoamina.*

Teniendo la amidoamina neutralizada, se procede a calcular la cantidad de AcM y NaOH necesarios para que reaccione con la cantidad de amidoamina.

Primero se determinó el peso molecular promedio de las amidas, como existen diferentes tipos de ácidos grasos también existe una mezcla de amidas, el peso promedio de las amidas es 337.365 g/mol.

$$m_{AMIDAS} \left( \frac{1 \text{ mol}_{AMIDAS}}{361.75 \text{ g/mol}_{AMIDAS}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol}_{AcM}}{1 \text{ mol}_{AMIDAS}} \right) \left( \frac{94.5 \text{ g}_{AcM}}{1 \text{ mol}_{AcM}} \right) = m_{AcM}$$

Cálculo de NaOH necesario para neutralizar el AcM:

$$m_{AcM} \left( \frac{1 \text{ mol}_{AcM}}{94.5 \text{ g}_{AcM}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol}_{NaOH}}{1 \text{ mol}_{AcM}} \right) \left( \frac{40 \text{ g}_{NaOH}}{1 \text{ mol}_{NaOH}} \right) = m_{NaOH}$$



Las cantidades de AcM y NaOH se dividirán en tres lotes.

De acuerdo al programa, la betaína debe estar al 30% y el 70% de agua, para ello primero se realizó el cálculo para tener un 40% de sólidos (betaína), se parte haciendo la suposición que la cantidad de amidoamina es el 100% de sólidos, para tener el 40% de sólidos se calcula la cantidad de agua para agregarle, que será el 60% de la solución:

$$m_{AMIDA} \left( \frac{60 \%_{H_2O}}{40 \%} \right) = m_{H_2O}$$

Teniendo la cantidad de agua que se le agregará a la solución para tener una concentración del 40 % en sólidos, se procede a sumar la cantidad de sólidos y agua agregados para calcular la concentración de sólidos en la disolución:

$$Cantidad_{sólidos\ dis} = m_{AMIDA} + m_{AcM} + m_{NaOH}$$

$$Cantidad (g)_{H_2O} = m_{H_2O} + m_{disolver\ NaOH_{H_2O}}$$

Teniendo el porcentaje de sólidos en la disolución, se procede a ajustar para tener un 30% en sólidos en la disolución.



## Anexo E

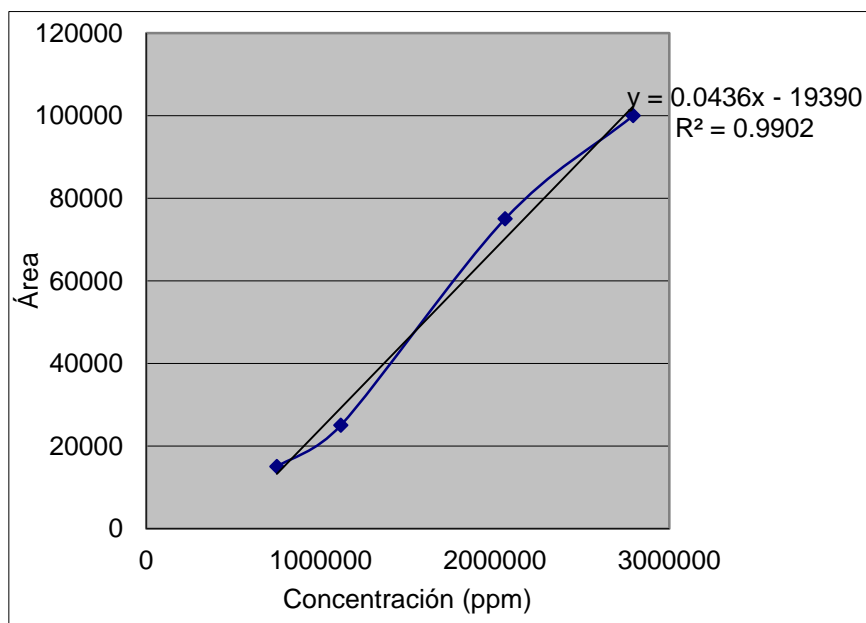
### Curvas de calibración en HPLC

Para determinar la concentración de soyamida propil betaína presente en el producto final, se hizo una curva de calibración usando como estándar la coco amido propil betaína.

Para ello se prepararon soluciones a determinadas concentraciones, mostradas en la tabla 21.

Tabla 21: Curva de calibración	
Concentración (ppm)	Área
100000	2792435
75000	2058056
25000	11157000
15000	748885

Mediante la tabla anterior se obtuvo la grafica mostrada en la figura A2:



**Fig. A2. Curva de calibración para la soyamida propil betaína.**



Estos datos se determinaron a una longitud de 252.4 nm con una relación metanol: acetonitrilo 30:70 a un tiempo de 7 min.

## Anexo F

### Hojas de seguridad de reactivos y operación de reactor PARR

#### DIMETILAMINOPROPILAMINA (N, N-dimetil-1, 3-propanodiamina, )

También conocido como "DMAPA", es un compuesto líquido incoloro que posee dos nitrógenos en la misma molécula por esto mismo se trata de una diamina, en la figura A3 se muestra su fórmula química:

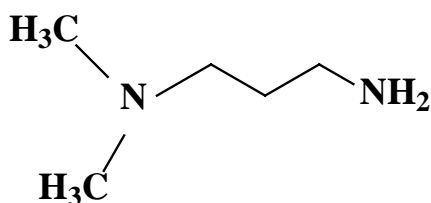


Fig A3: Fórmula química de la DMAPA.

Datos generales de DMAPA.

A. NOMBRE COMERCIAL	3 - aminopropildimetilamina
B. NOMBRE QUÍMICO	N, N-dimetil-1, 3-propanodiamina
C. FAMILIA QUÍMICA	Diaminas
D. SINÓNIMOS	3-(Dimetilamino)propilamina, 1-amino-3-dimetilaminopropano, N,N-dimetilpropilendiamina
E. FÓRMULA	$(\text{CH}_3)_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$



En la tabla 22 se muestran las propiedades de la DMAPA al 99% de pureza.

Tabla 22. Propiedades físico-químicas de DMAPA.	
Apariencia	Líquido
Color	Transparente-amarillo
Olor	Amoniaco
Punto de ebullición (°C)	135 (1 atm)
Temperatura de fusión (°C)	-61 a -63
Solubilidad	Agua, hexano, acetonitrilo, benceno, heptano
% de volatilidad	No disponible
Flash point (°C)	32 (método copa cerrada de Pesnsky Marten)
Gravedad específica (@ 20 °C)	0.818
Densidad de vapor (aire =1)	3.15
Peso molecular (g/mol)	102.2
Presión de vapor @ 30 °C (kPa)	1.33

### **Obtención.**

La DMAPA se produce en dos etapas a partir de acrilonitrilo y dimetilamina. En la primera etapa, la reacción de los materiales antes mencionados produce dimetilaminopropionitrilo, la segunda etapa consta de la hidrogenación de este compuesto para dar como resultado la DMAPA y pasar por un proceso de destilación para retirar residuos de aminas primarias y terciarias.

### **Aplicaciones.**

Es utilizada en la preparación de algunos surfactantes, como cocamidopropilbetaína que es un ingrediente usado en muchos productos para el cuidado personal como jabones, shampoos y cosméticos.



También tiene aplicaciones en el tratamiento del cuero, industrias del papel y caucho además de ser un producto intermediario en la fabricación de suavizantes para la ropa, polímeros, productos agroquímicos, agentes floculantes y jabones líquidos.

A continuación en la tabla 23, se muestran los peligros que existen al usar la DMAPA.

Tabla 23. Peligros al usar DMAPA.			
Tipos de peligro/exposición	Peligros/síntomas agudos	Prevención	Primeros auxilios
Incendio	Inflamable. En caso de incendios se desprenden gases tóxicos	Evitar las llamas, no producir chispas y no fumar.	Polvo, espuma resistente al alcohol, agua pulverizada, CO <sub>2</sub> .
Explosión	Por encima de 35 °C pueden formarse mezclas explosivas vapor/aire.	Por encima de 35°C usar un sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosión.	En caso de incendio: mantener fríos los recipientes de almacenamiento rociándolas con agua.
Exposición		Evitar el contacto	
Inhalación	Sensación de quemazón, tos.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, guardar reposo y proporcionar asistencia médica.
Piel	Dolor, formación de ampollas.	Guantes protectores y traje de protección.	Quitar inmediatamente la ropa contaminada y lavar la piel.



Tabla 23. Peligros al usar DMAPA (continuación).

Ojos	Dolor, visión borrosa, quemaduras nasales.	Pantalla facial o protección ocular combinada con protección respiratoria.	Enjuagar con abundante agua y proporcionar asistencia médica.
Ingestión	Calambres abdominales, sensación de quemazón, shock o colapso.	No comer, no beber, ni fumar durante su uso.	Enjuagar con agua la boca, No provocar el vómito y proporcionar asistencia médica.

#### **Almacenamiento y Precauciones.**

Separar esta sustancia de oxidantes fuertes, ácidos fuertes y alimentos.

Mantenerse en lugares secos y con buena ventilación.

#### **Derrames y fugas.**

En caso de derrames o fugas de DMAPA ventilar la zona. Recoger en la medida de lo posible en recipientes herméticos y limpiar con agua contando con el equipo personal.



## ÁCIDO MONOCLOROACÉTICO

El ácido monocloroacético es un sólido cristalino de olor penetrante; posee dos centros reactivos, por lo que puede ser ocupado para diversas reacciones químicas como intermediario de síntesis, a continuación se muestra la fórmula química, en la figura A.4.

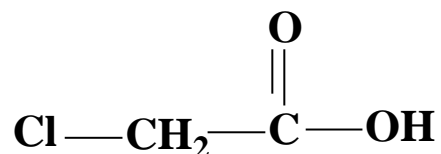


Figura A.4: Fórmula química del Ácido Monocloroacético.

Datos generales de la sustancia química.

F. NOMBRE COMERCIAL	Ácido monocloroacético	
G. NOMBRE QUÍMICO	Ácido monocloroacético	
H. FAMILIA QUÍMICA	Ácidos carboxílicos	
I. SINÓNIMOS	Ácido cloroacético, Ácido alfa cloroacético, Ácido cloroetanoico	
J. FÓRMULA	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> ClO <sub>2</sub>	
K. CLASIFICACIÓN DEL GRADO DEL RIESGO	Salud	3
	Inflamabilidad	1
	Reactividad	0
	Riesgo especial	Ninguno





Datos de reactividad.

SUSTANCIA QUÍMICA PELIGROSA	Estable
CONDICIONES A EVITAR	Altas temperaturas. Estable bajo condiciones de uso y almacenamiento.
INCOMPATIBILIDAD CON SUSTANCIAS	Bases fuertes, agentes fuertemente oxidantes y la humedad en metales.
GASES DE LA COMBUSTIÓN NOCIVOS PARA LA SALUD	Ácido clorhídrico, fosgeno y monóxido de carbono.
SUSTANCIA QUÍMICA CONSIDERADA	Mutagénica

Riesgos de fuego o explosión.

Agentes extinguidores recomendados:

- Niebla de agua.
- Polvo químico seco.
- Dióxido de carbono.

Equipo de protección personal:

- Overol de manga larga.
- Botas de hule.
- Guantes de hule resistentes a químicos.
- Mascarilla con cartuchos para vapores ácidos.
- Lentes de seguridad.
- Traje antiácido.

Este ácido es conocido también como Cloroacético y Ácido Cloroetanoico, es soluble en agua, acetona, éter, benceno y metanol.



En la tabla 24 se muestran las propiedades del AcM.

Tabla 24. Propiedades físico-químicas del AcM	
Apariencia	Sólido cristalino
Color	Blanco
Olor	Penetrante
Punto de ebullición (°C)	188.8 (1 atm)
Temperatura de fusión (°C)	61-63
Solubilidad	Agua, alcohol, éter, cloroformo y bisulfuro de carbono.
% de volatilidad	No disponible
Punto de flama (°C)	126 (método copa cerrada de Pesnsky Marten)
Gravedad específica del sólido(@ 20 °C)	1.1
Densidad de vapor (aire =1)	3.26
Peso molecular (g/mol)	94.5
Presión de vapor @ 73 °C (atm)	0.00135
Punto de congelación (°C)	60 min

Aplicaciones.

- La reactividad del átomo de cloro del AcM, ha abierto un gran número de aplicaciones para este producto, como intermediario en la preparación de gran variedad de compuestos.
- En la industria de colorantes funge como materia prima para la síntesis de índigo y de otros colorantes similares.
- En la industria cosmética, es útil para la obtención de curamina, partiendo del cianoacetato de sodio, que se obtiene al hacer reaccionar monocloroacetato de sodio con cianuro sódico, la hidrólisis y posterior esterificación, produce malonato dietílico, que es utilizado en la industria farmacéutica en medicamentos como la piridoxina (Vitamina V2), tratado con amoníaco.



- El AcM con amoníaco produce glicina.
- Empleado para la producción del ácido mercaptoacético (tioglicólico), cuya sal amónica es utilizada para la ondulación permanente del cabello en frío, y en fotografía.

Almacenamiento.

Mantenerse en lugares techados, secos y ventilados.

Precauciones

Durante su manejo, utilice guantes, lentes de seguridad, bata, zapatos de seguridad ya que es irritante a la piel, cornea y tracto respiratorio.

En caso de contacto, lave con agua durante 15 minutos y obtenga atención médica.

Emergencias y primeros auxilios.

1. Contacto con los ojos. Inmediatamente lavar abundantemente con agua por un lapso de 15 minutos, levantar ocasionalmente los párpados, no intentar neutralizar el AcM antes de lavarse con agua. Solicitar atención médica.
2. Contacto con la piel. Lavar la piel con agua en abundancia por un lapso de 15 min hasta asegurarse que el AcM ha sido totalmente removido, quitar la ropa y calzado contaminado, neutralizar la piel con una solución de  $\text{NaHCO}_3$  al 5%. Solicitar atención médica.
3. Ingestión. Neutralice con leche de magnesia ( $\text{Mg(OH)}_2$ ) e induzca el vómito; dar grandes cantidades de agua pero no administrarla si la persona esta inconsciente. Solicitar atención médica.
4. Inhalación. Mover a la persona a un lugar con ventilación. Administrar respiración artificial si la respiración se ha detenido. Si se dificulta la respiración, dar oxígeno. Solicitar atención médica.



## OPERACIÓN DEL REACTOR PARR.

En el apartado No. 3 (Desarrollo Experimental) se mencionó la operación del reactor Parr, a continuación se dirán las medidas de seguridad que se deben considerar para evitar accidentes.

- a) Una vez que se haya cargado el reactor con los respectivos reactivos, se debe colocar sobre el recipiente una tapa, la cual se encuentra unida a un manómetro y un agitador, posteriormente deben colocarse los seguros que son 8 tornillos. para asegurar que no haya fuga en el reactor y que al aumentar la temperatura se dispare la tapa unida al cuerpo del reactor. Posteriormente, se debe verificar si no hay fugas en otra parte del reactor, para ello se puede inyectar  $N_2$ .
- b) Si se trabaja a temperaturas altas (mayores a  $150^{\circ}C$ ), revisar constantemente la presión del reactor registrada en el manómetro, ya que si no es así aumenta la presión en el interior del sistema, por eso el reactor debe contar con un disco de ruptura que está colocado en la tapa del reactor que ayudará a liberar la presión dentro del reactor, ya que la presión máxima de operación de dicho reactor es de 207 bares, lo que resultaría muy peligroso si se sobrepasara esta presión.
- c) Cuando se coloque este disco se debe comprobar que se haya colocado bien, una manera de comprobarlo es presurizar un poco el reactor con  $N_2$ .