



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**EVALUACIÓN DEL FACTOR DE ACEPTABILIDAD AMBIENTAL EN  
EXPERIMENTOS DE QUÍMICA ORGÁNICA**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
QUÍMICA**

**PRESENTA**

**NADYA IVETTE BIRRICHAGA BONILLA**



**MÉXICO, D.F.**

**AÑO 2014**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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: IRMA CRUZ GAVILÁN GARCÍA**

**VOCAL: Profesor: NOE ZUÑIGA VILLARREAL**

**SECRETARIO: Profesor: MARISELA BERNAL GONZALEZ**

**1er. SUPLENTE: Profesor: MARIA KENIA ZAMORA ROSETE**

**2° SUPLENTE: Profesor: ELISA FABILA MONTOYA**

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

**EDIFICIO A, LABORATORIO ANEXO 2D-ANEXO, FACULTAD DE QUÍMICA, UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.**

**ASESOR DEL TEMA:**

**DRA. IRMA CRUZ GAVILÁN GARCÍA**

**SUPERVISOR TÉCNICO:**

**DR. JOSE GUSTAVO ÁVILA ZARRAGA**

**SUSTENTANTE:**

**NADYA IVETTE BIRRICHAGA BONILLA**

## ÍNDICE

INTRODUCCIÓN .....	5
OBJETIVO .....	6
1. ANTECEDENTES.....	8
1.2 ¿Por qué Química "Sostenible"? .....	8
1.2 El desarrollo de la química en el siglo XX. ....	11
1.3 Hacia una química sustentable. ....	13
2. EVALUACIÓN AMBIENTAL DE UNA REACCIÓN QUÍMICA .....	18
2.1 Factor de aceptabilidad ambiental.....	18
2.2 Economía atómica .....	20
3. ESTUDIOS DE CASOS INSTRUCTIVOS DEL CÁLCULO DEL FACTOR DE ACEPTABILIDAD AMBIENTAL.....	30
3.1. Caso de síntesis de benzodiazepina .....	31
3.2 Medidas de lo verde que es un disolvente .....	34
4. METODOLOGÍA.....	41
4.1 SELECCIÓN DE EXPERIMENTOS .....	41
4.1.1 Obtención de ácido fumárico.....	43
4.1.2 Obtención de furfural.....	45
4.1.3 Obtención de propionato de etilo.....	47
4.1.4 Obtención de ftalocianina de cobre .....	48
4.2 PROPUESTA DE PROTOCOLO EXPERIMENTAL.....	49
5. PROPUESTAS DE PROTOCOLOS EXPERIMENTALES.....	53
<i>Isomería Geométrica</i> .....	53
<i>Isomería Geométrica (Alternativa I)</i> .....	70

<i>Isomería Geométrica (Alternativa II)</i> .....	84
<i>Obtención de propionato de etilo</i> .....	98
<i>Síntesis de furfural</i> .....	111
<i>Obtención de ftalocianina de cobre</i> .....	127
CONCLUSIONES .....	143
GLOSARIO.....	146
BIBLIOGRAFÍA .....	150

## **INTRODUCCIÓN**

Actualmente, el estudio de la Química Orgánica no puede quedar exento de abordar los aspectos asociados al cuidado del ambiente (Mansilla et al., 2014; Ávila et al., 2011). El estudiante de la carrera de Química considera la Química Orgánica como una parte de la Química necesaria para el desarrollo de la sociedad actual, sin embargo debe entender que la nueva misión de la Química Orgánica es estar comprometida con el medio ambiente y ser capaz de compatibilizar el desarrollo económico e industrial con el desarrollo sostenible (Reyes, 2012; Vucentich y Nelson, 2010;) )

Es imprescindible un cambio de enfoque de la enseñanza de la Química Orgánica (Ávila et al., 2010), sustituyendo el viejo objetivo que por muchos años se centró en sintetizar compuestos con rendimientos y purezas elevadas a partir de las materias primas disponibles, por la nueva visión de formar químicos que trabajen en el desarrollo de procesos y materiales sustentables, fomentando con esto una conciencia ambiental que los encamine a ser profesionales y ciudadanos con un alto grado de responsabilidad en este aspecto (Nudelman, 2004; Garritz y Urzúa, 2008).

Este estudio propone el desarrollo e implementación de experimentos que exploren conceptos de química orgánica desde la perspectiva de sustentabilidad de las materias primas como de los requerimientos de energía, a través de guiones de enseñanza experimental que permitan al docente que los utilice guiar al estudiante para que por su propio pie vaya en busca de la solución al problema planteado, cumpliendo con esto los objetivos de la enseñanza experimental. Se presenta la propuesta de protocolos con enfoque sustentable de:

1. Síntesis de ácido fumárico por la ruta tradicional
2. Síntesis de ácido fumárico por la ruta alternativa I
3. Síntesis de ácido fumárico por la ruta alternativa II
4. Síntesis de propionato de etilo
5. Síntesis de furfural
6. Síntesis de ftalocianina de cobre

## **OBJETIVO**

El objetivo general de este trabajo es efectuar y analizar diferentes opciones de rutas sintéticas desde un nuevo enfoque, que permita al estudiante juzgar la idoneidad de cada ruta, usando como modelo la obtención de ácido fumárico.

Así mismo, pretendemos que el alumno al desarrollar su trabajo experimental dé respuesta a las siguientes interrogantes ¿qué grado de toxicidad tienen las materias primas?, ¿el experimento genera subproductos tóxicos que pueden evitarse?, ¿qué cantidad de residuos se generan? y ¿la reacción mantiene eficiencia tanto de masa como energética? ¿Ante diferentes opciones para obtener el mismo producto, ¿qué criterio tomar en cuenta para seleccionar la más idónea?

# Capítulo 1

## 1. ANTECEDENTES

La Química en particular, tiene una estructura compleja, aunada a la dificultad intrínseca que implica un lenguaje y simbología propios. Las nuevas generaciones se ven expuestas a mucha información (y con frecuencia información deformada) sobre cambio climático, problemas ecológicos, ambientales, etc., y es fundamental conocer los factores que realmente lo afectan, en qué medida, cuáles son los límites de tolerancia, o qué precios se deben pagar frenando el desarrollo en pro de una supuesta defensa a ultranza del ambiente. Lo realmente cierto es que el conocimiento es la única herramienta que nos permitirá distinguir la información veraz de la "sesgada", recabar datos significativos y evaluar críticamente la verdadera influencia de todos los factores involucrados.

### 1.2 ¿Por qué Química "Sostenible"? ....

Hoy en día, términos como sustentable, sustentabilidad, y desarrollo sostenible forman parte del lenguaje presente en todo tipo de discurso, desde el político hasta el académico, como formas de referirse, a veces indistintamente, al crecimiento económico y una concepción de desarrollo ligada al equilibrio del ecosistema. Así, resulta indispensable el definirlos con objeto de abordar esta discusión.

- Hace más de tres décadas, los académicos franceses Lebrel (1959) y Perroux (1963) plantearon que "sólo se puede hablar de desarrollo si se satisfacen las necesidades fundamentales de la sociedad, incluyendo la educación, necesidades culturales, espirituales, etc." Es decir, un desarrollo que comprenda al hombre en todas sus dimensiones.

- "Desarrollo sostenible" se definió en el Informe Brundtland (Comisión Mundial para el Ambiente y Desarrollo de las Naciones Unidas, 1987)

como “el desarrollo que satisface las necesidades de la generación presente sin comprometer la capacidad de las generaciones futuras, para satisfacer sus necesidades”.

Esta definición de desarrollo sustentable deja claro que el crecimiento económico, el uso racional de los recursos naturales y el medio ambiente están íntimamente vinculados.

- La UNESCO (1987), con objeto de alcanzar ese desarrollo sostenible, planteó, en consecuencia con lo anterior, tres objetivos principales para la educación ambiental:

1) Fomentar el conocimiento de la interdependencia entre los elementos económicos, sociales, políticos y ecológicos para estimular una actitud de compromiso;

2) Proporcionar a cada persona oportunidades de adquirir el conocimiento, los valores, las actitudes, la responsabilidad y las herramientas necesarias para proteger y mejorar el medio natural;

3) Crear nuevos modelos de comportamiento de los individuos, los grupos y la sociedad en su conjunto, hacia el medio ambiente.

En la “Estrategia por el futuro de la vida”, se habló de sustentabilidad como: “mejorar la calidad de la vida humana, sin rebasar la capacidad de carga de los ecosistemas que lo sustentan” (ONU, 1992).

En La Carta de la Tierra (UNESCO, 2000), se aspira a un mundo sostenible, como condición previa para hacer realidad los derechos humanos y las libertades fundamentales, para las generaciones presentes y futuras, con respeto a la tierra.

- La ONU ha declarado al periodo 2005-2014 LA DÉCADA DE LA EDUCACIÓN POR EL DESARROLLO SOSTENIBLE (ONU, 2002) La

trascendencia del papel de la educación en el logro de la sostenibilidad planetaria queda absolutamente clara con esta nueva acción. No hay posibilidad de lograrla, si no hay un cambio educativo. (Vilches, et al/ 2010)

Es muy frecuente, que el ciudadano común considere a la Química (o mejor aún a los productos químicos) como responsable de gran parte del deterioro ambiental asociado al desarrollo tecnológico. Esto no deja de tener cierto grado de verdad, ya que el hombre ha producido masivamente sustancias muy distintas a las naturales, para las cuales la naturaleza no ha tenido tiempo de desarrollar estrategias eficientes de depuración.

Cabe mencionar por ejemplo el desarrollo de plásticos de diversos tipos, nuevos materiales conductores y cerámicos, y numerosos compuestos químicos, en especial los halogenados (por ej. los freones, los bifenilospoliclorados (PCB), muchos plaguicidas (ej. DDT), etc). Asimismo, las actividades industriales y, en particular las industria químicas; contribuido a la contaminación del aire, agua y suelo.

Por otro lado, en el siglo pasado, el uso masivo de combustibles fósiles y sus derivados, han producido efectos muy notables a nivel global. Basta mencionar como ejemplos de esto el calentamiento global del planeta y la disminución de la capa de ozono, etc. Sin embargo, es el conocimiento químico el que nos puede permitir aminorar estos efectos sin una merma apreciable en la generación de productos químicos (Collins, 2003)

Este conocimiento químico es el que nos permite optimizar los procesos industriales, buscar fuentes no contaminantes de energía y emplear distintas estrategias de descontaminación. (Catoira, 2008)

Estos son los objetivos de la Química Sustentable, de creciente desarrollo en la presente década, que está logrando metas de reemplazo de compuestos químicos y/o de procesos industriales por otros de menor grado de riesgo ambiental y que aseguren un mayor sostenimiento de la calidad de vida en nuestro planeta para el presente y para las generaciones venideras. Existen numerosos ejemplos de este tipo de estrategia: plásticos biodegradables, biocombustibles, plaguicidas más amigables, etc. Evidentemente, estos reemplazos no pueden ser hechos sin el aporte del conocimiento químico entre estructura química y reactividad.

El abordaje del "desarrollo sustentable" es pues eminentemente multidisciplinario e interpela, no solamente a los sectores científico-tecnológicos sino que también tiene dimensiones éticas, sociales y económicas que es imprescindible considerar en un tratamiento integral.

## **1.2. El desarrollo de la química en el siglo XX**

Múltiples son los beneficios que el desarrollo de las ciencias químicas ha procurado, y sigue procurando a la humanidad. Virtualmente, en cada aspecto de la vida diaria, "productos alimenticios, salud, transporte, comunicación, etc.", la química ha logrado un gran avance en la calidad de vida de la inmensa mayoría de los habitantes del planeta.

Dichos avances contribuyeron, por ejemplo, enormemente, al alargamiento de la esperanza de vida que pasó de 47 años en 1900 a 78 años en la actualidad, para poblaciones similares. El descubrimiento de los antibióticos y vitaminas, las fibras sintéticas que abarataron

enormemente la industria textil, el desarrollo de los agroquímicos, los materiales poliméricos y, otros nuevos materiales de propiedades cada vez más específicas que reemplazan productos naturales, etc. (Nudelman, 2004)

Sin embargo, la naturaleza de la química es compleja y muy variada, y así son sus efectos; en algunos casos se han observado consecuencias indeseables, algunas de ellas han constituido verdaderas catástrofes ambientales. Son bien conocidos los problemas derivados de la "lluvia ácida" y del "smog fotoquímico", generados por el desarrollo industrial.

En 1961, hubo gran alarma en Europa por una sustancia llamada talidomida utilizada entre 1958 y 1963 como sedante y calmante de las náuseas durante los tres primeros meses de embarazo, que provocó efectos teratogénicos en más de 10.000 bebés. Investigando, se descubrió que había dos talidomidas, de igual fórmula molecular pero distintas, sólo cambiaba la disposición espacial de los sustituyentes sobre un carbono. Eran enantiómeros (Fig. 1): la forma R (producía el efecto sedante buscado) y la S (producía efectos teratogénicos).

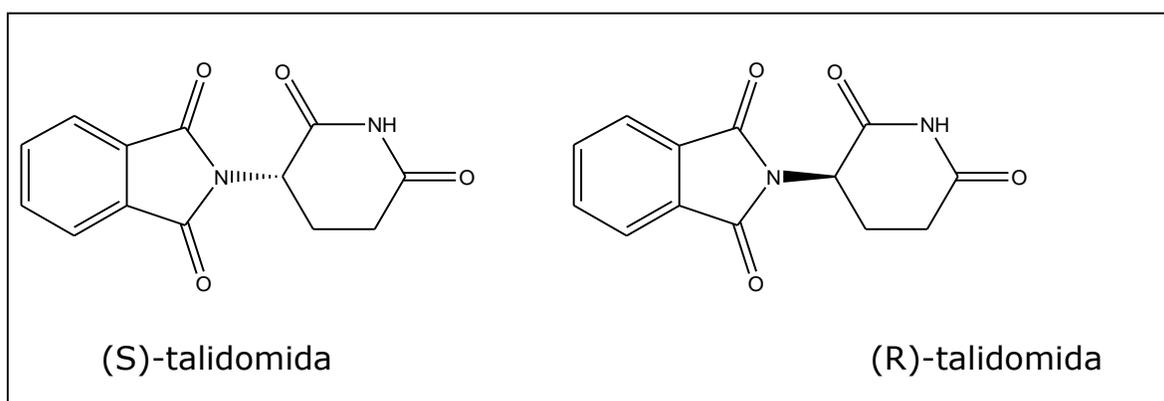


Fig. 1 Enantiómeros S y R de la talidomida

Este descubrimiento condujo a que, a partir de ese momento, se tuviese en cuenta la estereoisomería de moléculas que podrían utilizarse en tratamientos clínicos. Este hecho hizo evidente la importancia de desarrollar síntesis enantio-específicas como uno de los puntales esenciales de la Química Verde y de la Química Orgánica Sustentable (Nudelman, 2004)

### **1.3. Hacia una química sustentable**

Muchos de los peligros que se suelen asociar al "desarrollo científico y tecnológico" han puesto en el centro del debate la cuestión de la "sociedad del riesgo", según la cual, como consecuencia de dichos desarrollos científico-tecnológicos actuales, crece cada día la posibilidad de que se produzcan daños que afecten a una buena parte de la humanidad y que enfrentan a la sociedad a decisiones cada vez más arriesgadas. Sin embargo, en los líderes de opinión, tanto en los sectores de la producción, como en los académicos y gubernamentales, es cada vez más crucial el rol que juega la prevención de la salud humana y del ambiente, y muchos convenios internacionales apuntan en este sentido (Reyes, 2012)

Se ha construido así un consenso general acerca de la necesidad de dirigir los esfuerzos de la investigación e innovación hacia el logro de tecnologías favorecedoras de un desarrollo sustentable, incluyendo la búsqueda de nuevas fuentes de energía, el incremento de la eficacia en la obtención de alimentos, el uso de fuentes renovables para la producción de productos químicos, la optimización de procesos industriales, el uso de catalizadores cada vez más específicos, de biocatalizadores y de biotransformaciones, el diseño de nuevos medicamentos para la prevención de enfermedades, de procedimientos más seguros para la

prevención de catástrofes, el diseño integral de transporte de productos químicos para reducir su potencial impacto ambiental, etc.

¿Cómo se plantea la construcción de un nuevo orden de valores que permita alcanzar un desarrollo sustentable, de forma sostenida en el tiempo? El lograrlo implica ser capaces de generar, en los futuros químicos y a través de proyectos educativos ad hoc, conocimientos, disciplina, creatividad y capacidad de análisis, confrontación y propuesta. Esto implica impartir y recibir una formación educativa de calidad, plena de valores y basadas en el análisis cotidiano de la necesidad de hacer realidad una Química Sustentable.

Enseñar química basada en la sustentabilidad es un objetivo que va más allá de una asignatura más en el currículo. No se trata de reproducir técnicas, sino es una invitación al análisis sobre el tipo de tecnología que permitan innovar, este nuevo enfoque requiere de un cambio de perspectiva que sea asumido en forma responsable hacia los recursos no renovables. (Oulton y Col, 2004; Bernal, 2007)

La enseñanza de la Química Orgánica es un ejemplo claro del cambio de paradigma a lo largo de los últimos 50 años, solo basta dar un vistazo a algunos ejemplos experimentales: (Castro, 2006; Pájaro y Olivero, 2011)

**Tabla 1.1.** Ejemplos de la evolución en la síntesis química

Oxidación de alcoholes	En los 60's	En los 80's	En el 2000	En el 2010
Agente oxidante	Reactivo Jones	PCC ó PDC	Oxone	Hipoclorito de sodio
Escala de obtención	10 g	1-3 g	50-100 mg	1-3 g

Reacciones de Acoplamiento RX ó ArX	En los 60's	En los 80's	En el 2000	En el 2010
Medio de reacción	Benceno/Tolueno	THF	Líquidos iónicos	Agua
Reactivo	Na ó Li	Hg ó Mg	Pd	Pd(DPPF)Cl <sub>2</sub>

Reacciones de esterificación	En los 60's	En los 80's	En el 2000	En el 2010
Catalizador	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> conc.	APTS	Tierras diatomeas	Biocatalizadores
Fuente de energía	Mechero	Canastilla	Microondas	Temperatura ambiente

Es necesario cambiar los valores y principios, como único medio de subsanar las diferencias crecientes entre los países desarrollados y subdesarrollados, así como la sobreexplotación de los recursos naturales y las riquezas de las naciones, con objeto de hacer realidad la igualdad, la justicia, el entendimiento cultural y, por lo tanto, la paz, como condiciones indispensables para el logro de un desarrollo sustentable, de forma sostenida en el tiempo y en el planeta.

# Capítulo 2

## 2. Evaluación ambiental de una reacción química

Para poder evaluar la sustentabilidad de una síntesis orgánica es importante examinar todos sus componentes, tales como economía atómica, eficiencia de masas, consumo energético y factor de aceptabilidad ambiental.

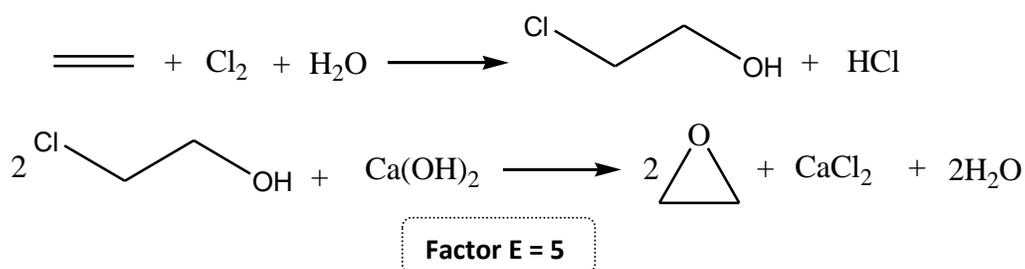
### 2.1 Factor de aceptabilidad ambiental

Prevenir la generación de residuos es el primer principio de la química verde. Los residuos pueden presentarse en muchas formas e impactan al ambiente dependiendo de su naturaleza, toxicidad, cantidad y la manera en que son liberados. Una medida simple de la masa de residuo por kilogramo de producto deseado en una reacción es el llamado factor de aceptabilidad ambiental (E) que es una herramienta para evaluar rápidamente si un proceso está optimizado. Este factor lo introdujo Roger Sheldon (1992). Ecuación 2.1 Cálculo del factor de aceptabilidad ambiental.

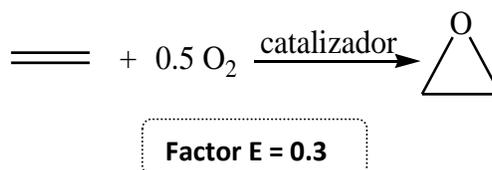
$$\text{factor de aceptabilidad ambiental (E)} = \frac{\text{masa del residuo}}{\text{masa del producto deseado}} \quad (2.1)$$

Un caso muy bien estudiado con el que es posible ilustrar cómo el factor de aceptabilidad ambiental puede variar para la misma transformación global es la síntesis del oxirano. Industrialmente el oxirano es importante en la síntesis de muchas sustancias químicas, incluyendo el etilenglicol (anticongelante), y otros glicoles, poliglicoléteres, y etanolaminas. El factor de aceptabilidad ambiental para esta síntesis en dos pasos (Esquema 2.1), mediante una la formación de una clorohidrina como

intermediario, es 5. Esto significa que por cada kilogramos de oxirano obtenido, 5 kilogramos de residuo se producen (incluyendo agua, ácido clorhídrico y cloruro de calcio (II)), los cuales claramente tienen que eliminarse. Cuando la síntesis de oxirano se modifica y se usa  $O_2$  y una superficie catalítica (Esquema 2.2), en este caso ya no se requiere  $Cl_2$  ni hidróxido de calcio, y el valor de factor de aceptabilidad ambiental se reduce a 0.3. Esto representa una reducción significativa en la cantidad de residuo que se produce.



**Esquema 2.1** Síntesis del oxirano en dos pasos



**Esquema 2.2** Síntesis del oxirano en un solo paso

El factor de aceptabilidad ambiental es una medida muy útil para que los estudiantes entiendan la problemática de la generación de residuos, lo cual impulsa al desarrollo de procesos limpios y menos dañinos en la docencia experimental y la industria química. Es importante resaltar que la limitación del factor de aceptabilidad ambiental es que no identifica la naturaleza del impacto ambiental generado por los residuos, ya que no

discrimina entre diferentes tipos de estos, es decir, no diferencia entre 1 kg de agua o 1 kg de hidróxido de sodio.

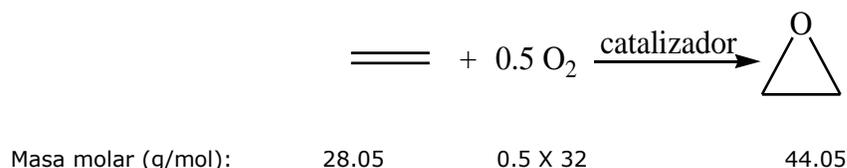
## 2.2. Economía atómica

La economía atómica (EA) es uno de los principios de la química verde más importantes y fundamentales. Este parámetro también es conocido como la eficiencia atómica, y se incorporó en 1991 por Trost. Es la medición intrínseca de la cantidad de átomos pertenecientes a las materias primas que terminan formando parte del (los) producto(s) deseados en una transformación química. Y se obtiene de la relación del peso molecular de la molécula de interés (producto) y la suma de los pesos moleculares de todos los reactivos (Ecuación 2.2). La reacción ideal integraría todos los átomos de los reactivos en el producto de interés, y el porcentaje de economía atómica tendría un valor de 100%. Si, solo la mitad de los átomos pertenecientes a los reactivos están incluidos en el producto deseado, el porcentaje de la economía atómica será 50%. Esto significa esencialmente que la mitad de los átomos de los reactivos terminaron en la formación de subproductos, y si estos subproductos no son utilizados de alguna manera deben ser considerados como residuos.

Ecuación 2.2 Cálculo de la economía atómica teórica

$$\% \text{ Economía atómica teórica} = \frac{\text{PM del producto deseado}}{\text{Suma de los PM de todos los reactivos}} \times 100 \quad (2.2)$$

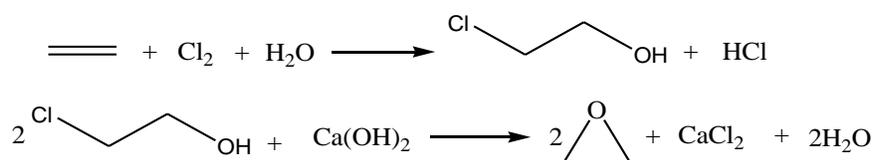
La economía atómica teórica en la síntesis del oxirano mediante la oxidación directa usando oxígeno molecular es de 100% (Esquema 2.3).



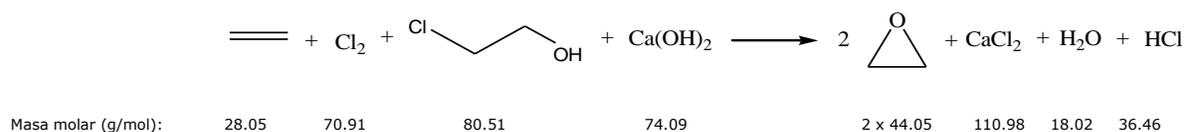
$$\% \text{Economía atómica teórica} = \frac{44.05}{44.05} \times 100 = 100\%$$

**Esquema 2.3** Cálculo de la economía atómica teórica de la síntesis en un solo paso del oxirano

Para determinar la economía atómica teórica de la síntesis vía el intermediario de clorhidrina, primero se debe escribir la reacción completa y balanceada incluyendo ambos pasos de reacción y todos los productos que se obtienen (Esquema 2.4).



Completa:



$$\% \text{Economía atómica teórica} = \frac{88.1}{253.56} \times 100 = 34.7\%$$

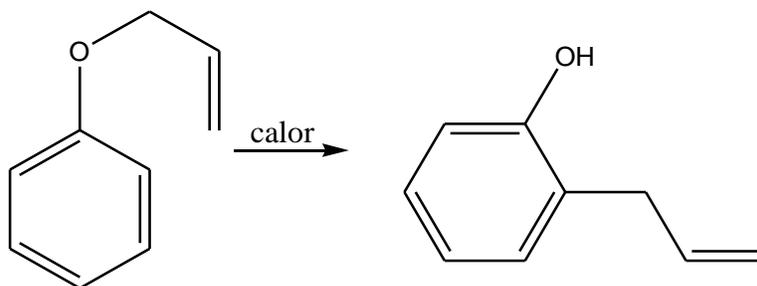
**Esquema 2.4** Cálculo de la economía atómica teórica de la síntesis en dos pasos del oxirano

Cuando se enseña química orgánica básica es común que no se le preste importancia a subproductos no deseados formados en la transformación (particularmente iones inorgánicos). Este enfoque debe ser abordado para que el análisis de la sustentabilidad sea significativo en cualquier reacción. Un beneficio importante del concepto de economía atómica recae en el hecho de que puede ser calculado a partir de la ecuación completa y balanceada durante la fase de planeación. Un porcentaje de rendimiento, por el otro lado, solo puede ser calculado después de que se llevó a cabo en el laboratorio una reacción. Uno de los aspectos más importantes en la química verde es el concepto de "diseño de reacción", y la economía atómica juega un rol crucial en las etapas preparatorias de una síntesis química.

Tradicionalmente en los cursos de química orgánica, los estudiantes están muy familiarizados con los cálculos del porcentaje de rendimiento para cada reacción que ellos realizan. El nuevo enfoque de reacciones sustentables requiere que los estudiantes ahora pueden calcular la economía atómica junto con el porcentaje de rendimiento, para cada reacción que realicen, de modo que rápidamente aprendan a distinguir entre reacciones que tienen economías atómicas favorables de aquellas que no. Ellos se darán cuenta de que hay ciertos tipos de procedimientos de reacción (por ejemplo: adiciones en general) con altas economías atómicas. Similarmente, las reacciones que incluyen transposición también poseen altas economías atómicas, debido a que es una simple reorganización de los átomos de los reactivos para formar un nuevo producto. En comparación, las reacciones de sustitución normalmente se llevan a cabo con bajas economías atómicas. El esquema 2.5 ilustra



Un ejemplo de rearrreglo de reacción con excelente economía atómica se muestra en el esquema 2.6.



Masa molar (g/mol):

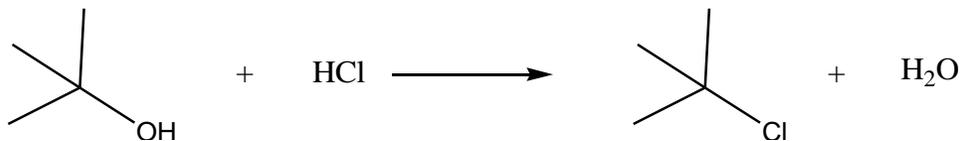
134.19

134.19

$$\% \text{Economía atómica teórica} = \frac{134.19}{134.19} \times 100 = 100\%$$

**Esquema 2.6** Cálculo de la economía atómica teórica para un rearrreglo alil éter de tipo Claisen.

En comparación, las reacciones de sustitución y eliminación proceden suavemente con economías atómicas relativamente bajas. Ambos tipos de reacción son esenciales en la enseñanza experimental de la química orgánica. Dos ejemplos de los cálculos de la economía atómica teórica de reacciones que implican una sustitución nucleofílica y una eliminación se muestran en el esquema 2.7.



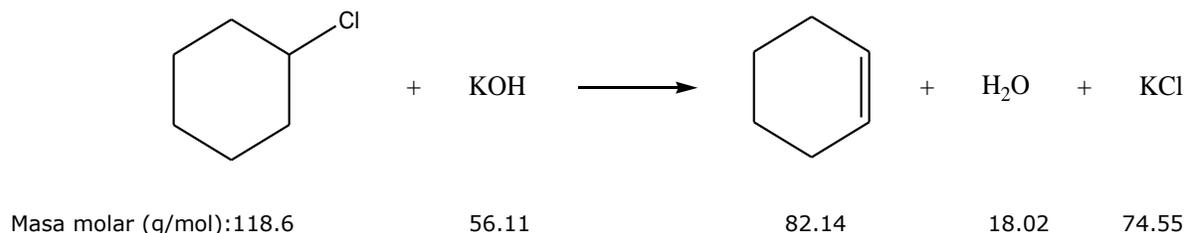
Masa molar (g/mol): 74.12

36.46

92.57

18.02

$$\% \text{Economía atómica teórica} = \frac{92.57}{74.12 + 36.46} \times 100 = 83.7\%$$



$$\% \text{Economía atómica teórica} = \frac{82.14}{118.6 + 56.11} \times 100 = 47\%$$

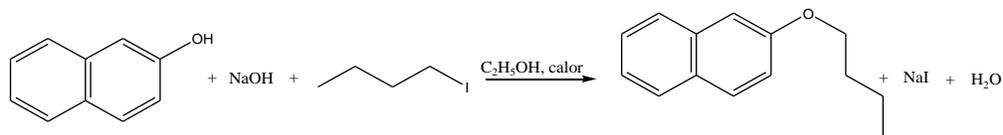
**Esquema 2.7** Cálculo de la economía atómica teórica para una reacción de sustitución nucleofílica y una reacción de eliminación (E2)

Es importante señalar que los cálculos de economía atómica consideran equivalentes molares de los reactivos. Si la reacción real utiliza un reactivo en exceso, el exceso casi nunca termina en el producto deseado. Así como resaltar que aunque se pueden clasificar a los procesos como económicos atómicamente o no económicos atómicamente, cada reacción debe ser considerada individualmente y debe ser evaluada por su eficiencia. Esto es particularmente útil cuando un compuesto químico puede ser preparado usando dos diferentes rutas sintéticas. La economía atómica de cada una debe ser evaluada y con estos resultados se puede hacer la comparación de la mejor ruta. Es también muy importante calcular la "economía atómica experimental" usando la masa real de los reactivos y la masa teórica del producto deseado (Ecuación 2.3). La economía experimental está, por lo tanto, basada en la cantidad real de reactivos usados en una síntesis experimental.

$$\% \text{ Economía atómica experimental} = \frac{\text{Redimiento teórico}}{\text{Suma de masas de todos los reactivos usados}} \times 100$$

**Ecuación 2.3** Cálculo de la economía atómica experimental

Un ejemplo típico de un experimento a nivel licenciatura involucra la conversión del 2-naftol a 2-naftilbutil éter usando hidróxido de sodio y 1-yodobutano, mediante una síntesis de éteres de Williamson, se requiere mezclar 0.56g de hidróxido de sodio y 1.0g de 2-naftol en 20 mL de etanol, seguido de reflujo, se agregan 1.62g (1.0 mL) de 1-iodobutano, después de calentamiento adicional, el producto se precipita en un baño hielo-agua. La masa máxima del producto reportada por los estudiantes es de 1.29g. Una vez planteada la ecuación balanceada de la reacción pueden ser calculados, el porcentaje de rendimiento, el porcentaje de la economía atómica teórica, el porcentaje de la economía atómica experimental, la eficiencia total de reacción, y el factor de aceptabilidad ambiental, pueden ser calculados (Esquema 2.8).



Masa molar (g/mol): 144.17 (1.0g)      40.0 (0.56g)      184.02 (1.62g)      200.28 (1.29g)      149.89    18.02

$$1 \text{ g de 2 - naftol} \times \left( \frac{1 \text{ mol de 2 - naftol}}{144.17 \text{ g}} \right) \times \left( \frac{1 \text{ mol de 1 - yodobutano}}{1 \text{ mol de 2 - naftol}} \right) \\ \times \left( \frac{184.02 \text{ g}}{1 \text{ mol de 1 - yodobutano}} \right) = 1.28 \text{ g de 1 - yodobutano}$$

∴ el 2 - naftol es el reactivo limitante

$$1 \text{ g de 2 - naftol} \times \left( \frac{1 \text{ mol de 2 - naftol}}{144.17 \text{ g}} \right) \times \left( \frac{1 \text{ mol de 2 - naftilbutyleter}}{1 \text{ mol de 2 - naftol}} \right) \\ \times \left( \frac{200.28 \text{ g}}{1 \text{ mol de 2 - naftilbutyleter}} \right) = 1.39 \text{ g de 2 - naftilbutyleter}$$

Rendimiento teórico = 1.39 g de 2 - naftilbutyleter

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.29 \text{ g}}{1.39 \text{ g}} \times 100 = 93\%$$

$$\% \text{ Economía atómica teórica} = \frac{200.28}{144.17 + 40.0 + 184.02} = 54\%$$

$$\% \text{ Economía atómica experimental} = \frac{1.39 \text{ g}}{1.0 \text{ g} + 0.56 \text{ g} + 1.62 \text{ g}} = 44\%$$

Eficiencia total de reacción = 95% × 43% = 41%

$$\text{Factor de aceptabilidad ambiental} = \frac{(1.0 \text{ g} + 0.56 \text{ g} + 1.62 \text{ g}) - 1.29 \text{ g}}{1.29} = 1.5$$

**Esquema 2.8** Eficiencia de reacción y cálculos de residuos para la conversión del 2-naftol a 2-naftilbutyleter

Aquí, la eficiencia de la reacción es definida como el porcentaje de rendimiento multiplicado por el porcentaje de la economía atómica experimental. Un valor del 41% indica que este porcentaje de las materia primas terminaron en el 2-naftilbutileter, proporcionando una perspectiva de eficiencia muy diferente al máximo del porcentaje de rendimiento obtenido por los estudiantes (93%). Si uno usa el porcentaje de rendimiento medio (reportado como 31%) en vez del porcentaje de rendimiento máximo, la eficiencia típica de la reacción se reduce a solo el 13%. El factor de aceptabilidad ambiental calculado es de 1.5 si el etanol se recicla y sin considerar los procedimientos posteriores a la síntesis (purificación, caracterización), lo que significa que por cada gramo de 2-naftilbutil éter que es sintetizado, se generan 1.5 g de residuos. En esta instancia, dentro de los residuos se encuentran las materias primas que no reaccionaron y los subproductos de la reacción (yoduro de sodio y agua). Si dentro del cálculo del factor de aceptabilidad ambiental se incluyen los procedimientos posteriores a la síntesis y no se recicla el disolvente, el factor es significativamente mayor de 1.5.

Estos cálculos simples nos proveen de algunas ideas útiles en el uso de los principios de la química verde y son herramientas muy valiosas cuando se comparan varias metodologías de síntesis para preparar un mismo producto. Por ejemplo, si el producto se puede obtener mediante un procedimiento con 90% de rendimiento y 50% de economía atómica experimental, mientras que este mismo producto puede ser obtenido por otro procedimiento de reacción diferente pero con 70% de rendimiento y el 85% de economía atómica experimental, la pregunta sería ¿cuál de las 2 rutas es la opción más deseable de realizarse en el laboratorio?

# Capítulo 3

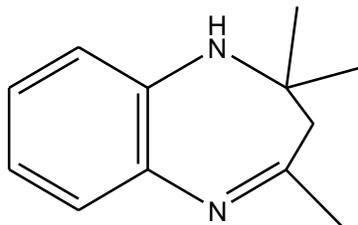
### **3. Estudios de casos instructivos del cálculo del factor de aceptabilidad ambiental**

Los siguientes ejemplos se encuentran entre los más utilizados en los cursos curriculares de química como parte del material de referencia formal para ilustrar el nuevo enfoque de la síntesis orgánica, siendo uno de los más relevantes el caso de la síntesis de benzodiazepina, donde se resalta en la aplicación de tecnologías verdes.

Diferentes casos están reportados en la literatura e incluso en algunos casos se han registrado como patentes. Ejemplos como la síntesis de pravadolina e ibuprofeno ilustran el problema que la industria tuvo que resolver mediante procesos totalmente optimizados para evaluar su competitividad. (Dicks, 2012)

Mediante estos casos bien documentados con escenarios del mundo real, los estudiantes pueden apreciar las complejidades y dificultades que son inherentes en una optimización de procesos de síntesis. Pudiendo ser capaces de vincular directamente los esfuerzos de optimización con lo limpio de una reacción. Así, descubrirán que, como la química es una ciencia experimental gobernada por el compromiso social, esta tarea de optimización inevitablemente involucra una priorización de las variables. En conclusión analizar estos casos permitirán visualizar los diferentes factores ambientales como una herramienta poderosa para alcanzar la eficiencia de los procesos de transformación que la industria tanto persigue.

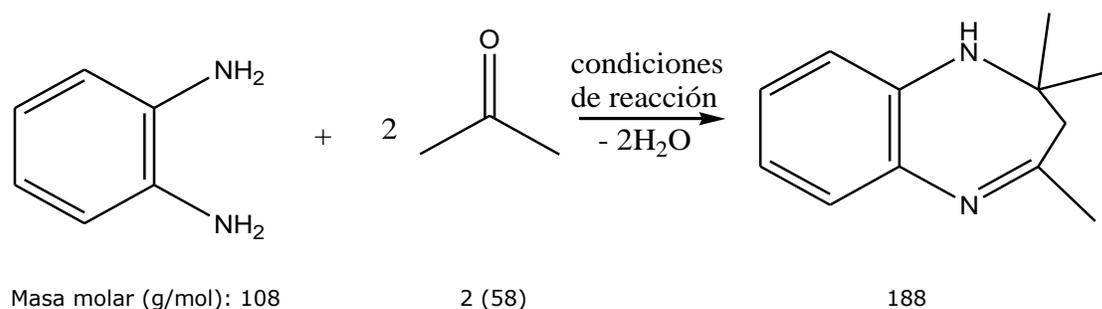
### 3.1. Caso de síntesis de benzodiazepina



**Fig. 3.1.** 2,2,4-trimetil-2,3-dihidro-1H-benzo[B][1,4]diazepina

Este compuesto se sintetiza a partir de un equivalente de *o*-fenilendiamina y dos equivalentes de acetona (Esquema 3.1). Debido a que esta reacción es una condensación, el único subproducto es agua, por lo tanto su economía atómica intrínseca es relativamente alta (84%). La Tabla 3.1 resume varias rutas que han sido utilizadas para producir este compuesto, con su factor E de descomposición (ver capítulo 2 sobre el cálculo el factor E). Las tecnologías están enlistadas en orden creciente de valor denominado E total, el cual puede subdividirse en contribuciones de subproductos y materia prima sin reaccionar (E-kernel), exceso de consumo de reactivo (E-exceso) y material auxiliar consumido, como disolvente para la reacción, disolventes para extracción y disolventes utilizados para la purificación (E-auxiliar). La primera entrada indica que la optimización ha sido alcanzada en todos los aspectos, debido a que muestra los menores valores para E-kernel, E-exceso y E-auxiliar (el valor ideal para cada uno sería cero). El método limpio más frecuentemente utilizado es la eliminación del disolvente para reacción. Este es un buen ejemplo para ilustrar varias tecnologías y debido a que la reacción es tan simple, puede ser fácilmente implementada como ejemplo en los cursos experimentales a nivel superior. Claramente, se sabe que, lo que más contribuye a la mayor parte de los residuos es el uso de materiales auxiliares así como en los procesos de purificación.

Para el caso de la síntesis de la diazepina se sabe que la economía atómica es alta, los rendimientos de la reacción son altos y se requiere de un pequeño exceso de reactivos, los métodos reportados en la tabla 3.1 por diferentes autores fueron referidos como limpios. Los datos en la tabla muestran una amplia gama de rendimientos de reacción bajo el nombre de *libre de disolventes*. Sin embargo, un punto que hay que enfatizar es que el término *libre de disolventes* se refiere a la situación de que no se usa un disolvente en la reacción lo cual no implica que no se utilicen disolventes durante todo el procedimiento de la reacción, que incluye la purificación del producto crudo.



**Esquema 3.1** Reacción de o-fenilendiamina con acetona para obtener una benzodiazepina

**Tabla 3.1.** Resumen del factor E de descomposición de varias síntesis de la 2, 2, 4-trimetil-2,3-dihidro-1H-benzo [B][1,4]diazepina

E-kernel	E-exceso	E-auxiliar	E-total	Tecnología utilizada (referencia)
0.22	0.032	0	0.26	Libre de disolventes, microondas (Pozarentzi <i>et al.</i> , 2002)
0.28	0.066	15.34	15.68	Catalizador fijado en un sólido, microondas (Sivamurugan <i>et al.</i> , 2004)
0.27	0	15.9	16.16	Libre de disolventes (Pasha y Jayashankara, 2006)
0.21	0.032	22.68	22.92	Zeolita como catalizador (Hegedüs <i>et al.</i> , 2005)
0.32	0.17	25.03	25.52	Libre de disolventes (An <i>et al.</i> , 2008)
8.4	9.08	17.26	34.74	Ninguna, benceno usado como disolvente (Ried y Torinus, 1959)
0.4	0.073	41.75	42.22	Ultrasonido (Guzen <i>et al.</i> , 2006)
0.28	0.034	65.89	66.2	Sin catalizador, [bbim] BF <sub>4</sub> como disolvente (Jarikote <i>et al.</i> , 2003)
0.2	0.031	71.55	71.78	Libre de disolventes (Luo, <i>et al.</i> , 2005)
0.21	0.16	72.25	72.62	Catalizador fijado en un sólido, microondas (Chari <i>et al.</i> , 2007)
0.21	0.16	74.97	75.34	Catalizador fijado en un sólido, microondas (Chari y Syamasundar, 2005)
0.25	0.065	78.09	78.41	Libre de disolventes (Sabitha <i>et al.</i> , (2004))
0.23	0.098	91.56	91.89	Libre de disolventes, molino de bolas (Xia y Lu, 2007)
0.28	0.083	104.92	105.29	Agua como disolvente, catalizador de monopartícula (Hekmatshoar <i>et al.</i> , 2009)
0.29	0.17	109.71	110.17	Libre de disolventes (Yadav <i>et al.</i> , 2004)
0.23	0.16	120.94	121.33	Catalizador fijado en un sólido (Shobha <i>et al.</i> , 2009)
0.25	0.16	136.48	136.89	Sin catalizador, [bmim] BF <sub>4</sub> como disolvente (Yadav <i>et al.</i> , 2002)
0.28	0.033	155.54	155.86	Catalizador fijado en un sólido, microondas (Landge y Torok, 2008)
0.4	0	169.13	169.53	Libre de disolventes, microondas (Kaboudin y Navaee, 2001)
0.23	0	307.26	307.49	Agua como disolvente (Hazarika <i>et al.</i> , 2007)
0.32	0.068	532.28	532.66	Agua como disolvente (Sharma, 2007)
0.27	0.033	570.93	571.23	Libre de disolventes (Kumar y Sandhu, 2008)
0.28	0.17	678.64	679.09	Libre de disolventes (Saini y Sandhu, 2008)

Al observar la tabla se nota que en la mayoría de los casos la mayor contribución de residuos se da a partir del uso de materiales auxiliares al momento de llevar a cabo la síntesis y en el proceso de purificación, debido a esta gran contribución el factor de aceptabilidad ambiental, en todos estos casos desde Sivamurugan *et al.*, 2004 hasta Saini y Sandhu 2008 es muy elevado considerando que el valor ideal es cero, por ejemplo, el valor más alto es el de 678 g de residuo por gramo de producto. Estos valores indican que los procesos no son eficientes.

### **3.2. Medidas de lo verde que es un disolvente**

Cuando se evalúa en el laboratorio lo verde que es un disolvente, deben ser considerados aspectos como riesgos en su manejo, su impacto a la salud y al ambiente. Aunque se piensa que, es relativamente simple evaluar los parámetros de salud y seguridad de un disolvente, sin embargo calcular los impactos ambientales desde la obtención hasta su desecho puede ser muy complejo. Para tal propósito, existen varias herramientas y métodos diferentes para evaluar y seleccionar disolventes apropiados los cuales han sido publicados recientemente (Capello et al., 2007; Clark y Tavener, 2007; Alfonsi et al., 2008; Curzons et al., 1999)

Capello et al. 2007 han recopilado un análisis cuantitativo de 26 disolventes orgánicos combinando los resultados de una evaluación ambiental, de salud y de seguridad (ASS) mediante un estudio de análisis de ciclo de vida (ACV) para cada disolvente. El método ASS evalúa nueve tipos de riesgos potenciales, dentro de los cuales se incluyen: la persistencia, riesgo en el aire, riesgo en el agua, toxicidad aguda, toxicidad crónica, potencial de fuga o derrame, riesgos de incendio/explosión, y riesgos de reactividad/descomposición. Cada riesgo fue clasificado con un puntaje entre cero y uno y luego se sumaron los puntajes para producir el indicador ASS, el cual se incrementa con el nivel

de riesgo. Esta simple evaluación se puede representar con una gráfica de barras segmentada para una fácil y rápida interpretación y comparación.

Los autores encontraron que los disolventes que poseían el menor puntaje de riesgo, es decir, los más seguros eran el etanol y el acetato de etilo, cuyas mayores contribuciones de riesgo se asocian a su alto potencial de inflamabilidad. El acetonitrilo y el dioxano fueron de los disolventes con el mayor puntaje en el estudio.

Después de realizar la evaluación ASS, los autores procedieron a hacer un análisis de ciclo de vida (ACV) para cuantificar las emisiones y el uso de recursos para cada disolvente desde su obtención hasta su desecho. El ACV inicia evaluando la producción de disolventes desde la etapa de transporte, uso y disposición, haciendo un cálculo y ponderación de la energía consumida y la contribución al ambiente por emisiones y residuos generados en cada etapa.

Dos opciones de tratamiento de disposición se analizaron para cada disolvente: uno involucra la incineración directa del residuo y el otro incluye el reciclaje mediante destilación previa a una eventual incineración de cabezas y colas.

A través de un software (SimaPro)<sup>1</sup> se generó un puntaje para la demanda de energía acumulada (DEA) de cada disolvente y la sustracción de la ganancia de energía a partir del proceso de incineración o destilación, del total de energía requerida para el uso del disolvente. Un bajo puntaje de DEA indica un disolvente más ambientalmente favorable. El análisis de ciclo de vida mostró disolventes simples obtenidos directamente de petroquímicos, como los alcanos, éter dietílico y metanol, tienen los menores puntajes de DEA. Los disolventes que requieren una preparación más compleja, como el acetato de etilo y el tetrahidrofurano, o disolvente con bajo valor calorífico (los cuales conducen a una menor producción de energía durante la incineración, como el dioxano y la N,N-dimetilformamida), predeciblemente dan puntajes más altos de DEA.

Al graficar el resultado de ASS contra el de ACV se obtiene la evaluación ambiental de cada disolvente analizado (Figura 3.1). Los disolventes que aparecen más cerca del origen como el metanol, etanol y acetato de metilo, son más amigables con el ambiente que aquellos que se alejan del origen, como el formaldehído (alto puntaje ASS) y tetrahidrofurano (alto puntaje DEA). Un inconveniente de este estudio es que no se incluyó ningún disolvente clorado y ningún disolvente supercrítico (como el [scCO<sub>2</sub>], líquidos iónicos o disolventes fluorados) principalmente debido a que los simuladores disponibles carecen de datos. Cabe resaltar que, el gasto de energético requerido durante la producción de líquidos iónicos a nivel laboratorio es mucho mayor que la energía necesaria para producir cualquiera de los disolventes estudiados por los autores antes mencionados.

<sup>1</sup>SimaPro es un programa desarrollado por la empresa holandesa PRé Consultants, que permite realizar Análisis de Ciclo de Vida (ACV), mediante el uso de bases de datos de inventario propias (creadas por el usuario) y bibliográficas (BUWAL, IDEMAT, ETH, IVAM). Le ofrece una herramienta profesional para almacenar, analizar y realizar un seguimiento del rendimiento ambiental de sus productos y/o servicios. Con esta herramienta se facilita el análisis y la representación gráfica de ciclos complejos de un modo sistemático y transparente.

Los disolventes verdes alternativos que están ausentes de este análisis fueron estudiados por Clark y Tavener usando un método semicuantitativo. Los autores dieron un puntaje arbitrario a cinco clases de disolventes, basados en cinco criterios: utilidad, facilidad de separación y reúso, salud y seguridad, costo económico y ambiental desde la cuna a la tumba. Su estudio le dio puntajes relativamente altos a disolventes de fuentes renovables (como el etanol, glicerol, (R)-limoneno y acetil L-lactato) y al  $scCO_2$ . Los líquidos iónicos y disolventes fluorados recibieron bajos puntajes aunque generalmente se describen como disolventes verdes en la literatura.

Un grupo de investigadores de Pfizer publicaron recientemente una herramienta de selección de disolventes para ayudar a los químicos de su compañía a elegir disolventes que aumenten la seguridad y reduzcan el impacto ambiental (Alfonsi et al, 2008). Los autores tuvieron como propósito crear una guía simple y fácil de usar por sus investigadores, su propuesta clasificó a los disolventes en tres categorías: preferido, utilizable e indeseado.

a) Disolventes preferidos:

Incluyen al agua, acetona, etanol y acetato de etilo;

b) Disolventes usables:

Incluyen al heptano, acetonitrilo y el 2-metiltetrahidrofurano;

c) Disolventes indeseables:

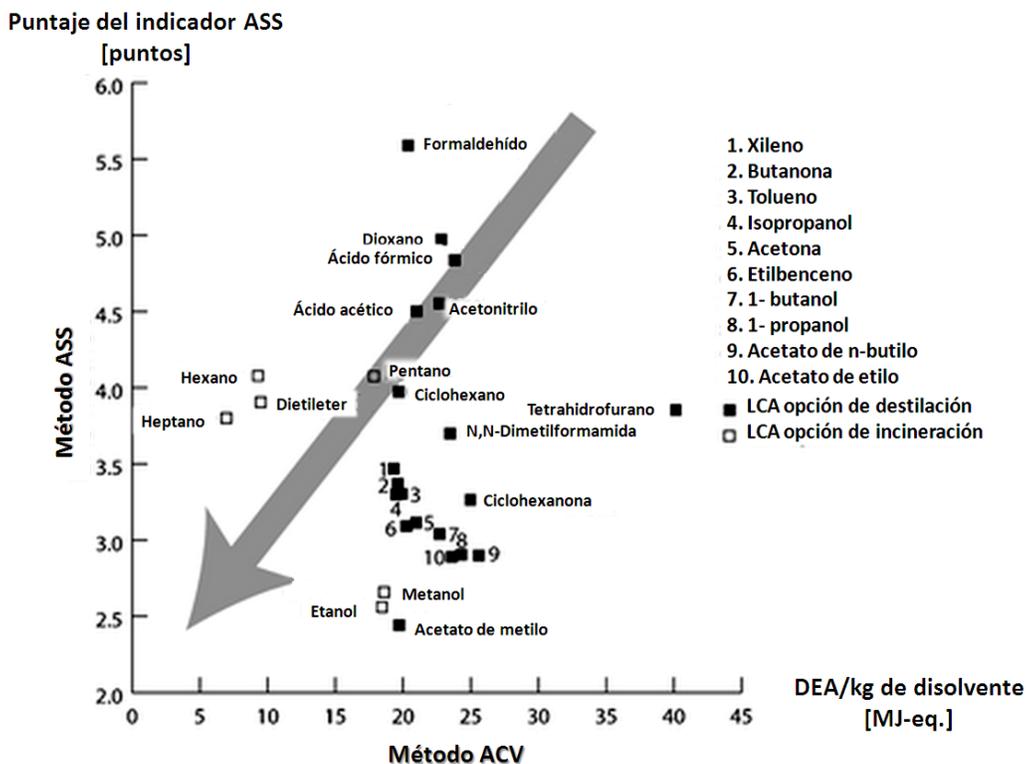
Son el hexano, dietil éter, diclorometano y N, N-dimetilformamida.

Cada disolvente se evaluó de manera individual siguiendo tres criterios: seguridad para los trabajadores, los efectos crónicos del disolvente en la salud (carcinogenicidad, mutagenicidad y reprotoxicidad) que fueron evaluados con mayor preocupación, además de la absorción a través de la piel y la toxicidad. Los factores que incluían inflamabilidad y emisiones

peligrosas contribuyeron al proceso de seguridad de cada disolvente. En la evaluación de afectaciones ambientales, los autores consideraron la ecotoxicidad y persistencia entre otros.

Es de importancia que además de evaluar cada disolvente, los químicos de Pfizer también hicieron una tabla de remplazo de disolventes que guía a los investigadores a una alternativa de un disolvente más seguro para los que están marcados como indeseables. Como ejemplos, el heptano es considerado superior al pentano o al hexano, la trietilamina debería remplazar a la piridina como un disolvente alcalino y el 2-metiltetrahidrofurano debería ser usado en lugar del dietil éter. La principal ventaja del acercamiento cualitativo de Pfizer a la evaluación de disolventes es que muestra a los empleados de una forma clara que disolventes son preferibles sin tener que entrenarlos en la forma de cómo interpretar el aviso.

El uso de esta guía simple es altamente recomendable que se aplique en los laboratorios de enseñanza experimental, así los estudiantes pueden evaluar rápidamente lo relativamente verde que puede ser un procedimiento experimental.



**Figura 3.1.** Evaluación ambiental de 26 disolventes orgánicos combinando los métodos de ASS (Ambiente, Salud y Seguridad) y ACV (Apreciación del ciclo de vida en unidades de DEA (demanda de energía acumulada)/kg de disolvente) (Capello et al., 2007).

En la gráfica podemos observar que el acetato de metilo, el etanol y el metanol son los que tienen los puntajes más bajos tanto en el método ASS como en el ACV por lo que, dentro de los evaluados, son los disolventes más amigables con el ambiente.

# Capítulo 4

## 4. Metodología

### 4.1. Selección de experimentos

- Para el estudio se seleccionaron ejemplos de cuatro reacciones que se apegan a los programas de los diferentes cursos de Química Orgánica experimental que se imparten en la Facultad de Química:

1. Una reacción de isomerización, y que se realiza en el laboratorio de Química Orgánica I (1311), específicamente de la síntesis de ácido fumárico a partir de anhídrido ó ácido maléico, y la cual se trata de la hidrólisis de un anhídrido en medio ácido para dar el diácido *cis*, este se isomeriza posteriormente obteniéndose el diácido *trans*
2. Una reacción de ciclación intramolecular, se realiza en el laboratorio de Química Orgánica V (0067) y la cual es una materia optativa para la carrera de Química, la cual es la obtención de furfural a partir de fuentes residuales de pentosas, tales como el aserrín y la cascara de papa, este producto se obtiene de la hidrólisis de los pentosanos seguida de una deshidratación de pentosas en medio ácido
3. Una reacción de esterificación, tema que se estudia en la materia de Química Orgánica IV (1606) en la carrera de Química, y es la obtención del propionato de etilo, el cual se obtiene por la reacción del ácido propiónico con etanol en medio ácido ( $H_2SO_4$ )
4. Una reacción heterocíclica, tema que se estudia en la materia de Química Orgánica V (0067), la cual es la obtención de la ftalocianina de cobre por condensación de cuatro moléculas de ftalimida con cobre, la cual es usada como colorante

- Para cada ruta de síntesis se calcularon los siguientes factores:

a) Economía atómica: Es la medición intrínseca de la cantidad de átomos pertenecientes a las materias primas que terminan formando parte del producto deseado en una transformación química.

- Economía atómica teórica

$$\% \text{ Economía atómica teórica} = \frac{PM \text{ del producto}}{PM \text{ de todos los reactivos}} * 100$$

b) Economía atómica experimental: La economía experimental está, por lo tanto, basada en la cantidad actual de reactivos usados en una síntesis experimental.

$$\% \text{ Economía atómica exp.} = \frac{Rendimiento \text{ teórico}}{Masa \text{ total de los reactivos}} * 100$$

c) Eficiencia de masas: Es la relación de la masa del producto deseado respecto a la masa total de entrada.

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{Masa \text{ del producto deseado}}{Suma \text{ de masas de entrada}}$$

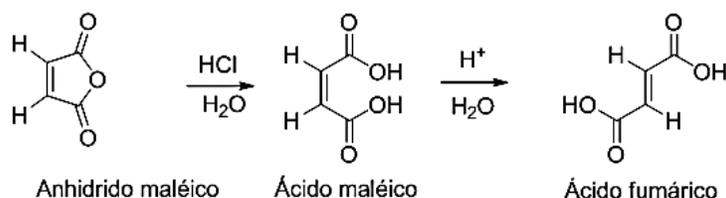
d) Factor de aceptabilidad ambiental (E): Se enfoca en el problema de generación de residuos en las técnicas experimentales lo cual impulsa al desarrollo de procesos más limpios y menos dañinos. Es la medida de la masa de residuos por kilogramo de producto deseado en una reacción.

$$E = \frac{g \text{ de residuo}}{g \text{ de producto}}$$

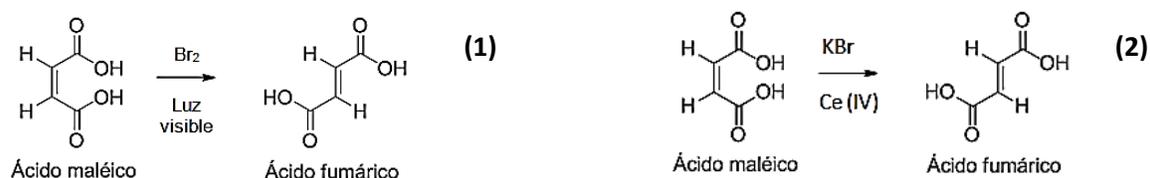
- Para la identificación de cada producto de reacción se determinó punto de fusión, cromatoplaqa, espectroscopía de infrarrojo, pruebas de solubilidad o pruebas de identificación.

#### 4.1.1. Obtención de ácido fumárico

Se identificaron tres diferentes técnicas alternativas para la obtención de ácido fumárico, las cuales serían evaluadas experimentalmente por los estudiantes.



**Figura 4.1** Ruta tradicional de obtención de ácido fumárico (Ávila, et al 2009)



**Figura 4.2** Rutas alternativas 1 y 2 de obtención de ácido fumárico (Keusch, 2011; Jwo, 1981)

El procedimiento experimental se resume a continuación en la tabla 4.1.

**Tabla 4.1.** Procedimiento experimental de cada ruta sintética del ácido fumárico.

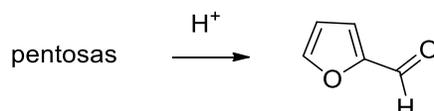
Ruta tradicional	Ruta alternativa 1(Br <sub>2</sub> /Luz)	Ruta alternativa 2 (KBr/CeIV)
1. En un matraz de bola de una boca de 50 mL colocar 1 g de anhídrido maléico y disolver en 2 mL de agua caliente. Después agregar poco a poco 2.5 mL de ácido clorhídrico concentrado	1. Preparar solución saturada de ácido maléico. Pesar 3.75 g de ácido maléico y agregar lentamente 5 mL de agua destilada hasta disolver	1. En un matraz aforado de 25 mL colocar 0.20 g de Nitrato cérico amoniacal, 0.15 g de KBr y 1.45g de ácido maléico
2. Colocar el refrigerante en posición de reflujo y calientar a ebullición con agitación magnética durante 20 minutos. Los cristales de ácido fumárico se formarán en el seno de la reacción	2. En un matraz aforado de 25 mL coloque 5 mL de la solución saturada de ácido maléico	2. Llevar al aforo con ácido sulfúrico 1N, agregándolo lentamente dentro del matraz aforado
3. Al término del reflujo enfriar el matraz con agua y filtrar al vacío	3. Agregar lentamente 2 gotas de bromo. Exponer el matraz a la luz de foco de 500 watts hasta la aparición de cristales o a la luz solar	3. Verter la solución en un matraz Erlenmeyer de 25 mL y agitar durante 20 minutos
4. Recristalizar de una solución de ácido clorhídrico al 10%.	4. Detener la reacción cuando no se observe más la formación de cristales	4. Dejar reposar la mezcla de reacción por 10-16 horas para aumentar el rendimiento
5. Pesar y determinar el punto de fusión del producto y compararlo con el de la materia prima	5. Filtrar al vacío y recristalice el producto de agua	5. Filtrar al vacío y recristalice el producto de agua

De estos productos se obtuvo el punto de fusión y su espectro de infrarrojo, adicionalmente se comparó con la materia prima en cromatoplaca.

El mecanismo y el cálculo de los factores de evaluación ambiental se pueden consultar en el protocolo completo.

### 4.1.2. Obtención de furfural

Se realizaron dos procedimientos para obtener el furfural a partir de diferentes tipos de materia prima, cáscara de papa y el aserrín de madera de pino, las cuales se pueden obtener del residuo de diferentes procesos, tales como fabricación de muebles para el caso del aserrín y residuos de preparación de alimentos a base de papa. (Zeitsch, 2000)



**Figura 4.3.** Ruta de síntesis del furfural

El procedimiento experimental se resume a continuación en la tabla 4.2.

**Tabla 4.2.** Procedimiento experimental de cada ruta sintética del furfural.

Ruta microondas	Ruta parrilla
1. Pesar 7.5 g de cáscara de papa fresca y colocarlos en un matraz bola de 100 mL (papa) ó 250mL (aserrín) con 40 mL(papa) ó 100 mL (aserrín) de solución de ácido clorhídrico al 12%	1. Pesar 7.5 g de cáscara de papa fresca y colocarlos en un matraz bola de 100 mL (papa) ó 250mL (aserrín) con 40 mL(papa) ó 100 mL (aserrín) de solución de ácido clorhídrico al 12%
2. Calentar en microondas de síntesis ocupando 600 Watts, s 90°C por 5 minutos de rampa y 10 minutos de reflujo	2. Montar un equipo de destilación y destilar durante 30 minutos hasta colectar 25 o 30 mL
3. Al término del reflujo dejar enfriar a temperatura ambiente	3. Saturar con NaCl la solución acuosa colectada.
4. Montar un equipo de destilación y destilar durante 20 minutos hasta colectar 25 o 30 mL	4. Extraer el furfural de la solución acuosa con 15 mL de diclorometano (3 extracciones con 5 mL)
5. Saturar con NaCl la solución acuosa colectada	5. Secar el extracto con Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> anhidro y filtrar o decantar para eliminarlo
6. Extraer el furfural de la solución acuosa con 15 mL de	6. Destilar el diclorometano hasta que en el matraz quede un residuo

diclorometano (3 extracciones con 5 mL)	aceitoso color amarillo y olor característico
5. Secar el extracto con $\text{Na}_2\text{SO}_4$ anhidro y filtrar o decantar para eliminarlo	7. Determinar el volumen de producto y realizar las pruebas de identificación
6. Destilar el diclorometano hasta que en el matraz quede un residuo aceitoso color amarillo y olor característico	-----
7. Determinar el volumen de producto y realizar las pruebas de identificación	-----

Pruebas de identificación del furfural:

Formación de la 2,4-dinitrofenilhidrazona del furfural

En un tubo de ensayo colocar 0.5 mL de solución de 2,4-dinitrofenilhidracina y de una a dos gotas del residuo aceitoso. Observar la formación de un sólido de color naranja. En caso de que no aparezca, calentar el tubo unos minutos en baño María.

Reacción con el acetato de anilina

Impregnar una tira de papel filtro de dos cm con acetato de anilina. Impregnar con una o dos gotas del residuo aceitoso; observe el color que toma el papel. Una prueba positiva queda indicada por la formación de un color rojo cereza en el papel.

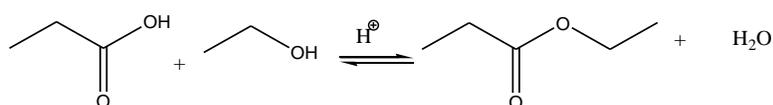
Reacción de Tollens

En un tubo de ensayo colocar 0.5 mL de reactivo de Tollens y dos a tres gotas del residuo aceitoso. Mezclar homogéneamente el contenido del tubo y calientarlo unos minutos en baño María. Observar la formación del espejo de plata que se deposita en las paredes del tubo.

El mecanismo y el cálculo de los factores de evaluación ambiental se pueden consultar en el protocolo completo. (Zeitsch, 2000)

#### 4.1.3. Obtención de propionato de etilo

Se planteó la obtención de propionato de etilo mediante una reacción de esterificación del ácido propiónico con el etanol en medio ácido (ácido sulfúrico). (Fig. 4.4)



**Figura 4.4** Ruta de síntesis del propionato de etilo

El procedimiento experimental se resume a continuación en la Tabla 4.4.

**Tabla 4.3** Procedimiento experimental de la ruta sintética del propionato de etilo (Zhou, 2009)

<b>Obtención del propionato de etilo</b>
1. Colocar 1.85 mL de ácido propiónico, 1.6 mL de etanol y 0.4 mL de ácido sulfúrico dentro de un matraz bola de 25 mL
2. Montar un equipo de destilación y calentar 20 minutos a reflujo y otros 20 minutos más de destilación a 51-53°C
3. Al finalizar la destilación se puede detectar el olor del propionato de etilo, abanicando la boca del matraz Erlenmeyer de 10 mL donde se colectó el mismo
4. Medir el volumen del producto obtenido
5. Obtener punto de ebullición del producto

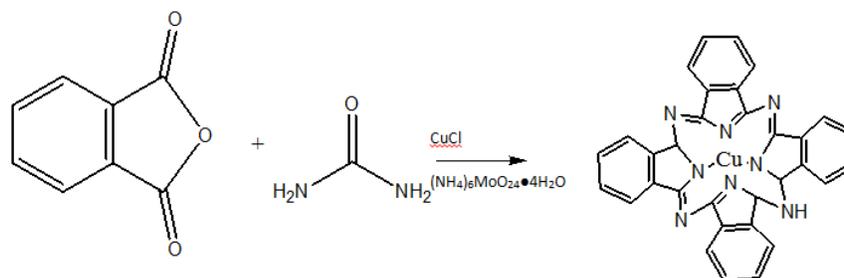
De estos productos se obtuvo el punto de ebullición (99°C) y su espectro de infrarrojo.

El mecanismo y el cálculo de los factores de evaluación ambiental se pueden consultar en el protocolo completo.

#### 4.1.4. Obtención de ftalocianina de cobre

Como ejemplo de una reacción libre de disolventes usando como fuente de energía un microondas se obtuvo la ftalocianina de cobre (II). (Fig. 4.5)

El procedimiento experimental se resume a continuación en la tabla 4.4.



**Figura 4.5** Ruta de síntesis de la ftalocianina de cobre

**Tabla 4.4.** Procedimiento experimental de la ruta sintética de la ftalocianina de cobre.

<b>Obtención de ftalocianina de cobre</b>
1. Pulverizar separadamente cada reactivo usando un mortero.
2. Mezclar intensivamente por 1 hora en un matraz bola de 50 mL.
3. Después colocar la mezcla en 1 matraz bola de 100 mL.
4. Calentar usando un microondas, 5 minutos de rampa a 600W
5. Al término de la reacción, disolver el sólido obteniendo en 50 mL de ácido sulfúrico concentrado.
6. Transvasar la solución verde oscuro resultante a un vaso de precipitados de 500 mL y adicionar cuidadosa y lentamente 250 mL de agua destilada.
7. Al adicionar el agua se precipitara un sólido azul que se debe filtrar al vacío, lavar con agua.
8. Pesar y determinar su punto de fusión.

De estos productos se obtuvo el punto de fusión (600°C), su espectro de infrarrojo y su difractograma de rayos x en polvos, adicionalmente se comparó con la materia prima en cromatoplaça.

El mecanismo y el cálculo de los factores de evaluación ambiental se pueden consultar en el protocolo completo.

#### **4.2 . Propuesta de protocolo experimental**

Como parte del trabajo se consideró de gran importancia proponer un protocolo experimental que incluyera los factores de evaluación ambiental mediante el cual los estudiantes reforzaran el concepto de sustentabilidad a través de su trabajo experimental.

Luego entonces se diseñó la estructura del nuevo protocolo, tal como se describe a continuación.

##### Secciones del nuevo protocolo experimental

- I. Nombre del experimento
- II. Reacción
- III. Mecanismo
- IV. Tipo de reacción: Sustitución, eliminación, adición, etc.
- V. Técnicas experimentales aplicables: Reflujo, destilación simple, filtración, recristalización, etc.
- VI. Reactivos y productos:
  - a. Cantidad (masa molecular)
  - b. Código de riesgo

De acuerdo con la Norma Oficial Mexicana NOM-018-STPS-2000 "Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo", la cual establece la forma de identificación y clasificación de las sustancias. Las propiedades que toma en cuenta son daños a la salud, inflamabilidad y radiactividad, dándole valores en una

escala de 0 a 4 para indicar el grado de peligro que presentan, siendo 4 el de mayor peligro.

Esta norma establece dos opciones de identificación, una en forma de rombo y otra de rectángulo, el modelo rombo coincide completamente con el sistema de identificación de materiales peligrosos establecido por la Asociación Nacional de Protección contra Incendios (National Fire Protection Association, NFPA) en el estándar NFPA 704, mientras que el modelo rectángulo concuerda con el Sistema de Identificación de Materiales Peligrosos HMIS por sus siglas en inglés (Hazardous Materials Identification System) desarrollado por la Asociación Nacional de Pinturas y Recubrimientos, ambos sistemas desarrollados en los Estados Unidos.

Los números significan:

<b>Número</b>	<b>Salud/azul</b>	<b>Inflamabilidad/rojo</b>	<b>Reactividad/amarillo</b>
<b>(en base al punto de inflamabilidad)</b>			
<b>0</b>	Sin riesgo	No inflamable	Estable
<b>1</b>	Ligeramente peligroso	Más de 93°C	Inestable si se calienta
<b>2</b>	Peligroso	Menos del 93°C	Cambio químico violento
<b>3</b>	Peligro extremo	Menos de 38°C	Detona con calor y/o golpe
<b>4</b>	Mortal	Menos de 23°C	Detona

c. Reactividad

En términos de la Norma Oficial Mexicana NOM-018-STPS-2000, Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo.

d. Toxicidad

En términos de la Norma Oficial Mexicana NOM-018-STPS-2000, Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo.

Existen diferentes códigos en E.U. en los cuales cada sustancia tiene un número para su identificación.

VII. Equipo requerido

VIII. Procedimiento y diagrama del proceso

IX. Evaluación

a. Economía atómica

b. Rendimiento

c. Masa del producto deseado

d. Suma de las masas de entrada

e. Eficiencia de masas

f. Factor de aceptabilidad ambiental  $E$  (g residuos / g producto)

El protocolo de cada reacción se presenta en el capítulo 5.

# Capítulo 5

## 5. Propuestas de protocolos experimentales

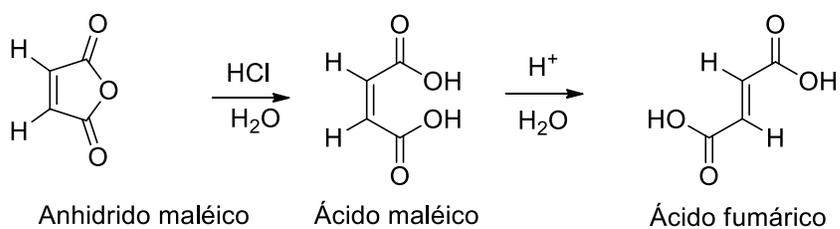
Se plantean los experimentos en el formato propuesto de protocolos experimentales, así mismo se presentan los resultados y el análisis de los mismos.

La caracterización de los productos se realizó con base en sus propiedades físicas y espectroscópicas.

### I. Nombre del experimento:

#### *Isomería Geométrica*

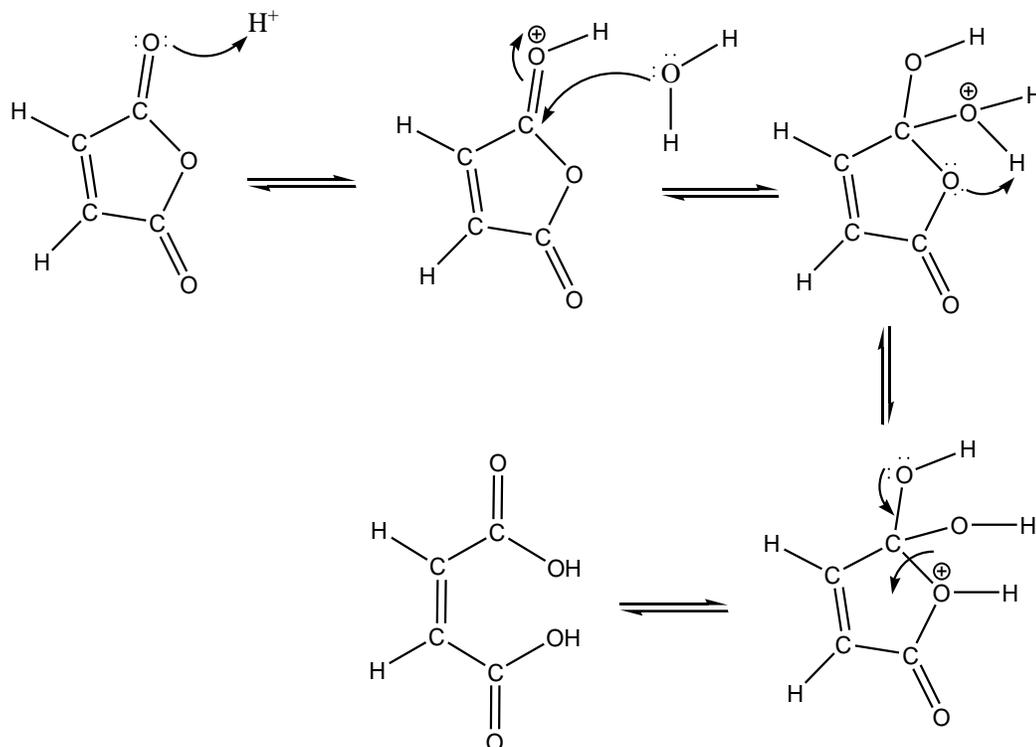
### II. Reacción



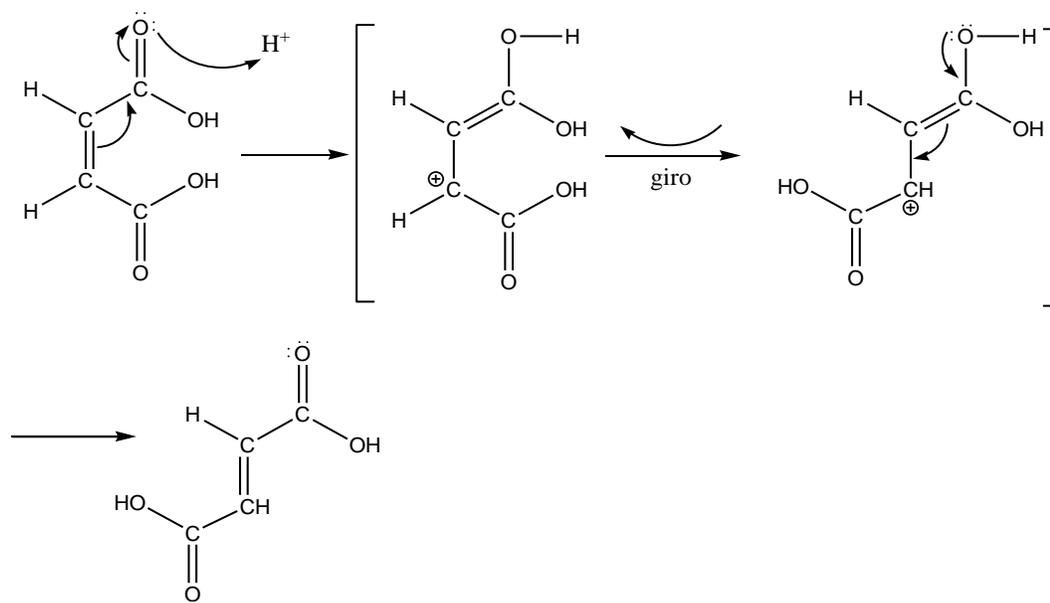
**Figura 5.1**

**III. Mecanismo propuesto:**

a) Hidrólisis del anhídrido maléico



b) Transposición del isómero *cis* al *trans*



**Figura 5.2**

**IV. Tipo de reacción:**

Isomerización y adición-eliminación (hidrólisis).

**V. Técnicas experimentales aplicables:**

Reflujo, filtración y recristalización.

**VI. Reactivos:**

**a) Cantidad (masa molecular):**

Reactivo	Cantidad
Anhídrido maléico	1.0 g
Ácido clorhídrico concentrado	2.5 mL
Agua	2 mL

**b) Código de riesgo**

Anhídrido maléico.- Sustancia que causa necrosis visibles en la piel o corroe el acero o el aluminio



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	1	1	B

Ácido clorhídrico. - Corrosivo, provoca quemaduras. Irritante, Irrita vías respiratorias.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	0	1	B

### c) Reactividad

Sustancia	Incompatibilidad
Anhídrido maléico	Reactivo con agentes oxidantes, agentes reductores, ácidos y humedad. Ligeramente reactivo a reactivo con los metales y álcalis.
Ácido clorhídrico	Reacciona con la mayoría de metales desprendiendo hidrógeno. Con agentes oxidantes como peróxido de hidrógeno, ácido selénico y pentóxido de vanadio, genera cloro, el cual es muy peligroso. Se ha informado de reacciones violentas entre este ácido y los siguientes compuestos: permanganato de potasio o sodio y en contacto con tetranitruro de tetraselenio, 1,1-difluoroetileno, aleaciones de aluminio-titanio y ácido sulfúrico.

### d) Toxicidad

Sustancia	Toxicidad
Anhídrido maléico	Toxicidad oral aguda (DL <sub>50</sub> ): 481 mg / kg Toxicidad cutánea aguda (DL <sub>50</sub> ): 2620 mg / kg [Conejo]. Efectos crónicos en los humanos: es tóxica para los pulmones, las membranas mucosas, muy peligroso en caso de ingestión, la exposición causan asma, dermatitis y edema pulmonar.
Ácido clorhídrico	IDLH: 100 ppm RQ: 5000 LCLo (inhalación en humanos): 1300 ppm/30 min; 3000/5 min. LC <sub>50</sub> (inhalación en ratas): 3124 ppm/1h. LD <sub>50</sub> (oral en conejos): 900 mg/Kg. CPT: 5 ppm (7 mg/m <sup>3</sup> )

**VII. Productos:**

**a) Cantidad (masa molecular)**

Producto	Cantidad
Ácido fumárico	1.18 g

**b) Código de riesgo**

Ácido fumárico.- Sustancia que causa necrosis visibles en la piel o corroe el acero o el aluminio



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
1	1	0	A

**c) Reactividad**

Sustancia	Incompatibilidad
Ácido fumárico	Oxidantes fuertes, bases fuertes, metales alcalinos, aminos, y carbonatos

***d) Toxicidad***

<b>Sustancia</b>	<b>Toxicidad</b>
Ácido fumárico	LD <sub>50</sub> Rata-Oral = 9300 mg / kg LD <sub>50</sub> Ratón, IPR: = 100 mg / kg Piel: Conejo, 500 mg / 24 h Ojo: Conejo, 100 mg / kg / 24 h

**VIII. Material y equipo requerido:**

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Matraz bola de una boca de 50 mL	1	Pipeta de 10 mL	1
Refrigerante para agua con mangueras	1	Espátula	1
Vaso de precipitados de 150 mL	1	Recipiente de peltre	1
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	1	Agitador magnético	1
Pinzas de tres dedos con nuez	1	Barra magnética	1
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta de 25 mL	1
Mechero con manguera	1	Agitador de vidrio	1
Embudo de filtración rápida	1	Matraz Kitasato	1
Anillo metálico	1	Tela de asbesto	1

## **IX. Procedimiento y diagrama del proceso:**

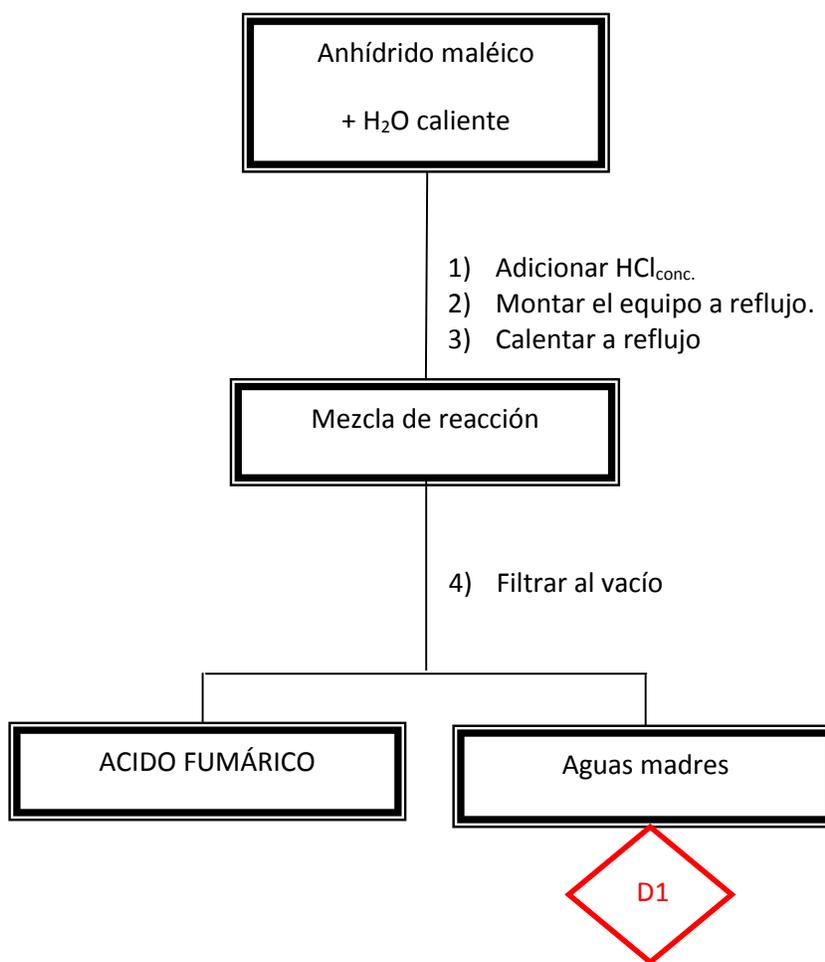
1. En un matraz de bola de una boca de 50 mL colocar un gramo de anhídrido maléico y disolver en 2 mL de agua caliente
2. Agregar poco a poco 2.5 mL de ácido clorhídrico concentrado
3. Colocar el refrigerante en posición de reflujo y calentar a ebullición con agitación magnética durante 20 min
4. Los cristales de ácido fumárico se forman en el seno de la reacción
5. Terminando el reflujo, enfriar el matraz con agua
6. Filtrar al vacío
7. Recristalizar de una solución de ácido clorhídrico al 10%
8. Determinar punto de fusión del ácido fumárico y compararlo con el de la materia prima
9. Pese el producto obtenido.

### NOTAS:

- ★ Cuando aparezcan los cristales, vigile frecuentemente el sistema de reflujo para evitar proyecciones.
- ★ Determine el punto de fusión en el aparato de Fisher-Johns, caliente hasta 250°C y observe si funde o no el producto obtenido.

**Diagrama ecológico**

**Isomería Geométrica**



D1: Desechar neutro

**X. Evaluación ambiental:**

**a) Economía atómica**

*Economía atómica teórica*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	98.1	4C, 3O, 2H	98.1	---	0.0
H <sub>2</sub> O	18	2H, 1O	18	---	0.0
Total 4C, 4H, 4O	116.1	4C, 4O, 4H	116.1	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{PM \text{ de átomos utilizados}}{PM \text{ de todos los reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{116.1 \frac{g}{mol}}{116.1 \frac{g}{mol}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = 100$$

*Economía atómica experimental*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(98.1)(0.0102)= 1.0006	4C, 3O, 2H	(98.1)(0.0102)= 1.0006	---	0.0
H <sub>2</sub> O	(18)(0.111)= 1.998	2H, 1O	(18)(0.111)= 1.998	---	0.0
Total 4C, 4H, 4O	2.9986	4C, 4O, 4H	2.9986	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{\text{Rendimiento teórico}}{\text{Masa total de reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{1.18 \text{ g}}{2.9986 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = 35.35$$

**b) Rendimiento**

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.01 \text{ g}}{1.18 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 84.5$$

**c) Masa del producto deseado**

$$\text{Masa} = 1.18 \text{ g}$$

**d) Suma de las masas de entrada**

$$\text{Suma de las masas de entrada} = 1\text{g} + 2\text{g} + 2.9\text{g} = 5.9\text{g}$$

**e) Eficiencia de masas**

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{\text{Masa del producto deseado}}{\text{Suma de las masas de entrada}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{1.18\text{ g}}{5.9\text{ g}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = 0.2$$

**f) Factor de aceptabilidad ambiental**

$$E = \frac{\text{g de residuo}}{\text{g de producto}}$$

$$E = \frac{2.99\text{g}}{1.18\text{g}}$$

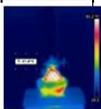
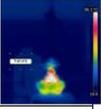
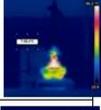
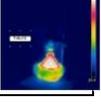
$$E = 2.5$$

**g) Identificación del producto:**

Determinar el p.f. del ácido fumárico y compararlo con el de la materia prima. Sacar espectro de infrarrojo.

***h) Resultados y Análisis de resultados***

**Tabla 5.1.** Resultados del procedimiento experimental usando como fuente de energía una canastilla

Obtención de ácido fumárico									
Fuente de calentamiento: Canastilla									
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas (producto crudo)	Factor de aceptabilidad ambiental	Imagen real	Imagen térmica
1	100	19.9	1.190	84.9	5.9	0.2	3.2		
2	100	19.7	1.180	84.5	5.9	0.2	3.2		
3	100	19.9	1.192	88.2	5.9	0.2	3.2		
4	100	19.7	1.180	88.6	5.9	0.2	3.2		

**Tabla 5.2.** Resultados del procedimiento experimental usando como fuente de energía una parrilla

Obtención de ácido fumárico									
Fuente de calentamiento: Parrilla									
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas (producto crudo)	Factor de aceptabilidad ambiental	Imagen real	Imagen térmica
1	100	19.9	1.187	85.80	5.9	0.2	3.1		
2	100	19.9	1.192	81.30	5.9	0.2	3.1		
3	100	19.9	1.192	81.19	5.9	0.2	3.4		
4	100	19.9	1.189	78.56	5.9	0.2	3.0		

**Tabla 5.3.** Resultados del procedimiento experimental usando como fuente de energía un microondas convencional

Obtención de ácido fumárico									
Fuente de calentamiento: Horno de microondas									
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas (producto crudo)	Factor de aceptabilidad ambiental	Imagen real	Imagen térmica
1	100	19.7	1.180	62.3	5.9	0.1	6.1		
2	100	20.0	1.193	67	5.9	0.1	6.3		

**Tabla 5.4.** Resultados del procedimiento experimental usando como fuente de energía un microondas de síntesis modelo START D, marca Milestone S.r.l.

Obtención de ácido fumárico												
Fuente de calentamiento: Horno de microondas (START D. Marca: Milestone S.r.l.)												
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Masa de anhídrido maleico(g)	Energía requerida (Watts)	Tiempo total (min)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas (producto crudo)	Factor de aceptabilidad ambiental	Imagen real	Imagen térmica
1	100	19.9	40	600	10	47.2	90.86	5.9	0.1	4.4		
2	100	19.9	20	600	10	23.6	86.28	5.9	0.1	5.9		
3	100	19.9	10	600	10	11.8	82.58	5.9	0.1	4.1		
4	100	19.9	5	600	10	5.9	50.58	5.9	0.1	8.5		

**Tabla 5.5.** Resumen de los resultados

Resumen de los resultados				
	Canastilla	Parrilla	Horno de microondas convencional	Horno de microondas de síntesis
Economía atómica teórica (%)	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
Economía atómica experimental (%)	19.8	<b>19.9</b>	19.8	<b>19.9</b>
Rendimiento (%)	<b>86.6</b>	81.7	64.6	77.6
Eficiencia de masas	<b>0.2</b>	<b>0.2</b>	0.1	0.1
Factor de aceptabilidad ambiental	3.2	<b>3.1</b>	6.2	5.7

La pérdida de energía puede ser detectada mediante el uso de imágenes infrarrojas. Las tablas 5.1, 5.2 y 5.3 muestran que los rendimientos entre ambas formas no varían considerablemente, sin embargo las imágenes infrarrojas del calentamiento en parrilla y canastilla, muestran pérdidas considerables de energía. Esto permite explicar por qué en estas dos formas de calentamiento el consumo energético es mayor que en el caso del microondas. En la tabla 5.4 se observan rendimientos altos cuando se realizan los experimentos a macroescala y van disminuyendo conforme se disminuye la masa de materia prima de la que se parte, esto se debe a que las recomendaciones técnicas del equipo utilizado son que el volumen total mínimo de la reacción sea de 100 mL aproximadamente lo que en cantidades para esta síntesis sería usar 20g de materia prima aproximadamente.

En el caso de la economía atómica experimental, entendida como la eficiencia inherente a cada reacción, la opción más eficiente como se muestra en la tabla 5.5, corresponde al uso de canastilla y horno de microondas de síntesis los cuales alcanzan un 19.9% y los cuales poseen las mejores condiciones experimentales entre estas opciones.

En lo que respecta al porcentaje de rendimiento, la mejor opción corresponde al uso de canastilla como fuente de calentamiento, como se muestra en la misma tabla el cual es de 86.6%.

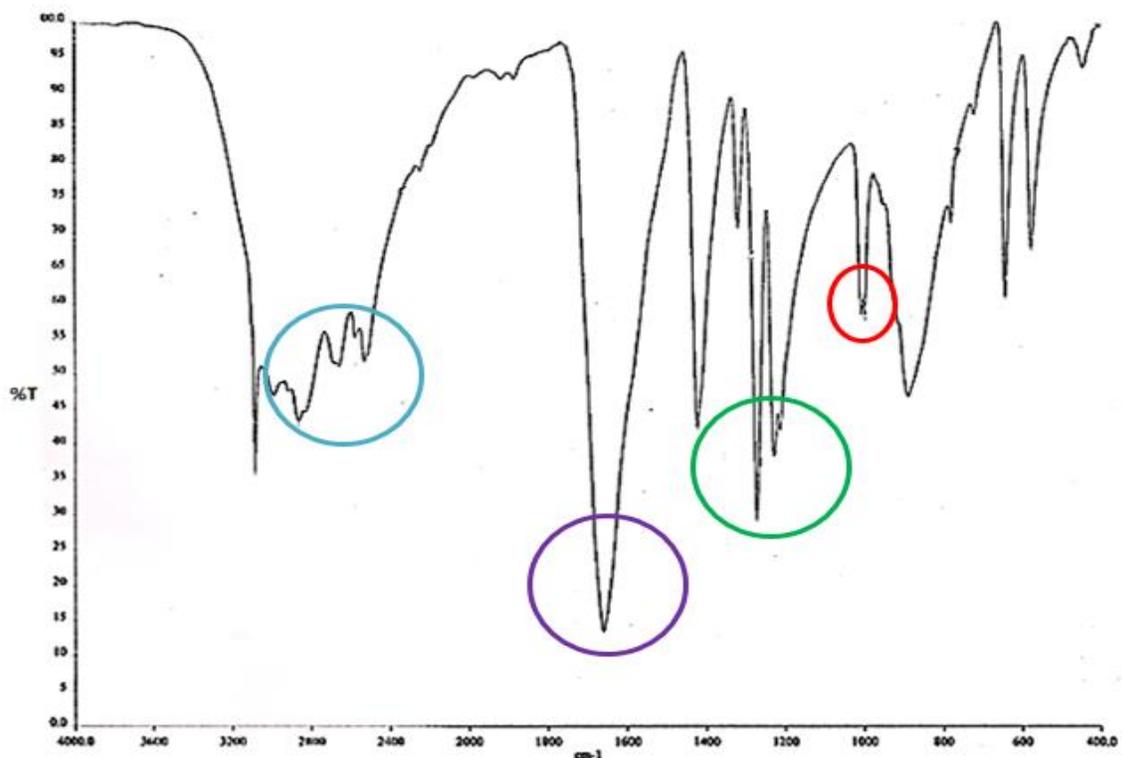
De los resultados de eficiencia de masas, el valor más alto obtenido en este parámetro fue en la parrilla y la canastilla y el cual es de 0.2 (considerando que el valor máximo de este factor es 1).

Entendiendo que del cálculo al factor de aceptabilidad ambiental podemos identificar que tan limpia es una reacción basándose en la cantidad de residuos. De acuerdo a nuestro estudio la fuente de calentamiento menos limpia es el horno de microondas convencional, la cual tiene un valor de

6.2 g de residuo por gramo de producto, que es el más alto en las cuatro fuentes de calentamiento. Otro valor que llama la atención es el valor obtenido para el horno de microondas de síntesis el cual fue de 5.7 en promedio y que es mucho más alto de lo que se esperaba ya que muchas veces se considera a esta fuente de calentamiento una opción más limpia. La parrilla, es la que presenta el factor de aceptabilidad ambiental más bajo, siendo de 3.1.

A continuación (Figura 5.3) se presenta el espectro infrarrojo del ácido fumárico con la cual se caracterizó.

En morado se resalta la banda característica de un carbonilo, en azul se muestran las bandas anchas y características de los ácidos carboxílicos, en verde se encuentran señaladas las bandas de estiramiento/torsión del carboxilo y en rojo la banda característica de un alqueno trans, con lo cual podemos afirmar la presencia del producto.



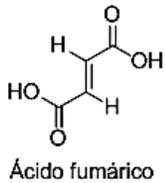
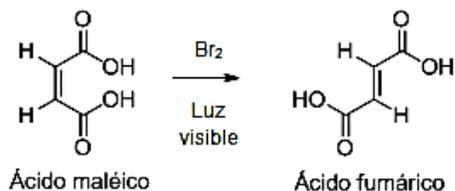
Frecuencias presentes en el espectro (cm <sup>-1</sup> )				
3082	2248	1319 (Torsión/estiramiento del carboxilo)	983 (Flexión asimétrica de los hidrógenos)	
2986 (estiramiento del OH)	1919	1271	889	
2659 (estiramiento del OH)	1886	1228	780	
2532 (estiramiento del OH)	1659 (estiramiento del carbonilo)	1212	721	
2578 (estiramiento del OH)	1421 (Torsión/estiramiento del carboxilo)	1008	643	

Figura 5.3

**I. Nombre del experimento:**

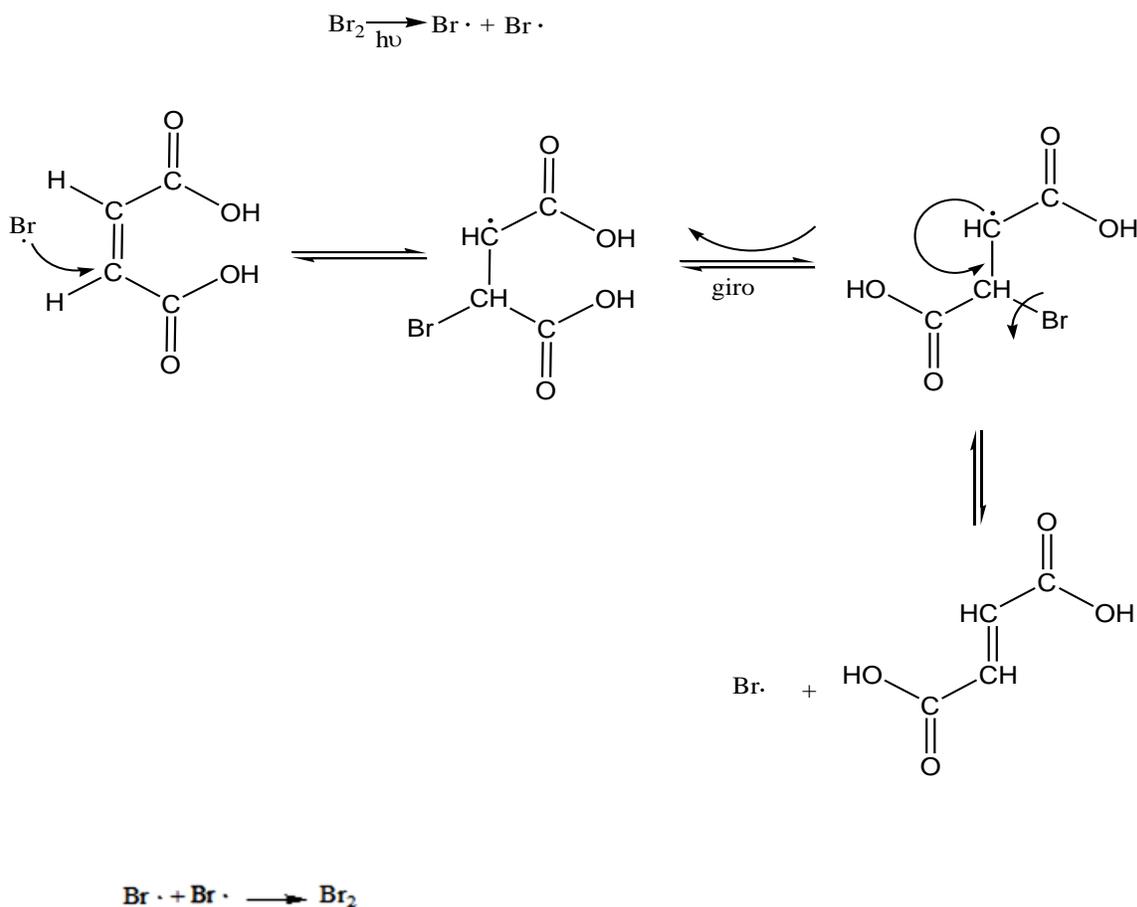
***Isomería Geométrica (Alternativa I)***

**II. Reacción**



**Figura 5.4**

**Mecanismo:**



**Figura 5.5**

**III. Tipo de reacción:**

Isomerización

**IV. Técnicas experimentales aplicables:**

Filtración y recristalización.

**V. Reactivos:**

**a) Cantidad (masa molecular):**

Reactivo	Cantidad
Ácido maléico	3.75 g
Agua destilada	5 mL
Bromo	4 gotas

**b) Código de riesgo**

Ácido maléico.- Corrosivo. Provoca grave irritación ocular y posibles quemaduras. Causa irritación a la piel y a las vías respiratorias. Puede ser nocivo si se ingiere o absorbe a través de la piel.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	1	0	A

Bromo.- Sustancia altamente tóxica por inhalación, ingestión o por contacto directo con la piel.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	0	3	B

Agua de bromo.- Sustancia altamente nociva por inhalación, ingestión o por contacto directo con la piel.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	0	0	B

### c) Reactividad

Sustancia	Incompatibilidad
Ácido maléico	Agentes oxidantes fuertes, agentes reductores fuertes, bases fuertes, la humedad. También es incompatible con aminas y metales alcalinos.
Bromo	Puede reaccionar con vapor de agua para producir humos tóxicos y corrosivos de ácido hipobromoso y bromuro de hidrógeno. Ataca la mayoría de los metales, reacciona violentamente con aluminio, titanio, mercurio, y potasio. Incompatible con agentes reductores, combustibles, y muchos productos químicos orgánicos.

**d) Toxicidad**

Sustancia	Toxicidad
Ácido maléico	LD <sub>50</sub> (oral, rata): 708 mg/kg LD <sub>50</sub> (piel, conejo): 1560 mg/kg Test irritación (ojos, conejo): 100 mg/72 h/ muy irritante Test de sensibilización (piel, conejos): 500 mg/24 h/ leve
Bromo	Oral rat LD <sub>50</sub> : 2600 mg/kg; Inhalación rat LC <sub>50</sub> : 2700 mg/m <sup>3</sup>

**VI. Productos:**

**e) Cantidad (masa molecular)**

Producto	Cantidad
Ácido fumárico	3.75 g

**f) Código de riesgo**

Ácido fumárico.- Sustancia nociva que causa necrosis visibles en la piel o corroe el acero o el aluminio



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
1	1	0	A

***g) Reactividad***

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidad</b>
Ácido fumárico	Oxidantes fuertes, bases fuertes, metales alcalinos, aminos, y carbonatos

***h) Toxicidad***

<b>Sustancia</b>	<b>Toxicidad</b>
Ácido fumárico	LD <sub>50</sub> Rata-Oral = 9300 mg / kg LD <sub>50</sub> Ratón, IPR: = 100 mg / kg Piel: Conejo, 500 mg / 24 h Ojo: Conejo, 100 mg / kg / 24 h

**VII. Equipo requerido:**

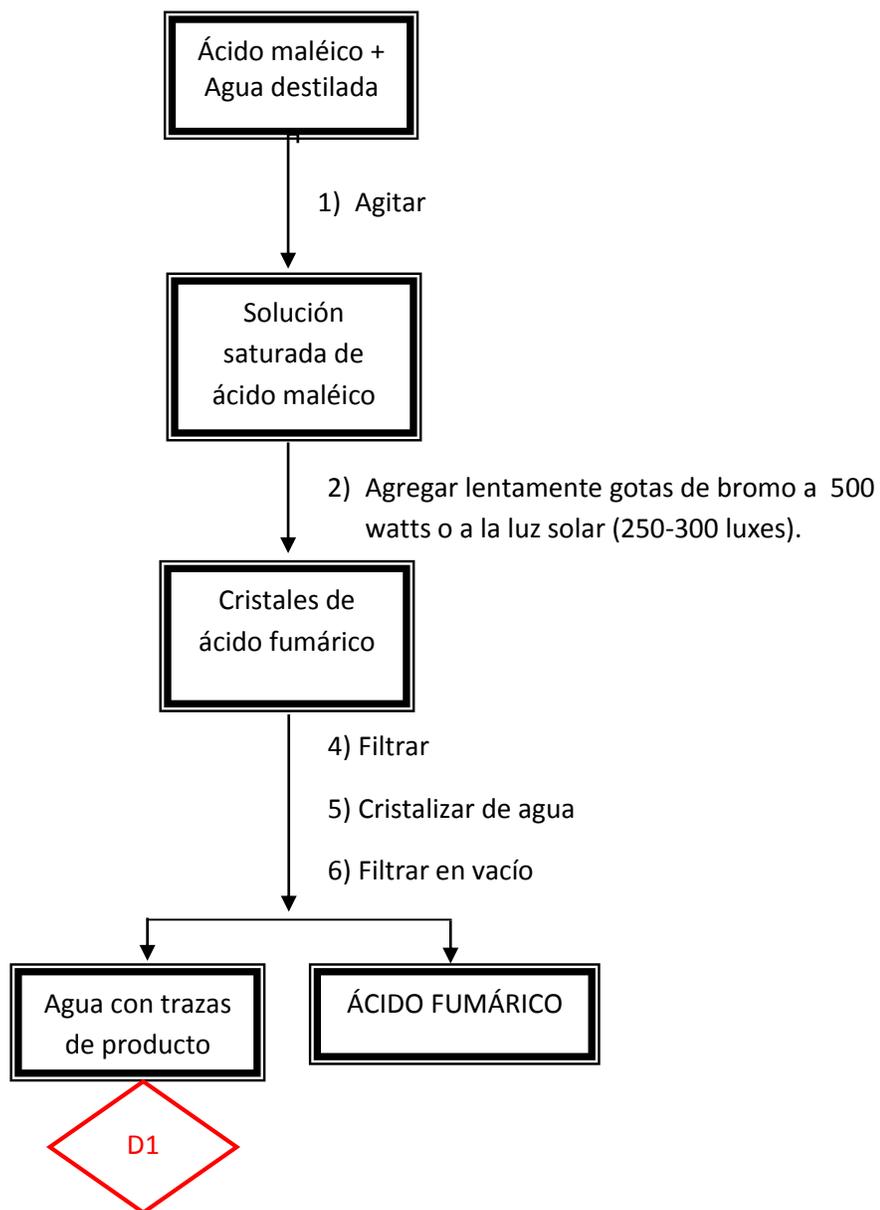
<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Foco de 300 watts	1
Matraz volumétrico de 100 mL	1
Pipeta volumétrica de 20 mL	1
Pipeta graduada 10 mL	2
Propipeta	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1
Embudo Büchner con alargadera	1
Matraz Kitasato	1

### **VIII. Procedimiento y diagrama del proceso:**

1. Preparar solución saturada de ácido maléico.
  - 1.1 Pesar 3.75 g de ácido maléico.
  - 1.2 Agregar lentamente 5 mL de agua destilada, hasta disolver totalmente el ácido.
2. En un matraz aforado de 25 mL colocar 5 mL de la solución saturada de ácido maléico.
3. Agregar lentamente 2 gotas de bromo.
4. Exponer el matraz a la luz de foco de 500 watts hasta la aparición de cristales o a la luz solar.
5. Detener la reacción cuando no se observe más la formación de cristales.
6. Filtrar al vacío.
7. Recristalizar de agua
8. Determinar punto de fusión del ácido fumárico y compararlo con el de la materia prima.
9. Pesar el producto obtenido.

**Diagrama ecológico**

**Obtención de ácido fumárico**



**D1:** Desechar neutro.

## IX. Evaluación ambiental:

### a) Economía atómica

*Economía atómica teórica*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
$C_6H_4O_4$	116.1	4C, 4O, 4H	116.1	---	0.0
Total 4C, 4H, 4O	116.1	4C, 4O, 4H	116.1	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{PM \text{ de átomos utilizados}}{PM \text{ de todos los reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{116.1 \frac{g}{mol}}{116.1 \frac{g}{mol}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = 100$$

*Economía atómica experimental*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	(116.1)(0.032)= 3.75	4C, 4O, 4H	(116.1)(0.032)= 3.75	---	0.0
Total 4C, 4H, 4O	3.75	4C, 4O, 4H	3.15	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{\text{Rendimiento teórico}}{\text{Masa total de reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{3.75 \text{ g}}{3.75 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = 100$$

**b) Rendimiento**

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{2.34 \text{ g}}{3.75} * 100$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 62.26$$

**c) Masa del producto deseado**

$$\text{Masa} = 3.75 \text{ g}$$

**d) Suma de las masas de entrada**

$$\text{Suma de las masas de entrada} = 3.75 \text{ g} + 5 \text{ g} + 0.1 \text{ g} = 8.85 \text{ g}$$

**e) Eficiencia de masas**

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{\text{Masa del producto deseado}}{\text{Suma de las masas de entrada}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{3.75 \text{ g}}{8.85 \text{ g}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = 0.42$$

**f) Factor de aceptabilidad ambiental E**

$$E = \frac{\text{g de residuo}}{\text{g de producto}}$$

$$E = \frac{5.1 \text{ g}}{3.75 \text{ g}}$$

$$E = 1.36$$

**X. Identificación del producto:**

Determinar el p.f. del ácido fumárico y compararlo con el de la materia prima.

## XI. Resultados

**Tabla 5.6.** Resultados de los experimentos de síntesis de ácido fumárico usando Br<sub>2</sub> como catalizador y un foco de 500 Watts.

Obtención de ácido fumárico										
Fuente catalítica: Br <sub>2</sub> (usando un foco de 500 Watts para generar bromo radicalico)										
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	tr (min)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas (producto crudo)	Factor de aceptabilidad ambiental	Imagen real	Imagen térmica
1	100	42	10	3.75	62.26	8.85	0.26	1.3		
2	100	42	10	3.75	62.43	8.85	0.26	1.3		
3	100	42	10	3.75	77.33	8.85	0.33	0.8		
4	100	42	10	3.75	69.49	8.85	0.25	1.0		

**Tabla 5.7.** Resultados de los experimentos de síntesis de ácido fumárico usando Br<sub>2</sub> como catalizador y luz solar.

Obtención de ácido fumárico									
Fuente catalítica: Br <sub>2</sub> (usando luz solar:250-300 luxes para generar bromo radicalico)									
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	tr (min)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas (producto crudo)	Factor de aceptabilidad ambiental	
1	100	42	15	3.75	94.1	8.85	0.40	0.5	
2	100	42	15	3.75	88.4	8.85	0.37	0.9	
3	100	42	15	3.75	93.4	8.85	0.40	1.0	
4	100	42	15	3.75	97.3	8.85	0.41	0.7	



**Figura 5.6** Síntesis de ácido fumárico usando luz solar.

<b>Resumen de los resultados</b>		
	Foco 500 Watts	Luz solar
Economía atómica teórica (%)	<b>100</b>	<b>100</b>
Economía atómica experimental (%)	<b>42</b>	<b>42</b>
Rendimiento (%)	67.9	<b>93.3</b>
Eficiencia de masas	0.3	<b>0.4</b>
Factor de aceptabilidad ambiental	1.1	<b>0.8</b>

**Tabla 5.8.** Resumen de los resultados de los experimentos de síntesis de ácido fumárico usando  $\text{Br}_2$  como catalizador.

En las tablas anteriores se muestran los resultados de los experimentos que se llevaron a cabo utilizando por un lado un foco de 500 watts y por el otro luz solar para romper la molécula de Bromo.

En la tabla 5.8 podemos observar la comparación de resultados entre una fuente y otra. En el caso de la economía atómica tanto teórica como experimental se obtuvo el mismo resultado del cálculo para ambos casos.

En el caso del rendimiento el más alto le corresponde a el uso de luz solar con un 93.3%, el cual es bastante elevado si lo comparas con el caso del foco en el cual en promedio se obtuvo un rendimiento de 67.9%.

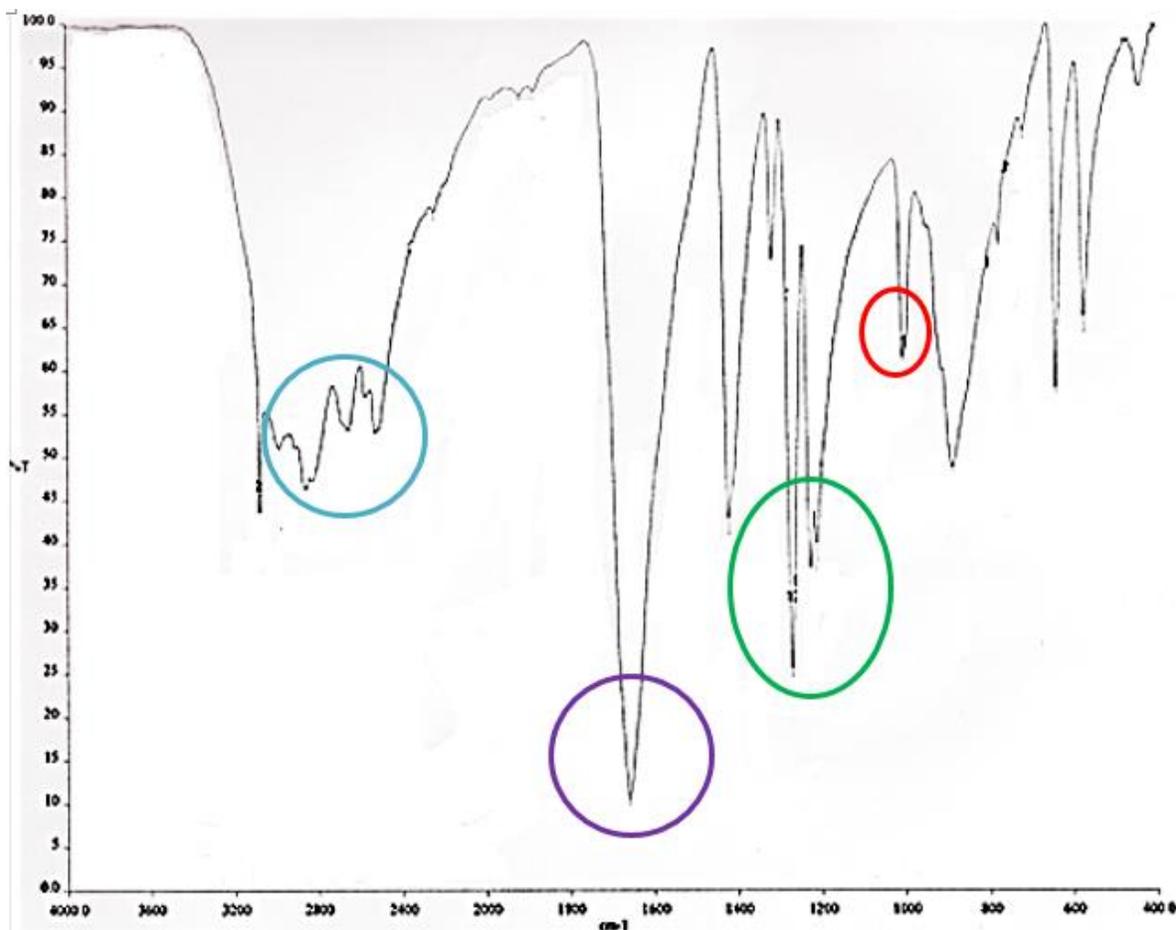
Para el caso de la eficiencia de masas los resultados no son tan alejados, sin embargo la mejor opción es el uso de luz solar que posee un valor promedio de 0.4, el cual es el valor más cercano a uno que es el valor ideal en este parámetro.

El mejor valor de factor de aceptabilidad ambiental es 0.8 gramos de residuo por gramo de producto, y el cual corresponde también al uso de luz solar, considerando que el valor ideal es cero.

Por lo tanto, para esta alternativa de obtención de ácido fumárico la mejor opción es el uso de luz solar, ya que posee los mejores porcentajes de rendimiento (94.1, 88.4, 93.4, 97.3), la eficiencia de masas más elevada (0.4) y el factor de aceptabilidad ambiental más pequeño (0.8), lo cual indica que es la opción que produce menos residuos durante la síntesis.

A continuación (Figura 5.7) se presenta el espectro infrarrojo del ácido fumárico con la cual se caracterizó.

En morado se resalta la banda característica de un carbonilo, en azul se muestran las bandas anchas y características de los ácidos carboxílicos, en verde se encuentran señaladas las bandas de estiramiento/torsión del carboxilo y en rojo la banda característica de un alqueno trans, con lo cual podemos afirmar la presencia del producto.



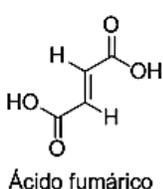
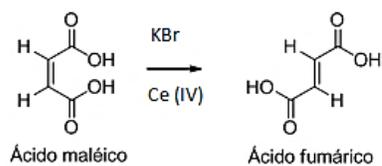
3082	2531 (estiramiento del OH)	1319 (Torsión/estiramiento del carboxilo)	889	 <p>Ácido fumárico</p>
2985 (estiramiento del OH)	2248	1271	780	
2858 (estiramiento del OH)	1919	1227	721	
2656 (estiramiento del OH)	1659 (estiramiento del carbonilo)	1211	643	
2577 (estiramiento del OH)	1422 (Torsión/estiramiento del carboxilo)	986 (Flexión asimétrica de los hidrógenos)	577	

Figura 5.7

**I. Nombre del experimento:**

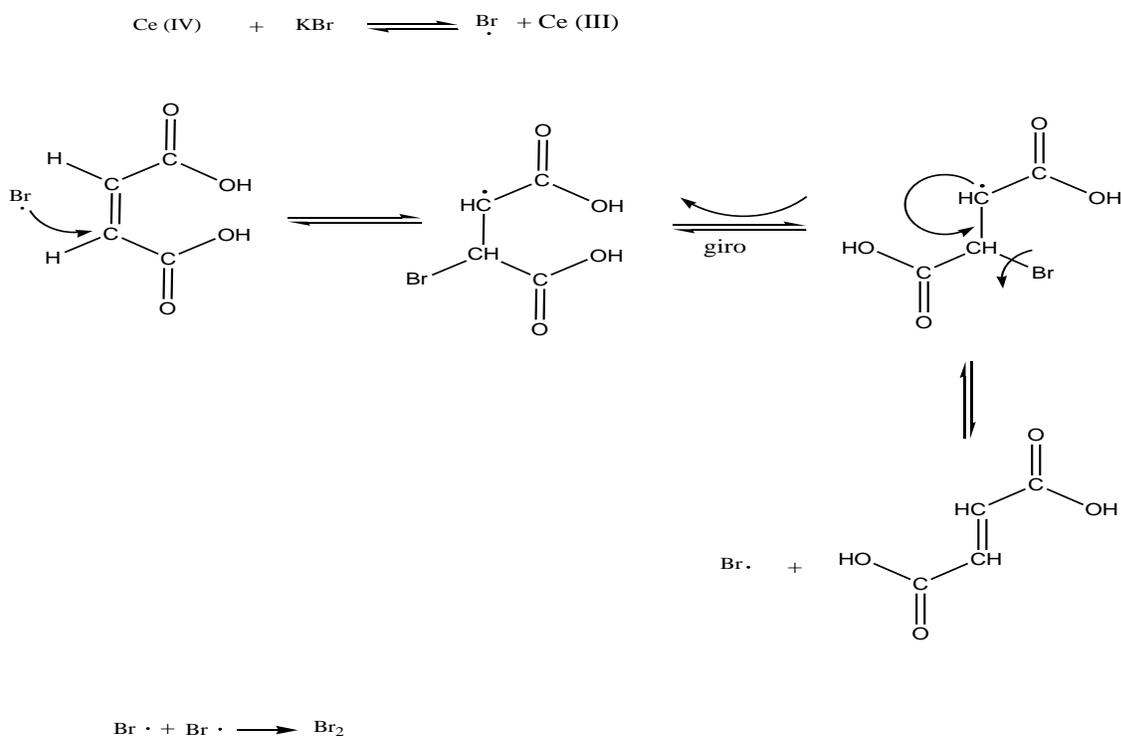
***Isomería Geométrica (Alternativa II)***

**II. Reacción**



**Figura 5.8**

**III. Mecanismo de reacción:**



**Figura 5.9**

**IV. Tipo de reacción:**

Isomerización

**V. Técnicas experimentales aplicables:**

Filtración.

**VI. Reactivos:**

***a) Cantidad (masa molecular):***

Reactivo	Cantidad
Ácido maléico	1.45 g
Bromuro de potasio	0.15 g
Nitrato de amonio cérico	0.20 g
Ácido Sulfúrico 1N	23 mL

***b) Código de riesgo***

Ácido maléico.- Corrosivo. Provoca grave irritación ocular y posibles quemaduras. Causa irritación a la piel y a las vías respiratorias. Puede ser nocivo si se ingiere o absorbe a través de la piel.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	1	0	A

Bromuro de potasio.- Irritante para los ojos, la piel y vías respiratorias.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
1	0	0	A

Nitrato de amonio cérico.- Oxidante. Irritante y nocivo leve.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
1	0	3	A

Ácido sulfúrico.- Corrosivo, provoca quemaduras. Irritante, Irrita vías respiratorias.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	0	2	B

**c) Reactividad**

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidad</b>
Ácido maléico	Agentes oxidantes fuertes, agentes reductores fuertes, bases fuertes, la humedad. También es incompatible con aminas y metales alcalinos.
Bromuro de potasio	Oxidantes fuertes, ácidos fuertes y sales de metales pesados. Reacciona explosivamente con trifloruro de bromo.
Nitrato de amonio cérico	Incompatibilidades: material orgánico fibroso, como la celulosa (riesgo de incendio), sustancias inflamables y combustibles (se incrementa riesgo de incendio), agentes reductores fuertes, aluminio en polvo, cianuros, esterres y fosfuros, sodio cianuro y sodio hipofosfito, cloruro estanoso y tiocianatos.
Ácido sulfúrico	Reacción exotérmica con el agua. Reacciones violentas y formación de gases tóxicos en contacto con sustancias incompatibles. Incompatibilidad con sustancias alcalinas, oxidantes, metales reductores, sustancias orgánicas. Se generan gases peligrosos tras el contacto con cianuros, sulfuros o carburos. A temperaturas altas libera óxidos de azufre.

**d) Toxicidad**

<b>Sustancia</b>	<b>Toxicidad</b>
Ácido maléico	LD <sub>50</sub> (oral, rata): 708 mg/kg LD <sub>50</sub> (piel, conejo): 1560 mg/kg Test irritación (ojos, conejo): 100 mg/72h/muy irritante Test sensibilización (piel, conejos): 500 mg/24h/leve
Bromuro de potasio	ORL-RAT LD <sub>50</sub> :3070 mg/kg ORL-MUS LD <sub>50</sub> :3120 mg/kg
Nitrato de amonio cerico	No reportado
Ácido sulfúrico	ORAL (LD <sub>50</sub> , RATA) = 2.140 mg/kg (solución al 25 %) INHALACION LD <sub>50</sub> , RATA) = 510 mg/m <sup>3</sup> (ácido puro) Hay pruebas suficientes de que la exposición ocupacional a nieblas de ácidos inorgánicos fuertes que contienen ácido sulfúrico es cancerígena para los humanos.

**VII. Productos:**

**a) Cantidad (masa molecular)**

Producto	Cantidad
Ácido fumárico	1.45 g

**b) Código de riesgo**

Ácido fumárico.- Sustancia que causa necrosis visibles en la piel o corroe el acero o el aluminio



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
1	1	0	A

**c) Reactividad**

Sustancia	Incompatibilidad
Ácido fumárico	Oxidantes fuertes, bases fuertes, metales alcalinos, aminos, y carbonatos

***d) Toxicidad***

<b>Sustancia</b>	<b>Toxicidad</b>
Ácido fumárico	LD <sub>50</sub> Rata-Oral = 9300 mg / kg LD <sub>50</sub> Ratón, IPR: = 100 mg / kg Piel: Conejo, 500 mg / 24 h Ojo: Conejo, 100 mg / kg / 24 h

**VIII. Equipo requerido:**

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Matraz aforado de 25 mL	1	Agitador magnético	1
Espátula	1	Matraz kitasato	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Barra magnética	1	Embudo para sólidos	3
Embudo Büchner con alargadera	1		

**IX. Procedimiento y diagrama del proceso:**

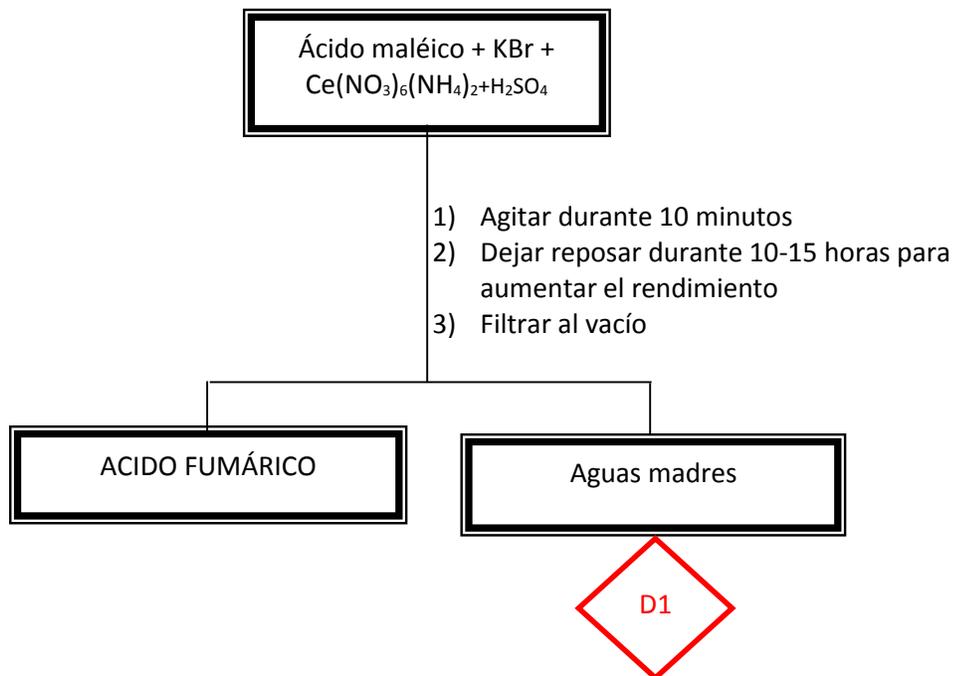
1. En un matraz aforado de 25 mL colocar 0.20 g de Nitrato de amonio cérico, 0.15g de bromuro de potasio y 1.45g de ácido maléico
2. Llevar al aforo con ácido sulfúrico 1N, agregar lentamente dentro del matraz aforado
3. Verter la solución en un matraz Erlenmeyer de 25 mL y agitar durante 20 minutos
4. Dejar reposando la mezcla de reacción por 10-16 horas para aumentar el rendimiento
5. Filtrar al vacío
6. Determinar punto de fusión del ácido fumárico y compararlo con el de la materia prima
7. Pesar el producto obtenido.

NOTAS:

- ★ Determinar el punto de fusión en el aparato de Fisher-Johns, caliente hasta 250°C y observe si funde o no el producto obtenido.

**Diagrama ecológico**

**Isomería Geométrica**



D1: Desechar neutro

**X. Evaluación ambiental:**

**a) Economía atómica**

*Economía atómica teórica*

<b>Reactivos (fórmula)</b>	<b>Peso de reactivos (PM)(moles usados)</b>	<b>Átomos utilizados</b>	<b>Peso de átomos utilizados (PM)(moles)</b>	<b>Átomos no utilizados</b>	<b>Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)</b>
C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	116.1	4C, 4O, 4H	116.1	---	0.0
Total 4C, 4O, 4H	116.1	4C, 4O, 4H	116.1	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{PM \text{ de átomos utilizados}}{PM \text{ de todos los reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{116.1 \frac{g}{mol}}{116.1 \frac{g}{mol}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = 100$$

*Economía atómica experimental*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	(116.1)(0.01249)= 1.45	4C, 4O, 4H	(116.1)(0.01249)= 1.45	---	0.0
Total 4C, 4O, 4H	1.45	4C, 4O, 4H	1.45	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{\text{Rendimiento teórico}}{\text{Masa total de reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{1.45 \text{ g}}{1.45 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = 100$$

**b) Rendimiento**

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.171 \text{ g}}{1.47 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 79.8$$

**c) Masa del producto deseado**

$$\text{Masa} = 1.45 \text{ g}$$

**d) Suma de las masas de entrada**

$$\begin{aligned} \text{Suma de las masas de entrada} &= 1.45\text{g} + 0.20\text{g} + 0.15\text{g} + 23\text{g} \\ &= 24.8\text{g} \end{aligned}$$

**e) Eficiencia de masas**

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{\text{Masa del producto deseado}}{\text{Suma de las masas de entrada}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{1.45 \text{ g}}{24.8 \text{ g}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = 0.06$$

**f) Factor de aceptabilidad ambiental**

$$E = \frac{\text{g de residuo}}{\text{g de producto}}$$

$$E = \frac{22.5 \text{ g}}{1.2 \text{ g}}$$

$$E = 18.75$$

**g) Tratamiento de residuos**

**D1:** Desechar neutro

**XI. Identificación del producto:**

Determinar el p.f. del ácido fumárico y compararlo con el de la materia prima.

## XII. Resultados

**Tabla 5.8.** Resultados de la síntesis del ácido fumárico usando Br<sub>2</sub> como catalizador y una sal de Ce (IV) para romper la molécula de bromo.

Obtención de ácido fumárico							
Fuente catalítica: Br <sub>2</sub> (usando Ce(IV) para generar bromo radicalico)							
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas (producto crudo)	Factor de aceptabilidad ambiental
1	100	100	1.45	79.8	24.8	0.05	19.3
2	100	100	1.45	84.1	24.8	0.05	16.7
3	100	100	1.45	80.1	24.8	0.05	16.9



**Figura 5.10** Reacción en función del tiempo, de izquierda a derecha al inicio de la agitación, después de agitarlo (10 minutos) y transcurridas 10 horas en reposo.

Esta técnica alternativa posee un valor del 100% en el cálculo de energía atómica tanto teórica como experimental, lo cual no se observaba en el caso de la técnica tradicional (energía atómica experimental es de 19.9 en el mejor de los casos) y el de la alternativa I (energía atómica experimental es de 42). Lo que indica que la opción que posee las

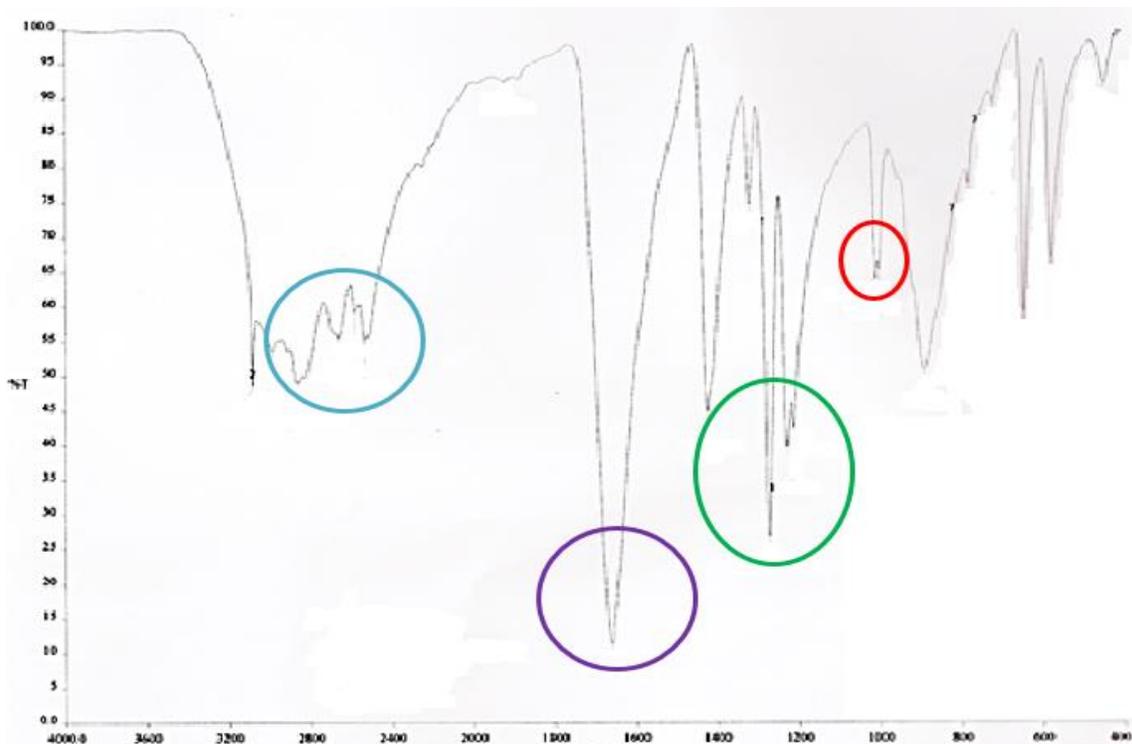
condiciones experimentales más eficientes de las tres esta técnica, recordando que estas tres primeras técnicas son para la obtención de un mismo producto, el ácido fumárico.

El rendimiento promedio de esta técnica es bastante alto es de 81.3.

Lo destacable de esta técnica es que posee valores de eficiencia de masas muy bajos (0.05) y factores de aceptabilidad ambiental muy altos (17.6), es decir, tiene una muy baja eficiencia de masas y se producen 17.6 gramos de residuo por gramo de producto.

A continuación (Figura 5.11) se presenta el espectro infrarrojo del producto ácido fumárico con la cual se caracterizó.

En morado se resalta la banda característica de un carbonilo, en azul se muestran las bandas anchas y características de los ácidos carboxílicos, en verde se encuentran señaladas las bandas de estiramiento/torsión del carboxilo y en rojo la banda característica de un alqueno trans, con lo cual podemos afirmar la presencia del producto.



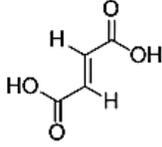
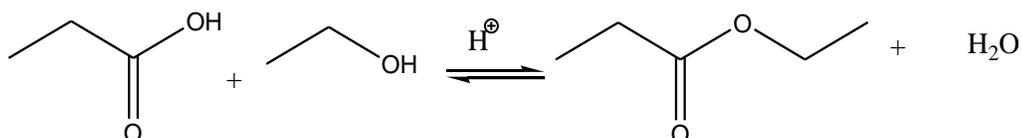
3082	2531 (estiramiento del OH)	1319 (Torsión/estiramiento del carboxilo)	986 (Flexión asimétrica de los hidrógenos)	 Ácido fumárico
2985 (estiramiento del OH)	2248	1271	889	
2858 (estiramiento del OH)	1919	1227	780	
2656 (estiramiento del OH)	1659 (estiramiento del carbonilo)	1211	721	
2577 (estiramiento del OH)	1422 (Torsión/estiramiento del carboxilo)	1008	643	

Figura 5.11

**I. Nombre del experimento:**

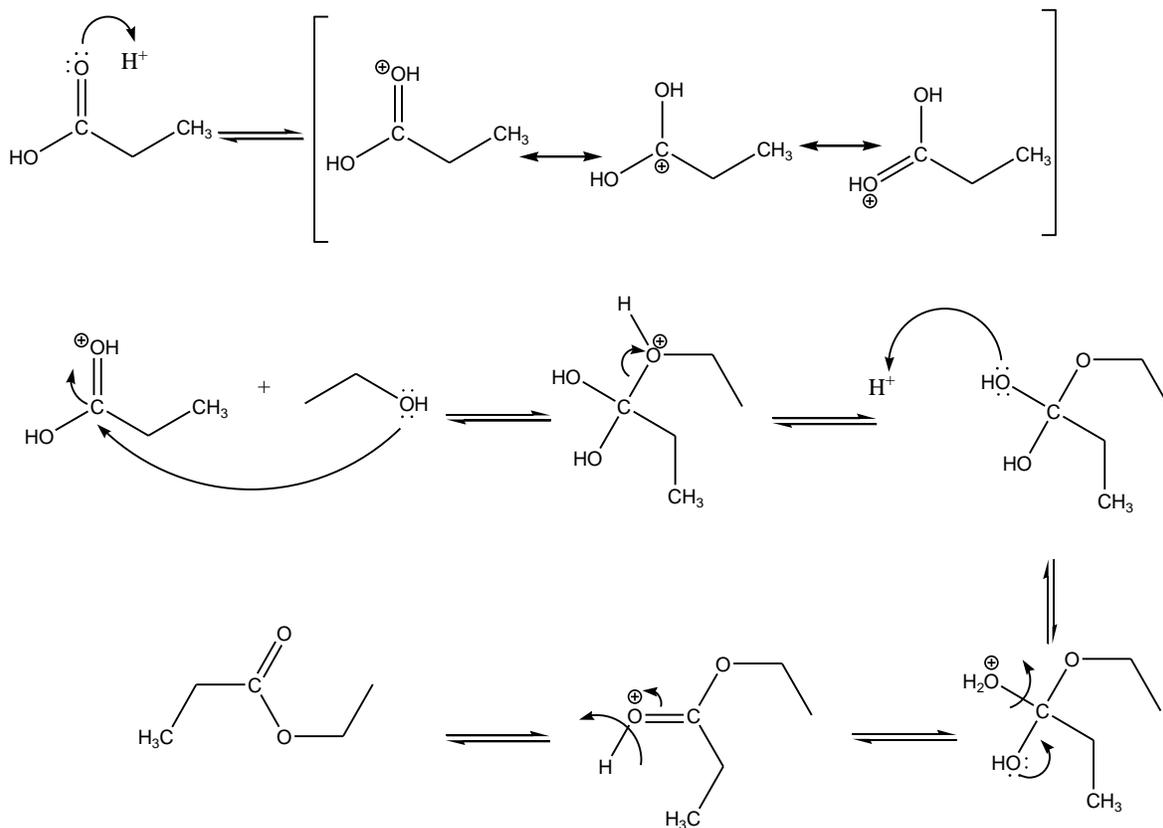
***Obtención de propionato de etilo***

**II. Reacción**



**Imagen 5.12**

**III. Mecanismo:**



**Imagen 5.13**

**IV. Tipo de reacción:**

Esterificación.

**V. Técnicas experimentales aplicables:**

Calentamiento a baño maría, adición gota a gota.

**VI. Reactivos:**

**a) Cantidad (masa molecular):**

Reactivo	Cantidad
Ácido propiónico	1.8 mL
Etanol	1.2 mL
Ácido sulfúrico concentrado	0.4 mL

**b) Código de riesgo**

Ácido propiónico.- Sustancia corrosiva, provoca quemaduras.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	2	1	B

Etanol.- Sustancia inflamable. Nocivo- irritante y reactivo leves.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	3	1	B

Ácido sulfúrico concentrado.- Corrosivo.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	0	2	B

### c) Reactividad

Sustancia	Incompatibilidad
Ácido propiónico	Reacciona violentamente con agentes oxidantes, bases fuertes, agentes reductores, aminas. Reacciona con metales pulverizados para producir hidrogeno gaseoso, que es inflamable y explosivo. Corrosivo para el plomo, acero y níquel.
Etanol	Incompatible con agentes oxidantes, cáusticos, ácido sulfúrico, ácido nítrico, aminas alifáticas e isocianatos.
Ácido sulfúrico	Reacción exotérmica con el agua. Reacciones violentas y formación de gases tóxicos en contacto con sustancias incompatibles. Incompatibilidad con sustancias alcalinas, oxidantes, metales reductores, sustancias orgánicas. Se generan gases peligrosos tras el contacto con cianuros, sulfuros o carburos. A temperaturas altas libera óxidos de azufre.

***d) Toxicidad***

<b>Sustancia</b>	<b>Toxicidad</b>
Ácido propiónico	Es tóxico para organismos acuáticos. No presenta toxicidad aguda en anfibios, pero algunos estudios han mostrado malformaciones en embriones de rana expuestos a ácido propiónico. Es ligeramente tóxico para el zooplancton. En peces su toxicidad varía de ligera a prácticamente nula. No es tóxico para insectos. Este compuesto tiene actividad fungicida y microbicida, y puede ser usado como conservador.
Etanol	LD <sub>50</sub> (oral en ratas): 13 mL/kg México: CPT: 1900 mg/m <sup>3</sup> (1000 mL/L) Alcohol desnaturalizado: LDLo (oral en humanos): 1400 mg/kg. LD <sub>50</sub> (oral en ratas): 7060 mg/kg. LC <sub>50</sub> (inhulado en ratas): 20000 ppm /10 h Niveles de irritación a piel de conejos: 500 mg/ 24h, severa. Niveles de irritación a ojos de conejos: 79 mg, 100 mg/24h, moderada.
Ácido sulfúrico	ORAL (LD <sub>50</sub> , RATA) = 2.140 mg/kg (solución al 25 %) INHALACION (LC <sub>50</sub> , RATA) = 510 mg/m <sup>3</sup> (ácido puro) Hay pruebas suficientes de que la exposición ocupacional a nieblas de ácidos inorgánicos fuertes que contienen ácido sulfúrico es cancerígena para los humanos.

**VII. Productos:**

***a) Cantidad (masa molecular)***

<b>Producto</b>	<b>Cantidad</b>
Propionato de etilo	1.1 mL

**b) Código de riesgo**

Propionato de etilo.- Fácilmente inflamable



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
1	3	0	B

**c) Reactividad**

Sustancia	Incompatibilidad
Propionato de etilo	Evitar el calor, llamas y chispas. Evitarlos agentes oxidantes.

**d) Toxicidad**

Sustancia	Toxicidad
Propionato de etilo	Toxicidad aguda: · Valores LD/ LC <sub>50</sub> (dosis letal /dosis letal = 50%) relevantes para la clasificación: Oral LD <sub>50</sub> 8732 mg/kg (rata) Inhalatorio LCLo 100 mg/L

### VIII. Equipo requerido:

Material	Cantidad
Matraz bola 25 mL	1
T de destilación	1
Refrigerante de agua con mangueras	1
Termómetro	1
Portatermómetro	1
colector	1
Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1
Pipeta graduada de 5 mL	3
Vaso de precipitados de 250 mL	1
Parrilla	1

### IX. Procedimiento y diagrama del proceso:

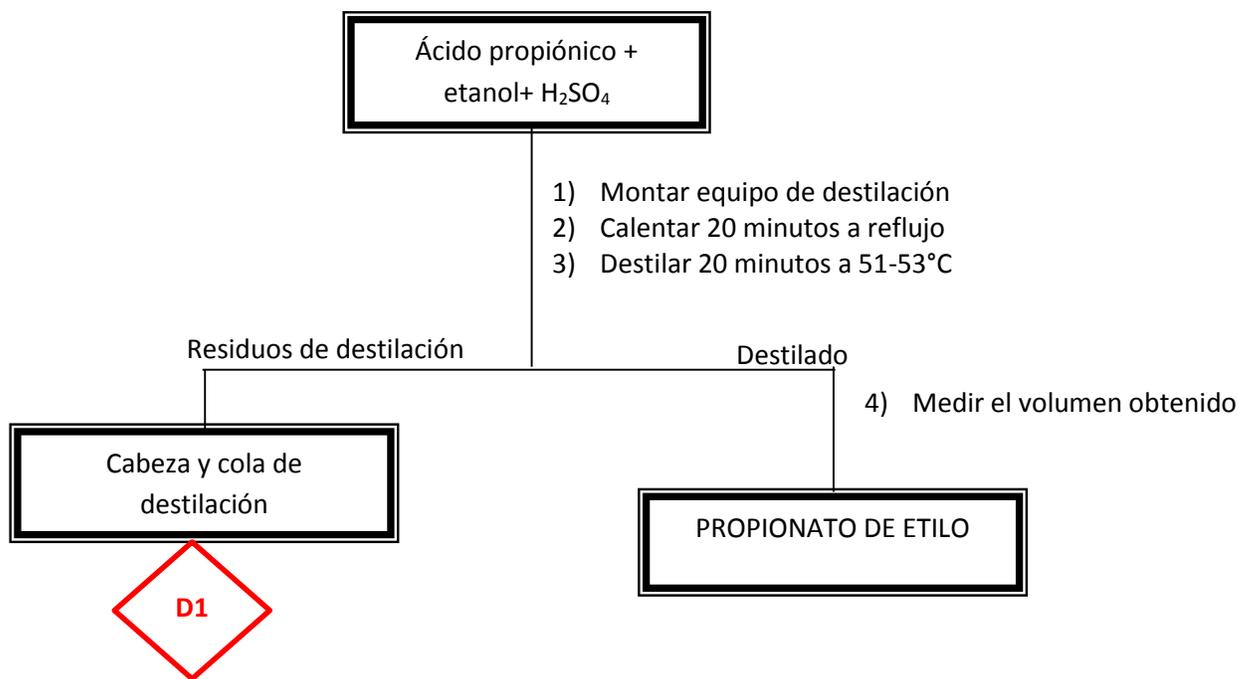
1. Colocar 1.85 mL de ácido propiónico, 0.4 mL de ácido sulfúrico concentrado y 1.6 mL de etanol dentro del matraz bola de 25 mL
2. Montar un equipo de destilación
3. Calentar 20 minutos a reflujo y otros 20 minutos más de destilación a 51-53°C
4. Al finalizar la destilación se puede detectar el olor del propionato de etilo, abanicando la boca del matraz Erlenmeyer de 10 mL donde se colectó el mismo
5. Medir el volumen del producto obtenido
6. Obtener punto de ebullición
7. Pesarse el residuo que se quedó en el matraz bola al término de la destilación

#### NOTAS:

- ★ La reacción debe realizarse en una campana, usando goggles y guantes
- ★ El  $H_2SO_4$  es usado como catalizador de la reacción

**Diagrama ecológico**

**Formación de un éster (obtención del propionato de etilo)**



**D1.** Verificar si el porcentaje de etanol es menor al 25%, si es menor desechar neutra la solución y si es mayor recuperar el disolvente por destilación.

**X. Evaluación ambiental:**

**a) Economía atómica**

*Economía atómica teórica*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	74.08	3C, 2O, 6H	74.08	---	0.0
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	46.07	2C, O, 6H	46.07	---	0.0
Total 5C, 12H, 3O	120.15	5C,12H,3O	120.15	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{PM \text{ de átomos utilizados}}{PM \text{ de todos los reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = \frac{120.15 \frac{g}{mol}}{120.15 \frac{g}{mol}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Teórica} = 100$$

*Economía atómica experimental*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	(74.08)(0.0247)=1.83g	3C, 2O, 6H	(74.08)(0.0247)=1.83g	---	0.0
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	(46.07)(0.0206)=0.95g	2C, O, 6H	(46.07)(0.0206)=0.95g	---	0.0
Total 5C,12H,3O	2.78 g	5C,12H,3O	2.78 g	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{\text{Rendimiento teórico}}{\text{Masa total de reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{2.51g}{2.78g} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = 90.29$$

**b) Rendimiento**

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{\text{Rendimiento experimental}}{\text{Rendimiento teórico}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.64}{2.8} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 57.5$$

**c) Masa del producto deseado**

$$\text{Masa} = 2.51g$$

**d) Suma de las masas de entrada**

Suma de las masas de entrada = 3.49g

**e) Eficiencia de masas**

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{\text{Masa del producto deseado}}{\text{Suma de las masas de entrada}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{2.51g}{3.49g}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = 0.72$$

**f) Factor de aceptabilidad ambiental**

$$E = \frac{\text{g de residuo}}{\text{g de producto}}$$

$$E = \frac{1.973g}{1.62g}$$

$$E = 1.2$$

**g) Energía requerida**

Energía = Potencia usada \* tiempo del experimento

$$\text{Energía} = 175 \frac{J}{s} \times 2400s$$

$$\text{Energía} = 419 kJ$$

**XI. Identificación del producto:**

Obtener punto de ebullición.

Espectroscopia de IR

**XII. Análisis de resultados**

**Tabla 5.9.** Resultados de la síntesis del propionato de etilo a partir de ácido propiónico.

<b>Obtención de propionato de etilo</b>								
Fuente de calentamiento: parrilla								
# de experimento	Volumen de ácido propiónico (mL)	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas	Factor de aceptabilidad ambiental
1	2	100	90	2.85	57.5	3.49	0.72	1.2
2	2	100	90	2.85	59.6	3.49	0.72	1.0
3	2	100	90	2.85	63.2	3.49	0.72	0.9

En la tabla 5.9 se observa que tanto la economía atómica teórica como la experimental son bastante altas, la primera posee el valor máximo que es de 100% y la segunda esta solo un poco más abajo con 90%, lo cual nos indica que tanto la eficiencia inherente a la reacción como las condiciones experimentales están bien optimizadas en la técnica.

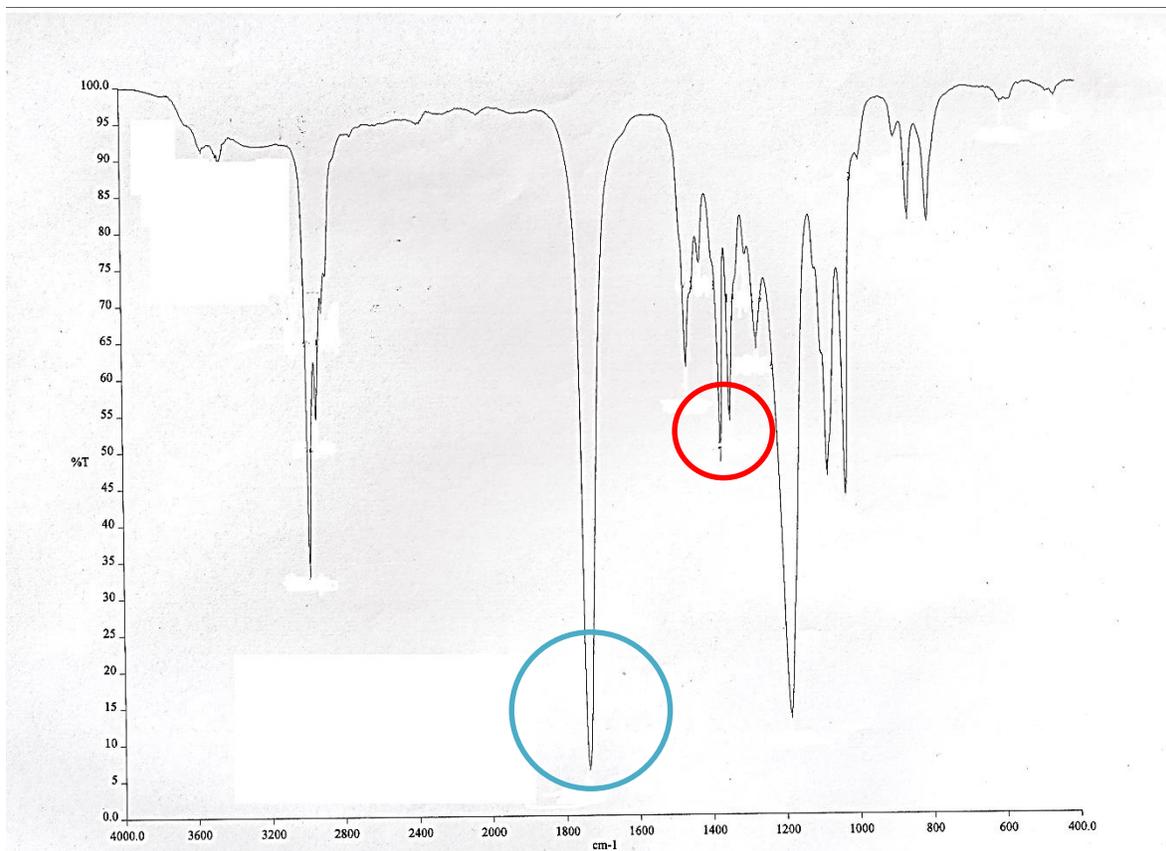
Sin embargo, los porcentajes de rendimiento son bastante bajos, solo por encima del 50%, esto puede deberse a que esta reacción es una reacción que se encuentra en equilibrio, por lo que, a pesar de que se trata de sacar el producto del medio de reacción no se logra una conversión total de reactivos a productos. Los bajos porcentajes también se le pueden atribuir a que no se usa etanol anhidro ya que incrementaría el precio de la práctica en docencia, así que el etanol que se usa posee una cantidad considerable (11%) de agua que hidroliza el éster formado.

En el caso de la eficiencia de masas podemos notar que es bastante elevada, es de 0.72 y si consideramos que el valor esperado es el de uno. Por lo que podemos concluir que es una técnica con alta eficiencia de masas.

Los valores de factor de aceptabilidad ambiental son muy cercanos a uno, por lo que sabemos que por cada gramo de producto se producen aproximadamente un gramo de residuo también.

A continuación (Figura 5.14) se presenta el espectro infrarrojo del producto propionato de etilo con la cual se caracterizó.

La banda marcada con azul es una banda intensa y característica del estiramiento del carbonilo, y las bandas marcadas con rojo una de mayor intensidad que la otra, representan los estiramientos simétricos y asimétricos del carbonilo. Y a pesar de que es una reacción en equilibrio, con la destilación del producto a medida que se forma podemos obtener un producto sin presencia de agua como se puede observar en el espectro anterior.



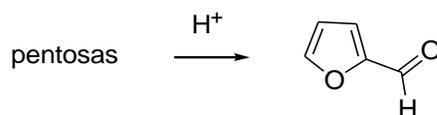
3553	<b>1735 (Estiramiento del carbonilo)</b>	1273	894	
3456	1464	1185	859	
2983	1426	1082	806	
2944	<b>1346 (estiramientos simétricos y asimétricos)</b>	1043	604	
2909	<b>1300 (estiramientos simétricos y asimétricos)</b>	991	457	

**Figura 5. 14**

**I. Nombre del experimento:**

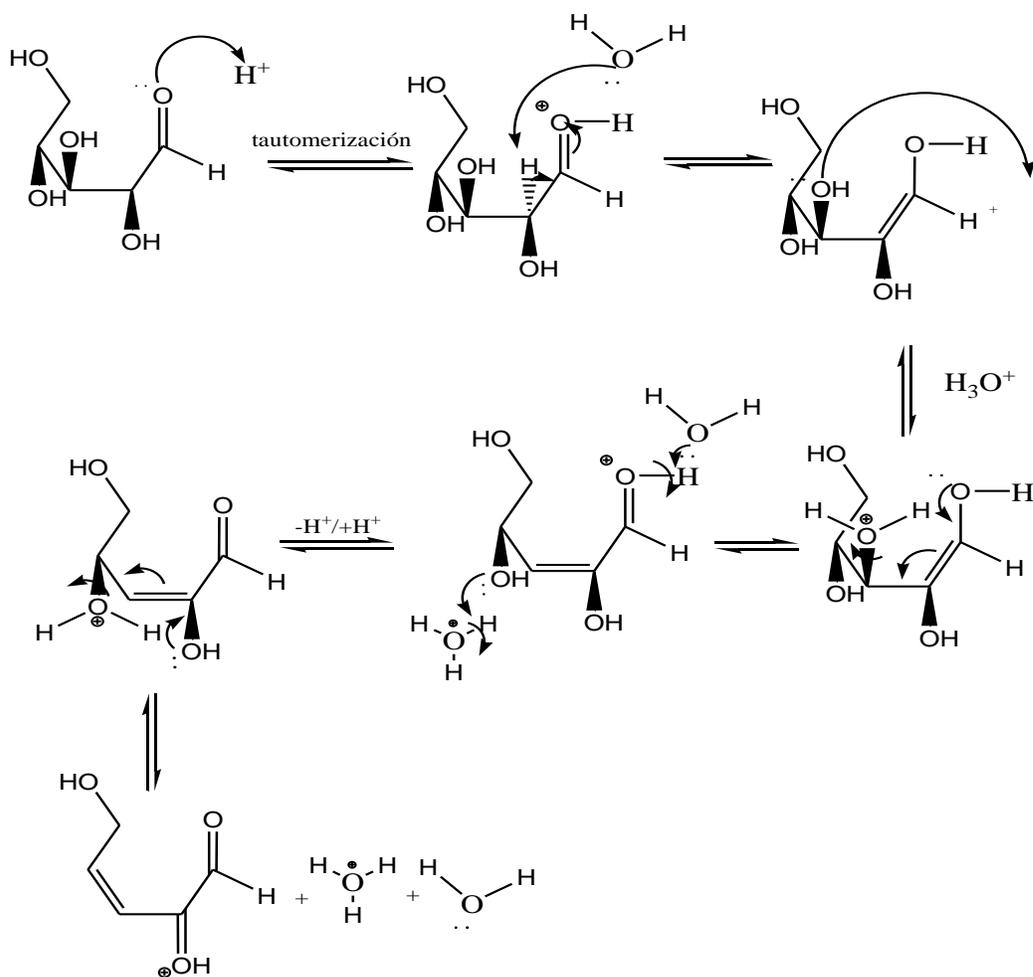
***Síntesis de furfural***

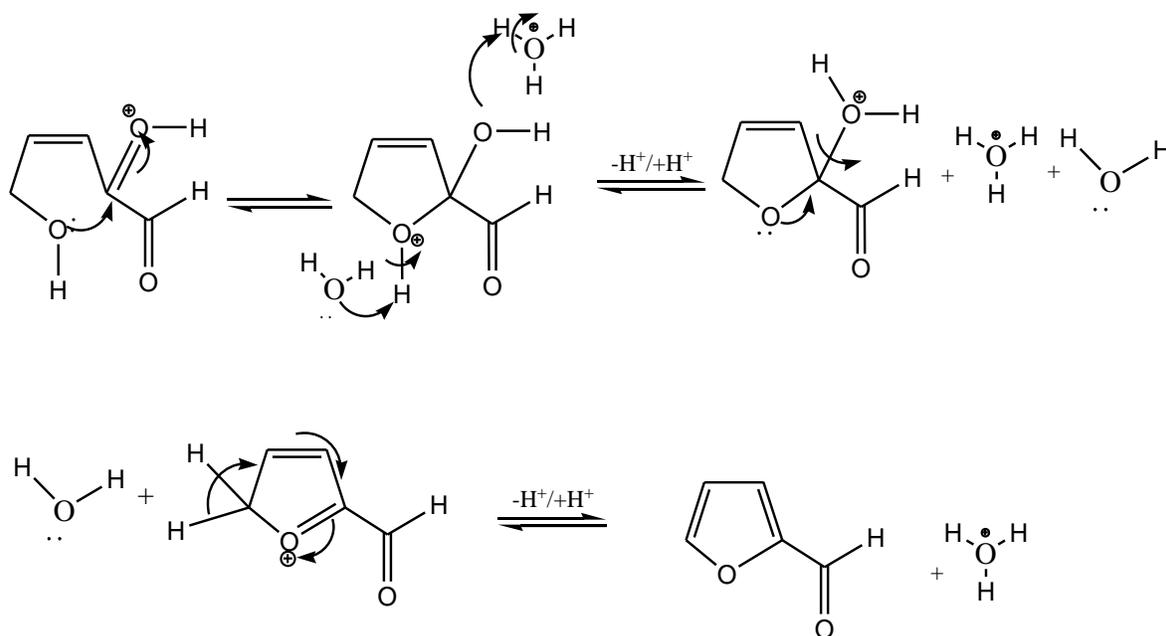
**II. Reacción**



**Figura 5.15**

**III. Mecanismo:**





**Figura 5.16**

**IV. Tipo de reacción:**

Deshidratación y ciclación intramolecular

**V. Técnicas experimentales aplicables:**

Microondas, extracción y destilación simple.

**VI. Reactivos:**

**a) Cantidad (masa molecular):**

Reactivo	Cantidad
Ácido sulfúrico al 20%	40 mL o 100
Cloruro de sodio	El necesario
Diclorometano	15 mL
Sulfato de sodio anhidro	El necesario
Materia prima de pentosas	7.5 g

**b) Código de riesgo**

Ácido sulfúrico.- Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. Nocivo para los organismos acuáticos.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	0	2	B

Cloruro de sodio.- No se considera una sustancia peligrosa.

Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
1	0	0	A

Diclorometano.- Nocivo. Posibles efectos cancerígenos. Carcinógeno. Efecto del órgano de blanco. Dañino si se ingiere. Irritante



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	0	0	B

Sulfato de sodio.- No se considera una sustancia peligrosa.

Salud	Inflamabilidad	Reactividad	Protección
1	1	2	A

**c) Reactividad**

Sustancia	Incompatibilidad
Ácido sulfúrico	Bases, haluros, materiales orgánicos, carburos, fulminatos, nitratos, picratos, cianuros, cloratos, haluros alcalinos, sales de zinc, permanganatos, por ejemplo, permanganato de potasio, peróxido de hidrógeno, azidas, percloratos., nitrometano, fósforo. Reacciona violentamente con: ciclopentadieno, oxima de ciclopentadieno, nitroarilaminas, disiliciuro de hexalio, óxido de fósforo (III), metales en polvo.
Cloruro de sodio	Litio, bromo, trifluoruro, hierro y cemento
Diclorometano	Reacciona con Metales alcalinos, Aluminio, Agentes oxidantes fuertes, Bases, Aminas, Magnesio, Ácidos y bases fuertes, Compuestos de vinilo
Sulfato de sodio	En combinación con aluminio y magnesio explota a 800°C, incompatible con acidos minerales y bases fuertes

**d) Toxicidad**

Sustancia	Toxicidad
Ácido sulfúrico	Oral LD <sub>50</sub> LD <sub>50</sub> Oral - rata - 2,140 mg/kg Inhalación LC <sub>50</sub> LC <sub>50</sub> Inhalación - rata - 2 h - 510 mg/m <sup>3</sup> Piel - conejo - Extremadamente corrosivo y destructivo para los tejidos. Ojos - conejo - Grave irritación de los ojos Toxicidad para los peces LC <sub>50</sub> - Gambusia affinis (Pez mosquito) - 42 mg/L- 96 h
Cloruro de sodio	LD <sub>50</sub> (oral - rata): 3000 mg/kg.
Diclorometano	LD <sub>50</sub> Oral - rata - 1,600 mg/kg Observaciones: Conducta: Ataxia

	<p>LC<sub>50</sub> Inhalación - rata - 52,000 mg/m<sup>3</sup>                  Piel - conejo - Irritación de la piel - 24 h                  Ojos - conejo - Ligera irritación en los ojos - 24 h                  Genotoxicidad in vivo - rata - Oral                  Carcinogenicidad - rata - Inhalación                  Tumorigeno: Cancerígeno según los criterios RTECS Endocrinos: Tumores                  Evidencia limitada de carcinogenicidad en estudios con animales</p>
Sulfato de sodio	Toxicidad oral aguda (LD <sub>50</sub> ): 5989 mg/kg [ratón].

## VII. Productos:

### a) Cantidad (masa molecular)

Producto	Cantidad
Furfural	4.8g

### b) Código de riesgo

Furfural.- Inflamable. Efecto del órgano blanco. Tóxico por inhalación. Tóxico por ingestión. Irritante. Fotosensibilizante



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
4	2	0	C

***c) Reactividad***

<b>Sustancia</b>	<b>Incompatibilidad</b>
Furfural	Evitar aire, humedad, luz, calor, llamas y chispas. Materias que deben evitarse: Oxidantes, Ácidos fuertes

***d) Toxicidad***

<b>Sustancia</b>	<b>Toxicidad</b>
Furfural	<p>LD<sub>50</sub> Oral - rata - 65 mg/kg</p> <p>LC<sub>50</sub> Inhalación - rata - 6 h - 175 ppm</p> <p>Piel - conejo - Irritación de la piel - 24 h</p> <p>Ojos - conejo - Moderada irritación de los ojos - 24 h</p> <p>Mutagenicidad en células germinales</p> <p>Genotoxicidad in vitro - ratón - linfocito</p> <p>mutación en células somáticas de mamíferos</p> <p>Genotoxicidad in vitro - Humanos - células HeLa</p> <p>inhibición de ADN</p> <p>Genotoxicidad in vitro - Humanos - linfocito</p> <p>intercambio de cromátides</p> <p>Carcinogenicidad</p> <p>Carcinogenicidad - rata - Oral</p> <p>Tumorígeno: Tumorígeno sin pruebas concluyentes según los criterios del RTECS</p> <p>Hepáticos: Tumores</p> <p>Posiblemente cancerígeno</p> <p>Evidencia limitada de carcinogenicidad en estudios con animales</p> <p>LC<sub>50</sub> - Pimephales promelas (Piscardo de cabeza gorda) - 32 mg/L - 96 h</p> <p>EC<sub>50</sub> - Daphnia magna (Pulga de mar grande) - 29 mg/L - 24 h</p>

**VIII. Equipo requerido:**

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Matraz balón de 100 mL	1
Refrigerante	1
Cabeza de destilación	1
Embudo de separación	1
Bomba de agua	1
Vaso de precipitados de 250 mL	1
Soporte universal	2
Probeta de 50 mL	1
Embudo de vidrio	1
Anillo de fierro	1
Parrilla de calentamiento	1

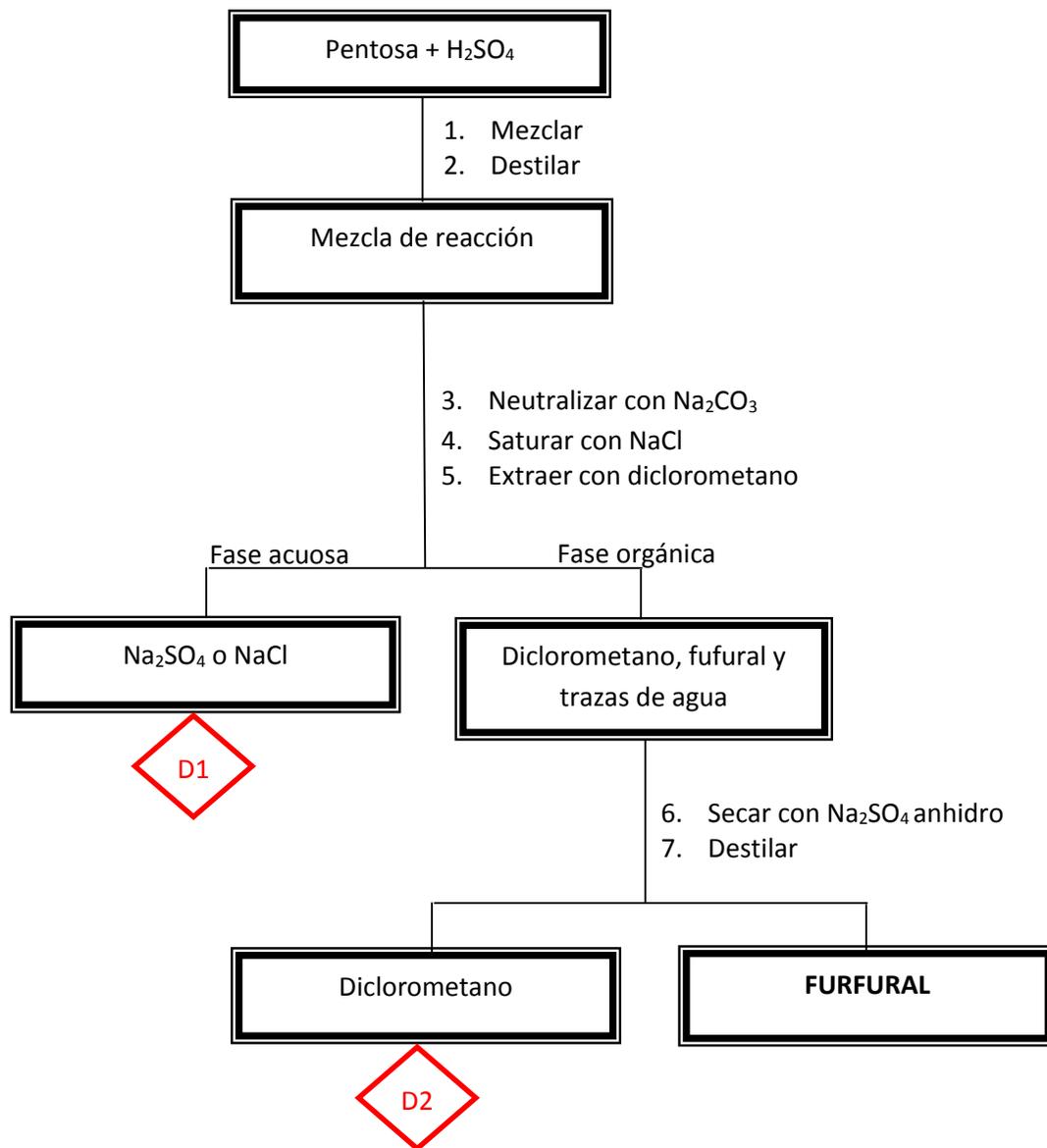
## **IX. Procedimiento y diagrama del proceso:**

1. Pesar 7.5 g de cáscara de papa ó aserrín, molido al tamaño de un grano de maíz o menor, y colocarlos en un matraz balón de 100 mL con 50 mL de solución de ácido sulfúrico al 20%, (o HCl al 12 %) tapar el matraz y guardarlo así durante 8 días
2. Calentar por microondas diferentes muestras del macerado durante diferentes tiempos 5, 10, 20, 30 y 40 min. (para conocer las mejores condiciones para la reacción)
3. Después de este tiempo dejar enfriar la mezcla de reacción, filtrar y lavar el residuo con pequeños volúmenes de agua que se juntan con el filtrado
4. Saturar el filtrado con NaCl
5. Extraer el furfural de la solución acuosa con de 15 mL de diclorometano
6. Secar el extracto con  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidro y filtrar o decantar para eliminarlo
7. Destilar el diclorometano hasta que en el matraz quede un residuo aceitoso color amarillo y olor característico
8. Determinar el volumen de producto para calcular el rendimiento.

Nota: como la cantidad de producto suele ser muy pequeña es difícil medir el volumen, por lo que es aconsejable pesar el matraz con el que se va a realizar la destilación para determinar la cantidad de producto por diferencia de peso.

**Diagrama ecológico**

***Síntesis de furfural***



D1: Desechar neutro

D2: Guardar para su posterior reutilización

**X. Evaluación ambiental:**

**a) Economía atómica**

*Economía atómica teórica*

<b>Reactivos (fórmula)</b>	<b>Peso de reactivos (PM)(moles usados)</b>	<b>Átomos utilizados</b>	<b>Peso de átomos utilizados (PM)(moles)</b>	<b>Átomos no utilizados</b>	<b>Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)</b>
C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub>	150 g/mol	5C, 10H, 5O	150 g/mol	3O, 6H	54 g/mol
Total 5C, 10H, 5O	150 g/mol	5C, 10H, 5O	150 g/mol	3O, 6H	54 g/mol

$$\% \text{ de Economía Atómica} = \frac{PM \text{ de átomos utilizados}}{PM \text{ de todos los reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica} = \frac{96 \frac{g}{mol}}{150 \frac{g}{mol}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica} = 64$$

*Economía atómica experimental*

Reactivos (fórmula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub>	(150)(0.0666)=10	5C, 10H, 5O	(150)(0.0666)=10	3O, 6H	54 g/mol
Total 5C, 10H, 5O	10g	5C, 10H, 5O	10g	3O, 6H	54 g/mol

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{\text{Rendimiento teórico}}{\text{Masa total de reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = \frac{6.4 \text{ g}}{10 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Experimental} = 64$$

**b) Rendimiento**

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{0.21 \text{ g}}{4.8 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 4.2$$

**c) Masa del producto deseado**

$$\text{Masa} = 4.8 \text{ g}$$

**d) Suma de las masas de entrada**

$$\text{Suma de las masas de entrada} = 119.5 \text{ g}$$

**e) Eficiencia de masas**

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{\text{Masa del producto deseado}}{\text{Suma de las masas de entrada}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{4.8 \text{ g}}{119.5 \text{ g}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = 0.04$$

**f) Factor de aceptabilidad ambiental E**

$$E = \frac{119 \text{ g de residuo}}{4.8 \text{ g de producto}}$$

$$E = 24.8$$

**XI. Identificación del producto:**

Pruebas de identificación:

a) En un tubo de ensayo coloque 3 gotas de la solución de 3,4-dinitrofenilhidracina y de una a dos gotas del residuo aceitoso. Observe la formación de un sólido de color naranja, en caso de que este no aparezca, caliente el tubo unos minutos a baño maría.

**D3:** Filtrar la solución, el sólido se manda a incineración y las aguas madres se destilan en rotavapor para recuperar el etanol. Guardar el etanol destilado para posterior purificación y reutilización. Deseche la cola de destilado con líquidos para incinerar.

b) A un pedazo de papel impregnado con acetato de anilina, adicione una gota del residuo aceitoso; observe el color que toma

el papel. Una prueba positiva queda indicada por la formación de un color rojo cereza en el papel.

**D4:** Enviar a incineración

- c) En un frasco vial coloque 3 gotas de nitrato de plata, 1 gota de NaOH al 5%, y una gota de NH<sub>4</sub>OH (debe de disolver el sólido formado en caso contrario adicione otra gota de NH<sub>4</sub>OH), adicione 2 ó 3 gotas de residuo aceitoso, mezcle en forma homogénea el contenido del tubo y caliente unos minutos en baño maría. Observe la formación de un espejo de plata que se deposita en las paredes del vial. Una vez observado el espejo trátelo con HNO<sub>3</sub> hasta la disolución total.

**D5:** llevar a pH=1 con HNO<sub>3</sub>. Agregar NaCl, sal marina y dejar reposar un día. Se formará un precipitado blanco que es AgCl el cual se filtra y se guarda. La solución se neutraliza y se desecha.

## **XII. Análisis de resultados**

**Tabla 5.10.** Resultados de la síntesis de furfural usando aserrín como materia prima.

Obtención de furfural a partir de aserrín											
Fuente de calentamiento: parrilla											
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas	Factor de aceptabilidad ambiental	Energía requerida (KJ)	Pruebas de identificación		
									Pba. 2,4-DNFH	Papel con acetato de anilina	Pba. Espejo de plata
1	64	64	4.8	4.2	119.5	0.04	24.8	2513	√	√	√
2	64	64	4.8	4.2	119.5	0.04	24.8	2513	√	√	√
3	64	64	4.8	4.2	119.5	0.04	24.8	2513	√	√	√

**Tabla 5.11.** Resultados de la síntesis de furfural usando aserrín como materia prima.

Obtención de furfural a partir de aserrín											
Fuente de calentamiento: horno de microondas											
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas	Factor de aceptabilidad ambiental	Energía requerida (KJ)	Pruebas de identificación		
									Pba. 2,4-DNFH	Papel con acetato de anilina	Pba. Espejo de plata
1	64	64	4.8	4.2	119.5	0.04	24.8	2094	√	√	√
2	64	64	4.8	4.2	119.5	0.04	24.8	2094	√	√	√
3	64	64	4.8	4.2	119.5	0.04	24.8	2094	√	√	√

**Tabla 5.12** Resultados de la síntesis de furfural usando cascara de papa como materia prima.

Obtención de furfural a partir de papa											
Fuente de calentamiento: parrilla											
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas	Factor de aceptabilidad ambiental	Energía requerida (KJ)	Pruebas de identificación		
									Pba. 2,4-DNFH	Papel con acetato de anilina	Pba. Espejo de plata
1	64	64	4.8	4.2	52.3	0.09	10.8	2513	√	√	√
2	64	64	4.8	4.2	52.3	0.09	10.8	2513	√	√	√
3	64	64	4.8	4.2	52.3	0.09	10.8	2513	√	√	√

**Tabla 5.13.** Resultados de la síntesis de furfural usando cascara de papa como materia prima.

Obtención de furfural a partir de papa											
Fuente de calentamiento: horno de microondas											
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas	Factor de aceptabilidad ambiental	Energía requerida (KJ)	Pruebas de identificación		
									Pba. 2,4-DNFH	Papel con acetato de anilina	Pba. Espejo de plata
1	64	64	4.8	4.2	52.3	0.09	10.8	2094	√	√	√
2	64	64	4.8	4.2	52.3	0.09	10.8	2094	√	√	√
3	64	64	4.8	4.2	52.3	0.09	10.8	2094	√	√	√

**Tabla 5.14.** Resumen de resultados de la síntesis de furfural.

<b>Resumen de los resultados</b>		
	Aserrín	Papa
Economía atómica teórica (%)	<b>64</b>	<b>64</b>
Economía atómica experimental (%)	<b>64</b>	<b>64</b>
Rendimiento (%)	<b>4.2</b>	<b>4.2</b>
Eficiencia de masas	0.04	<b>0.09</b>
Factor de aceptabilidad ambiental	24.8	<b>10.8</b>

A pesar de que la cantidad de materia prima es elevada (7.5 g) se obtiene poca cantidad de producto por lo que se obtienen rendimientos muy bajos y solo varia por centésimas entre uno y otro experimento, así mismo esta cantidad solo sirvió para realizar las tres pruebas de identificación descritas anteriormente.

Ambas economías atómicas poseen el 64 % en ambos casos, por lo cual no se puede hacer una comparación en estos factores entre las dos materias primas.

En el caso de la eficiencia de masas, los valores en ambos casos son muy parecidos pero en la papa es un poco más elevado, casi 0.1, por lo que es la materia prima con la que se obtiene mayor eficiencia de masas.

Para el parámetro de factor de aceptabilidad ambiental observamos valores muy altos en ambos casos, pero el valor de la papa también en este parámetro es el mejor con 10.8 g de residuo por gramo de producto.

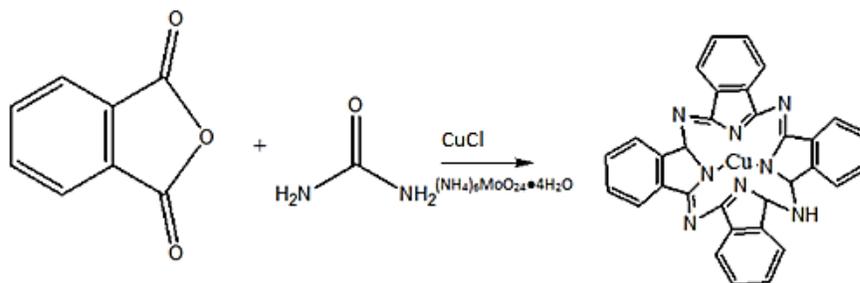
Ambas materias primas son muy parecidas pero en los únicos dos parámetros en los que existen valores diferentes, es en la eficiencia de masas y en el factor de aceptabilidad ambiental y en ambos casos la mejor opción es el uso de cascará de papa, el cual considerado muchas veces un residuo.

Para la identificación se realizaron las pruebas descritas anteriormente en el procedimiento, en los cuales en ambos casos, tanto con aserrín como con cascara de papa, salieron positivas y la única diferencia observable es que en la prueba con acetato de anilina los productos obtenidos a partir de furfural mostraban una coloración más oscura que los obtenidos a partir de la papa.

**I. Nombre del experimento:**

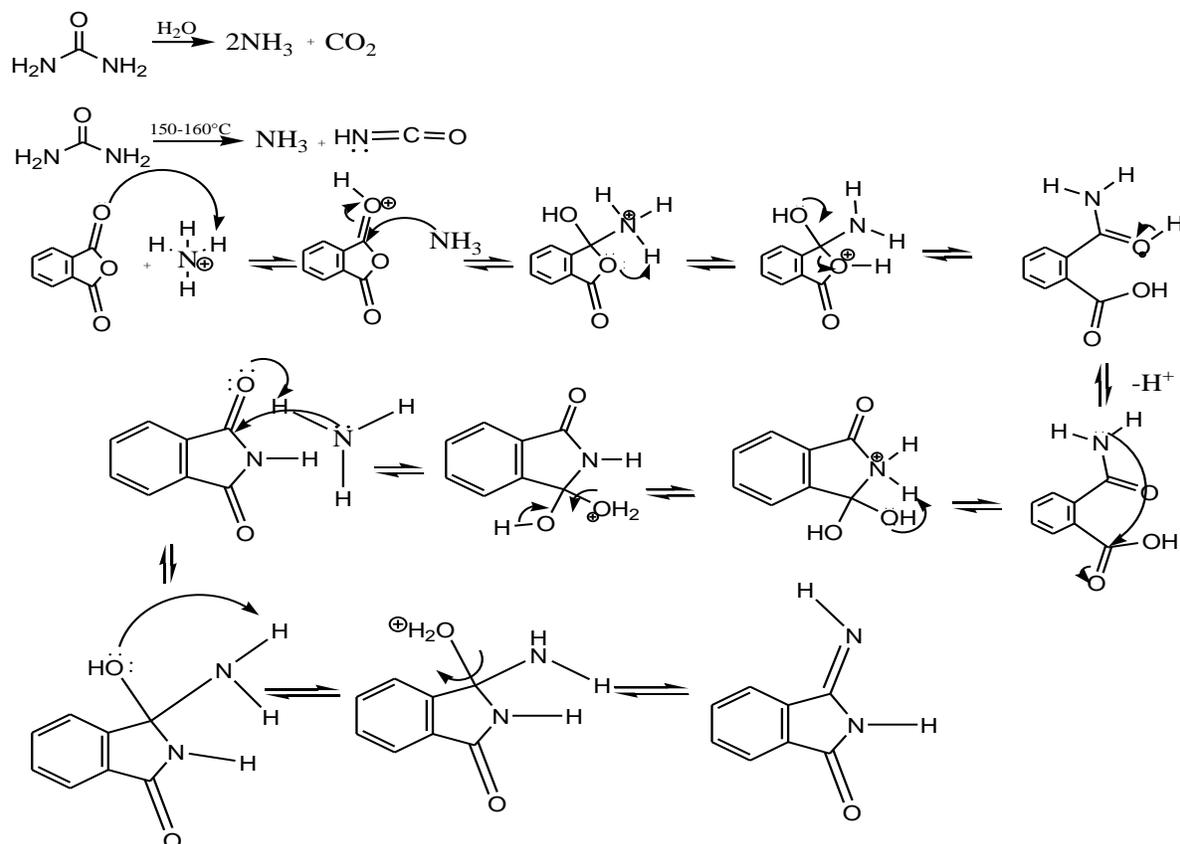
***Obtención de ftalocianina de cobre***

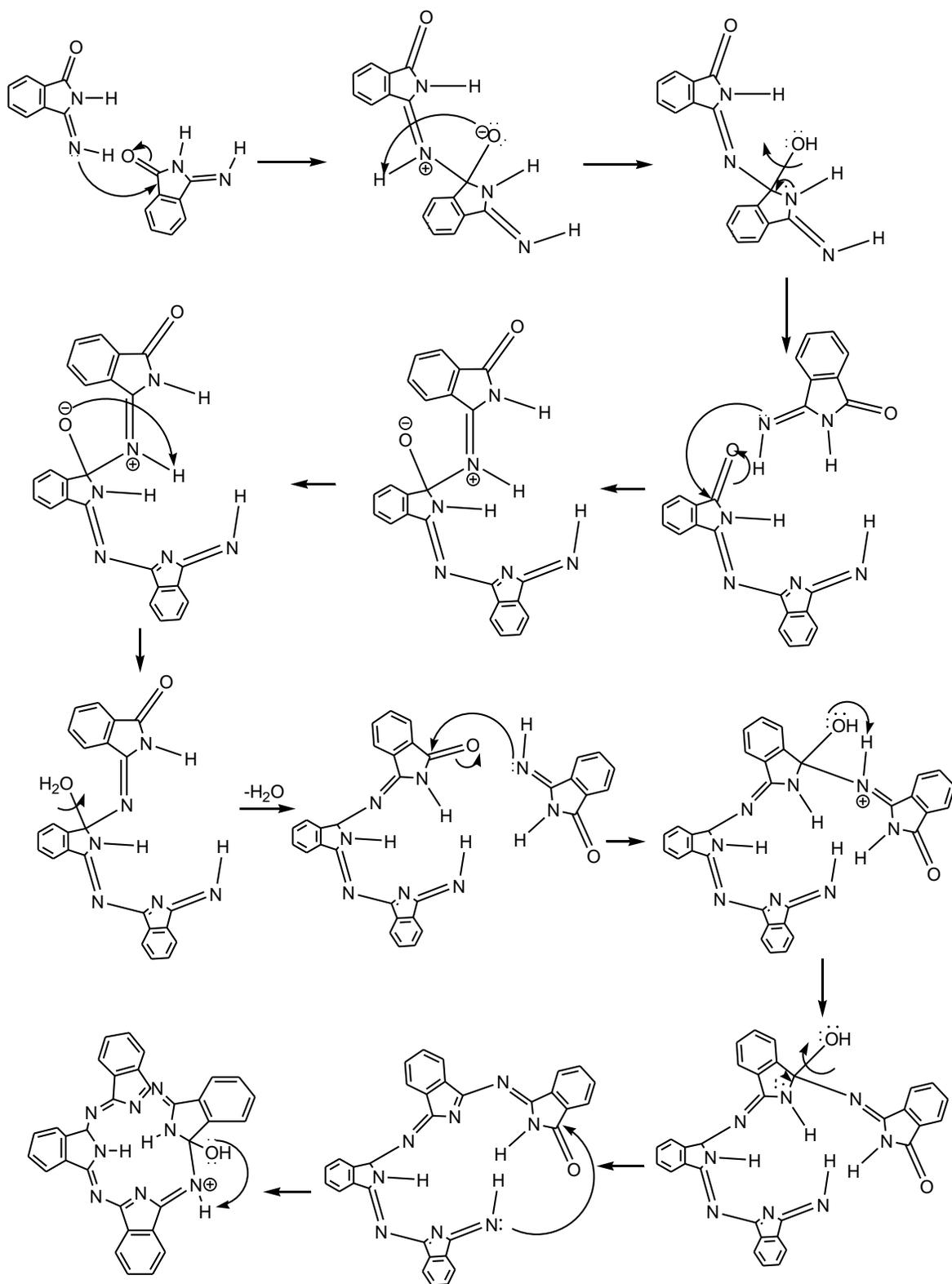
**II. Reacción**

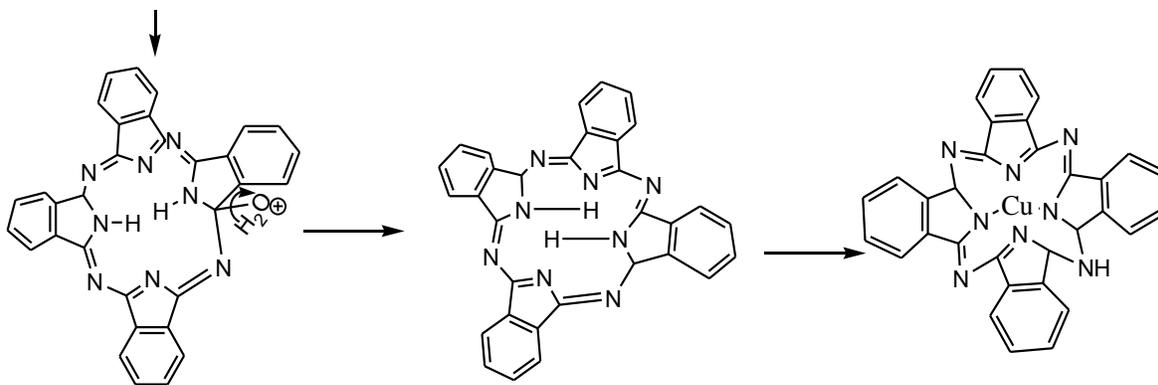


**Figura 5.17**

**III. Mecanismo:**







**Figura 5.18**

**IV. Tipo de reacción:**

Condensación de 4 ftalimidias y coordinación con  $\text{Cu}^{2+}$

**V. Técnicas experimentales aplicables:**

Pulverización en mortero, filtración al vacío.

**VI. Reactivos:**

**e) Cantidad (masa molecular):**

Reactivo	Cantidad
Urea	5.54 g
Anhídrido ftálico	2.65 g
Cloruro cuproso	0.5 g
Molibdato de amonio	75 mg
Ácido sulfúrico concentrado	50 mL

**f) Código de riesgo**

Urea.- Puede causar irritación leve.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
0	0	0	A

Anhídrido ftálico.- Irritante, corrosivo y a altas temperaturas inflamable.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	3	1	B

Cloruro cuproso.- Nocivo, corrosivo leve y muy toxico con el ambiente.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	0	1	B

Molibdato de amonio.- Irritante y nocivo.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	0	0	A

Ácido sulfúrico concentrado.- Corrosivo.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
3	0	2	B

### ***g) Reactividad***

Sustancia	Incompatibilidad
Urea	Levemente reactivo con agentes reductores. Muy leve a levemente reactivo con agentes oxidantes, ácidos, álcalis y humedad. No reactivo con materiales combustibles, materiales orgánicos, metales
Anhídrido ftálico	Materiales incompatibles, humedad excesiva o fuentes de calor. El calor contribuye a la inestabilidad
Cloruro cuproso	Potasio, hidracina, acetileno y nitrometano
Molibdato de amonio	Los metales alcalinos. La combustión puede producir amoníaco, óxidos de nitrógeno y vapores de metales
Ácido sulfúrico concentrado	Reacción exotérmica con el agua. Reacciones violentas y formación de gases tóxicos en contacto con sustancias incompatibles. Incompatibilidad con sustancias alcalinas, oxidantes, metales reductores, sustancias orgánicas. Se generan gases peligrosos tras el contacto con cianuros, sulfuros o carburos. A temperaturas altas libera óxidos de azufre

***h) Toxicidad***

<b>Sustancia</b>	<b>Toxicidad</b>
Urea	ORAL (LD <sub>50</sub> ) Agudo: 14300 mg/kg (Rata)
Anhídrido ftálico	LD <sub>50</sub> (oral, rata)= 4020 mg / kg.; inhalación LC <sub>50</sub> rata: >210 mg/m <sup>3</sup> 1 h; piel conejo LD <sub>50</sub> :> 10 g/kg
Cloruro cuproso	LD <sub>50</sub> (oral - rata): 140 mg/kg
Molibdato de amonio	Anhidro: LD <sub>50</sub> oral en ratas: 333 mg/kg. Ha sido investigado como un mutágeno
Ácido sulfúrico concentrado	ORAL (LD <sub>50</sub> , RATA) = 2.140 mg/kg (solución al 25 %) INHALACION (LC <sub>50</sub> , RATA) = 510 mg/m <sup>3</sup> (ácido puro) Hay pruebas suficientes de que la exposición ocupacional a nieblas de ácidos inorgánicos fuertes que contienen ácido sulfúrico es cancerígena para los humanos

**VII. Productos:**

***i) Cantidad (masa molecular)***

<b>Producto</b>	<b>Cantidad</b>
Ftalocianina de cobre	2.88g

***j) Código de riesgo***

Ftalocianina de cobre.- Irritante al contacto con la piel, ojos, inhalación e ingestión.



Salud	Inflamabilidad	Reactivo	Protección
2	1	0	B

***k) Reactividad***

Sustancia	Incompatibilidad
Ftalocianina de cobre	Altas temperaturas.

***l) Toxicidad***

Sustancia	Toxicidad
Ftalocianina de cobre	ORAL (LD <sub>50</sub> RATA)= 5000 mg/kg PIEL-conejos- No irritante

**VIII. Equipo requerido:**

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Mortero con pistilo	1
Matraz bola de dos bocas de 100 mL	1
Matraz bola de fondo plano de 50 mL	1
Agitador magnético	1
Matraz kitasato	1
Embudo buchner	1
Espátula	1
Vaso de precipitados de 500 mL	1

## **IX. Procedimiento y diagrama del proceso:**

1. Pulverice separadamente cada reactivo usando un mortero
2. Mezcle intensivamente por 1 hora en un matraz bola de 50 mL
3. Después coloque la mezcla en 1 matraz bola de 100 mL
4. Caliente usando un microondas, 5 minutos de rampa\* a 180°C y 1000 W, y 25 minutos de reacción a 200°C y 500 W
5. Al término de la reacción, disuelva el sólido obtenido en 50 mL de ácido sulfúrico concentrado
6. Transvase la solución verde oscuro resultante a un vaso de precipitados de 500 mL y adicionar cuidadosa y lentamente 250 mL de agua destilada
7. Al adicionar el agua se precipitara un sólido azul que se debe filtrar al vacío, lavar con agua
8. Pese y determine su punto de fusión.

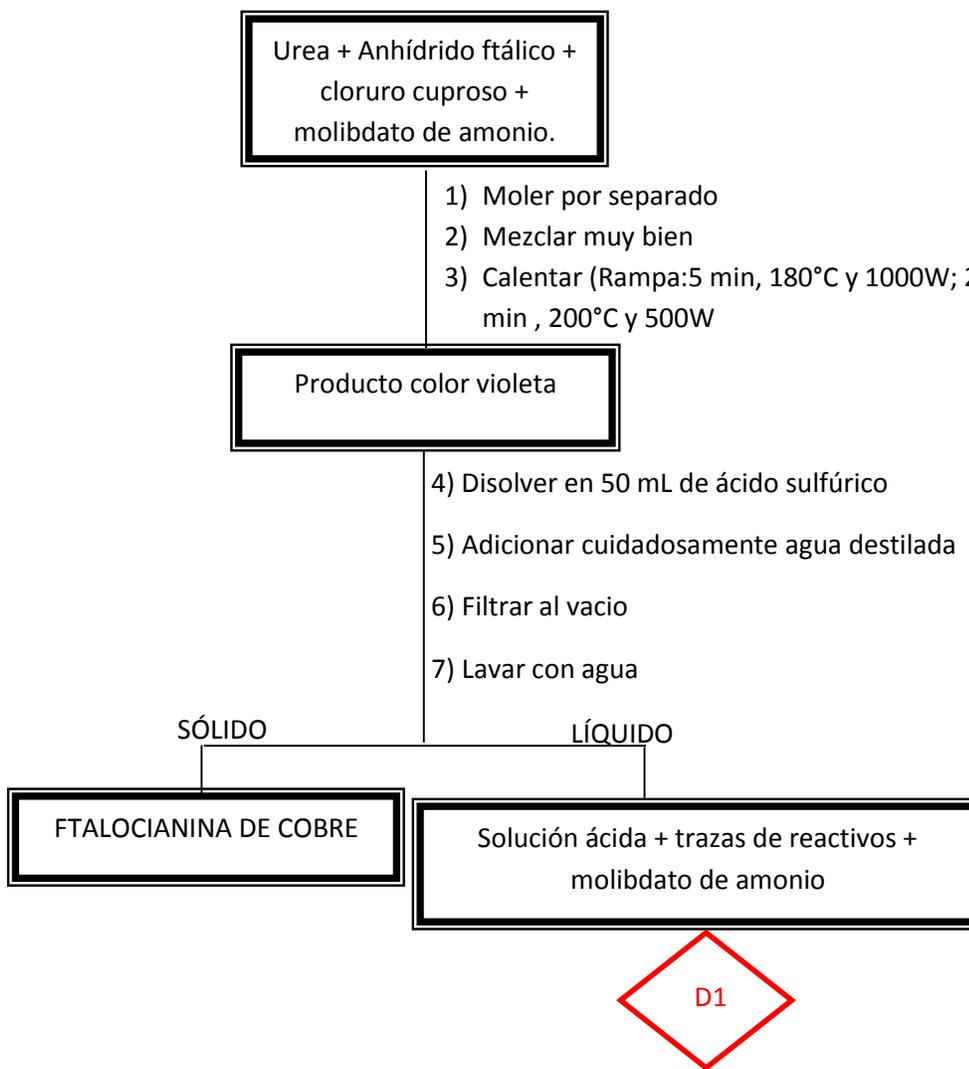
### NOTAS:

- ★ La reacción debe realizarse en una campana, usando goggles y guantes.
- ★ Si al lavar el sólido con agua este pierde color, lavar con 100 mL de etanol en pequeñas proporciones.

\*El tiempo de rampa es el tiempo en que el equipo tarda en alcanzar la temperatura deseada.

**Diagrama**

**Obtención de ftalocianina de cobre**



**D1:** Neutralizar y desechar neutro con abundante agua.

**X. Evaluación:**

**e) Economía atómica**

*Economía atómica teórica*

<b>Reactivos (formula)</b>	<b>Peso de reactivos (PM)(moles usados)</b>	<b>Átomos utilizados</b>	<b>Peso de átomos utilizados (PM)(moles)</b>	<b>Átomos no utilizados</b>	<b>Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)</b>
CN <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O	60.1	C, O, 4H, 2N	60.1	---	0.0
C <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	148.1	8C, 3 <sup>o</sup> , 4H	148.1	---	0.0
CuCl	99.0	Cu, Cl	99.0		
Total 9C, 8H, 4 <sup>o</sup> , 2N, Cl, Cu	307.2	9C, 8H, 4 <sup>o</sup> , 2N, Cl, Cu	307.2	---	0.0

$$\% \text{ de Economía Atómica} = \frac{PM \text{ de átomos utilizados}}{PM \text{ de todos los reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica} = \frac{307.2 \frac{g}{mol}}{307.2 \frac{g}{mol}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica} = 100$$

*Economía atómica experimental*

Reactivos (formula)	Peso de reactivos (PM)(moles usados)	Átomos utilizados	Peso de átomos utilizados (PM)(moles)	Átomos no utilizados	Peso de átomos no utilizados (PM) (moles)
CN <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O	(60.1)(0.0094)=5.54g	C, O, 4H, 2N	(60.1)(0.0094)=5.54g	---	0.0
C <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	(148.1)(0.0094)=2.65g	8C, 3 <sup>o</sup> , 4H	(148.1)(0.0094)=2.65g	---	0.0
CuCl	(99)(0.005)=0.5 g	Cu, Cl	(99)(0.005)=0.5 g	---	0.0
Total 9C, 8H, 4 <sup>o</sup> , 2N, Cl, Cu	8.69 g	9C, 8H, 4 <sup>o</sup> , 2N, Cl, Cu	8.69 g		

$$\% \text{ de Economía Atómica Exp.} = \frac{\text{Rendimiento teórico}}{\text{Masa total de reactivos}} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Exp.} = \frac{2.88g}{8.69g} * 100$$

$$\% \text{ de Economía Atómica Exp.} = 33.14$$

**f) Rendimiento**

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{2.734g}{3.58g} * 100$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 76.37$$

**g) Masa del producto deseado**

$$\text{Masa} = 2.88g$$

**h) Suma de las masas de entrada**

$$\begin{aligned} \text{Suma de las masas de entrada} &= 5.54\text{g} + 2.65\text{g} + 0.5\text{g} + 0.0075\text{g} \\ &+ 50\text{g} + 250\text{g} = 308.69\text{g} \end{aligned}$$

**i) Eficiencia de masas**

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{\text{Masa del producto deseado}}{\text{Suma de las masas de entrada}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = \frac{2.88\text{g}}{308.69\text{g}}$$

$$\text{Eficiencia de masas} = 0.0093$$

**j) Factor de aceptabilidad ambiental**

$$E = \frac{300\text{g}}{2.734\text{g}}$$

$$E = 109.7$$

**XI. Identificación del producto:**

Obtener punto de fusión. Difractograma de rayos X en polvos.

**XII. Análisis de resultados****Tabla 5.15** Resultados de la síntesis de la ftalocianina de cobre.

Obtención de Ftalocianina de cobre							
# de experimento	Economía atómica teórica (%)	Economía atómica experimental (%)	Rendimiento Teórico (g)	Rendimiento producto crudo (%)	Suma de masas de entrada (g)	Eficiencia de masas	Factor de aceptabilidad ambiental
1	100	33	2.9	76.4	308.69	0.01	109.7
2	100	33	2.9	85.3	308.69	0.01	98.3
3	100	33	2.9	91.4	308.69	0.01	91.7
4	100	33	2.9	79.1	308.69	0.01	105.9
5	100	33	2.9	95.7	308.69	0.01	87.6

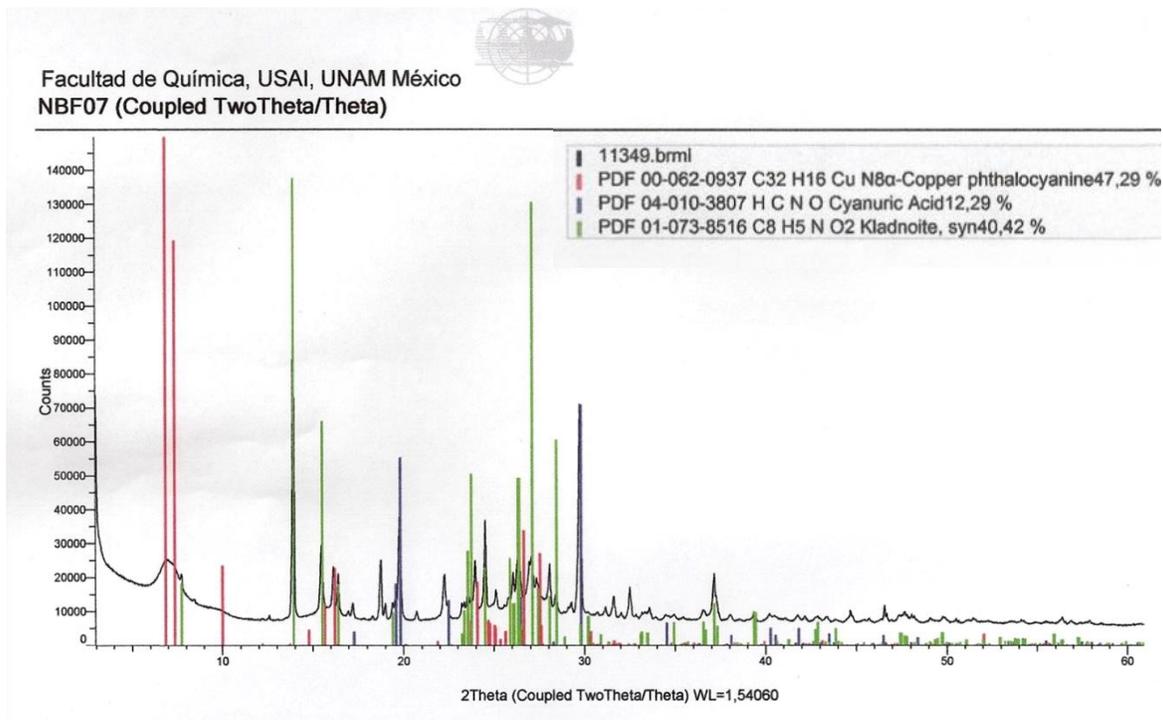
Antes de comenzar el análisis es importante recordar que esta es una síntesis en estado sólido y que estas reacciones generalmente se consideran técnicas limpias.

Hablando de la economía atómica teórica podemos observar que posee un valor del 100% por lo cual la eficiencia inherente de la reacción es la más alta que se puede tener ya que el 100% es el valor ideal.

El valor de economía atómica experimental es de 33% el cual es bastante bajo y nos indica que las condiciones experimentales no son las adecuadas.

Esta técnica de obtención de ftalocianina arroja porcentajes de rendimiento altos que van desde el 76.4 al 95.7. Sin embargo si observamos los valores de eficiencia de masas (0.01) y de factor de aceptabilidad ambiental (87.6-109.7), podemos darnos cuenta de que es una técnica poco optimizada ya que el valor de eficiencia de masas es muy bajo, y el valor de aceptabilidad ambiental, que es el que toma en cuenta la generación de residuos durante la síntesis, que en promedio produce 98.6 gramos de residuo por gramo de producto.

A continuación en la Fig. 5.18 se muestra el difractograma de rayos X en polvos del producto ftalocianina de cobre.

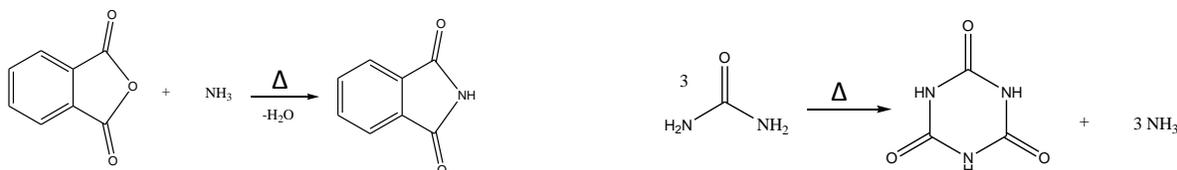


**Figura 5.19**

En esta imagen observamos tanto los 4 difractogramas que mencionare en seguida como los porcentajes en los que podemos encontrar a cada uno de los compuestos mencionados:

- La línea negra corresponde al producto obtenido experimentalmente.
- La línea rosa corresponde al difractograma teórico de la ftalocianina de cobre
- La línea azul corresponde al difractograma teórico del ácido cianúrico
- La línea verde corresponde al difractograma teórico de la ftalimida (kladnoita)

Al observar los porcentajes nos damos cuenta de que se obtienen dos subproductos no deseados en la reacción los cuales son el ácido cianúrico y la ftalimida (ver figura 5.20), en la gráfica observamos que algunos picos de los difractogramas teóricos de estos compuestos. La muestra posee un porcentaje del 47.29 % del producto deseado.



**Figura 5.20** Reacciones secundarias de la síntesis, síntesis de la ftalimida (izquierda) y síntesis del ácido cianúrico (derecha)

# **Conclusiones**

## CONCLUSIONES

Los protocolos expuestos son una muestra de cómo se pueden realizar experimentos en el laboratorio donde los estudiantes, ante varios métodos de síntesis, puedan juzgar la idoneidad de cada una de ellos, y en los cuales también se explican los mecanismos de reacción como en los protocolos tradicionales. Podemos asegurar que, al introducir en el aula este tipo de enfoques, se va familiarizando al alumnado con el tema ambiental, lejos del carácter abstracto que en ocasiones presenta la enseñanza de la Química Orgánica.

Aunque, en un principio, proponer todo un curso experimental con éste enfoque, requiere por parte del docente de mucho trabajo previo, este hecho no debe ser un inconveniente ya que los resultados pueden fomentar en los estudiantes capacidades y habilidades de gran valor, no solo curricular sino también en su formación como profesionistas.

Es importante reconocer que la enseñanza experimental sigue planteando grandes oportunidades y retos para el docente, ya que implica ser capaces de generar, en los futuros químicos y a través de proyectos educativos ad hoc, conocimientos, creatividad y capacidad de análisis. Esto implica impartir y recibir una formación educativa de calidad, plena de valores y basadas en el análisis cotidiano de la necesidad de hacer realidad una Química Sustentable.

Se cumplió el objetivo ya que usando los protocolos y realizando las técnicas experimentales descritas anteriormente se pudo analizar y determinar qué tan limpia es cada técnica experimental. Así mismo, usando estos protocolos podemos dar respuesta a las interrogantes planeadas en un inicio de este trabajo, las cuales eran ¿qué grado de toxicidad tienen las materias primas?, ¿el experimento genera subproductos tóxicos que pueden evitarse?, ¿qué cantidad de residuos se

generan? y ¿la reacción mantiene eficiencia tanto de masa como energética? ¿Ante diferentes opciones para obtener el mismo producto, ¿qué criterio tomar en cuenta para seleccionar la más idónea?

# Glosario

## Glosario

**ACV:** Análisis de Ciclo de Vida.

**ASS:** Evaluación Ambiental, Salud y Seguridad.

**CCT:** Concentración para la exposición a corto plazo (México). Concentración que no se debe exceder en 15 minutos de exposición en una jornada de trabajo, hasta 4 veces por jornada y con periodos de no exposición de al menos 1 hora entre 2 exposiciones sucesivas.

**P:** Concentración pico (México). Concentración que no debe ser excedida durante una jornada de trabajo.

**CERCLA:** Comprehensive Environmental Recovery Compensation and Liability Act.

**CPT:** Concentración promedio ponderada en el tiempo (México). Concentración promedio para una jornada normal de 8 horas al día y 40 horas a la semana, a la cual casi todos los trabajadores pueden estar expuestos al producto químico sin efectos adversos.

**DEA:** Demanda de energía acumulada.

**EPA:** Environmental Protection Agency.

**EHS:** Extremely Hazard Substance como se define en EPA bajo el Título III de SARA.

**IATA:** International Air Transportation Agency. Las sustancias peligrosas se clasifican igual que en el caso de IMDG Code.

Las siguientes siglas se refieren a documentos generados para el control de productos peligrosos en E.U, a través de EPA.

**ICAO:** International Civil Aviation Organization.

**IDLH:** Inmediatly Dangerous to Life and Healt. Concentración máxima a la cual puede escaparse de un lugar en los 30 minutos siguientes sin que se presenten síntomas irreversibles a la salud. Se usa para determinar el tipo de respirador. No se consideran efectos cancinogénicos.

**IMDG Code:** International Maritime Dangerous Goods Code. Existen 9 clases de cargas peligrosas: explosivas (clase 1), gases comprimidos (clase 2), líquidos inflamables (clase 3), sólidos inflamables y sustancias de combustión espontánea (clase 4), sustancias oxidantes (clase 5), sustancias venenosas (clase 6), materiales radioactivos (clase 7), corrosivos (clase 8) y sustancias misceláneas (clase 9). La clase 3 está dividida en base al punto de inflamación de la sustancia. Éste código es utilizado, también, en otras organizaciones como DOT (Department of Transportation, E.U.), CANUTEC (Canadian Transport Emergency Centre, Canadá) y SETIQ (Sistema de Emergencias en Transporte para la Industria Química, México).

**LCLo:** Lowest published lethal concentration. Concentración letal mínima publicada.

**LC<sub>50</sub>:** Lethal concentration 50. Concentración con la cual se provoca la muerte del 50 % de una población de animales sometidos a experimentación.

**LDLo:** Lowest published lethal doses. Dosis letal mínima publicada.

**LD<sub>50</sub>:** Lethal doses 50. Dosis con la cual se provoca la muerte del 50 % de una población de animales sometidos a experimentación.

**LEL:** Lower Explosive Limit. Concentración mínima (% en volumen) del vapor en el aire bajo la cual una flama no es propagada cuando una fuente de ignición está presente.

**MAK:** Maximum Arbeitsplatz Konzentration (Alemania). Concentración máxima permisible presente en el aire dentro de una área de trabajo, a la cual no hay da o para el trabajador, durante una jornada de 8 h/día y 40 h/semana.

**NIOSH:** National Institute of Occupational Safety and Health.

**NOOA:** National Oceanic and Atmospheric Administration.

**RCRA:** Resource Conservation and Recovery Acta.

Para el caso de niveles de toxicidad:

**RQ:** Reportable Quantity. Cantidad de sustancia que excede la medida de EPA.

**RTECS:** Registry of Toxic Effects of Chemicals.

**SARA:** Superfund Ammendment Reauthorization Acta

**STCC:** Standard Transportation Commodity Code.

**TLV:** Threshold Limit Values (E.U.). Límites de concentración del producto, bajo la cual todos los trabajadores pueden estar expuestos todos los días laborables sin que haya efectos adversos. TLV-TWA: Threshold Limit Values-Time Weighted Average (E.U.). Equivalente a CPT.

**TLV-STEL:** Threshold Limit Values- Short Term Exposure Limit (E.U.). Equivalente a CCT.

**TLV-C:** Threshold Limit Values- Ceiling Limit (E.U.). Equivalente a P.

**TPQ:** Threshold Planning Quantity. Cantidad designada para cada producto químico en la lista EHS de EPA.

**TRK:** Technische Richtkonzentrationen. Se da a las sustancias carcinogénicas comprobadas en animales y humanos. Es el valor al que se han encontrado efectos tóxicos en humanos.

**VEL:** Upper Explosive Limit. Concentración máxima (% en volumen) en el aire bajo la cual una flama no es propagada.

**VLE:** Valeurs Limites d, exposition (Francia). Equivalente a TLV-STEL.

**VME:** Valeurs des Moyennes d, Exposition (Francia). Equivalente a TLV-TWA.

# Bibliografía

**Bibliografía**

Alfonsi, K., Colberg, J., Dunn, P., Feving, T., Jennings, S., Johnson, T., Kleine, H., Knight, C., Nagy, M., Perry, D., Stefaniak, M., Green chemistry tools to influence a medicinal chemistry and research chemistry based organization, *Green Chemistry*, **10**, 31-36, 2008.

An, L., Ding, F., Zou, J., Lu, X., *Synth. Commun.*, **38**, 1259-1267, 2008.

Ávila, G., García, C., Gavilán, I., León, F., Méndez, J., Pérez, G., Rodríguez, M., Salazar, G., Sánchez, A., Santos, E., Soto, R., Facultad de Química. Segunda edición, 2009.

Ávila, G., Gavilán, I., Cano, S., Obtención de alquenos aplicando los principios de la química verde, *Educación Química*, **21** (2), 183, 2010.

Ávila, G., Gavilán, I., Cano, S., *Teoría y experimentos de Química Orgánica con un enfoque de Química Verde*, Facultad de Química. Primera edición, 2011.

Ávila, G., Gavilán, I., Cano, S., La química verde en la industria: ejemplos para el aula, *Latin American Yearly Journal on Chemical Education*, **25**, 285-290, 2010.

Bernal, J., 2007, Pautas para el diseño de una asignatura desde la perspectiva de los ECTS. Universidad de Zaragoza. Consultada por última vez en agosto, 2013, en la URL <http://didac.unizar.es/jlbernal/inicial.html>

Capello, C., Ulrich Fischer, Hungerbühler, K., What is a green solvent? A comprehensive framework for the environmental assessment of solvents, *Green Chem.*, **9**, 927-934, 2007.

Castro, E., La oxidación catalítica verde de alcoholes en solvente acuoso, *Industria y Química.*, **353** 3-4, 2006.

Catoira, E., En busca de la producción sostenible, *Natura 23* (suplemento de *El Mundo*). 8 de marzo del 2008.

Chari, M., Syamasundar, K., Polymer (PVP) supported ferric chloride: an efficient and recyclable heterogeneous catalyst for high yield synthesis of 1,5-benzodiazepine derivatives under solvent free conditions and microwave irradiation, *Catal. Commun.*, **6**, 67-70, 2005.

Chari, M., Shobha, D., Syamasundar, K., Silica gel / NaHSO<sub>4</sub>: An efficient and recyclable heterogeneous catalyst for high yield synthesis of 1, 5-benzodiazepine derivatives under microwave irradiation, *Heterocycl. Chem.*, **44**, 929-932, 2007.

Clark, J., Tavener, S., Alternative solvents: Shades of green, *Org. Process. Res. Dev.*, **11**, 149-155, 2007.

Collins, T., Hacia una Química Sostenible, *Blound, E. y col. (coords.)* Industria como naturaleza: hacia la producción limpia. Catarata. Madrid. 87-92, 2003

Comisión Mundial para el Medio Ambiente. 1987. Informe Brundtland. Nuestro futuro común. Disponible en línea en: [www.un.org/depts/dhl/spanish/resguids/specenvsp.htm](http://www.un.org/depts/dhl/spanish/resguids/specenvsp.htm) (Consultado: septiembre 2013)

Curzons, A., Constable, D., Cunningham, V., Clean Products Processes, *Clean Technol. Environ. Policy.*, **1**, 82-90, 1999.

Dicks, A., Green organic chemistry in lecture and laboratory, CRC Press. 2012

Garritz, A., Urzúa, M., Evaluación de competencias en el nivel universitario, *Ideas CONCYTEG*, **39**, 138-154., 2008.

Guzen, K., Cella, R., Stefan, H., Ultrasound enhanced synthesis of 1, 5-benzodiazepinic heterocyclic rings, *Tetrahedron Lett.*, **47**, 8133-8136, 2006.

Hazarika, P., Gogoi, P., Konwar, D., Efficient and Green Method for the Synthesis of 1, 5-Benzodiazepine and Quinoxaline Derivatives in Water, *Synth. Commun.*, **37**, 3447-3454, 2007.

Hegedüs, A., Hell, Z., Potor, A., A simple environmentally-friendly method for the selective synthesis of 1, 5-benzodiazepine derivatives using zeolite catalyst, *Catal. Lett.*, **105**, 229-232, 2005.

Hekmatshoar, R., Sadjadi, S., Shiri, S., Heravi, M., Beheshtiha, Y., Green protocol for synthesis of 1,5-benzodiazepines and 1,5-benzothiazepines in the presence of nanocrystalline aluminum oxide, *Synth. Commun.*, **39**, 2549-2559, 2009.

Jarikote, D., Siddiqui, S. Rajagopal, R., Daniel, T., Lahoti, R., Srinivasan, K., Ionic liquid promoted regioselective monobromination of aromatic substrates with N-bromosuccinimide, *Tetrahedron Lett.*, **44**(9), 1835-1838, 2003.

Jwo, J-J., Bromine catalyzed isomerization of maleic acid to fumaric acid *J. Chinese Chem. Soc.*, **28**, 35-41, 1981.

Kaboudin, B., Navaee, K., Microwave-assisted synthesis of 1-aminoalkyl phosphonates under solvent-free conditions, *Heterocycles*, **55**, 1443-1446, 2001.

Keusch, P., Cis/trans Isomerization of maleic acid, Organic Chemistry demonstration Experiments on Video Chemistry Visualized. Disponible en línea: <http://archive.is/fwFmg> y en <https://sites.google.com/site/elearningchemistry3/ur> Consultados por última vez en septiembre del 2013.

Kumar, S., Sandhu, J., An efficient synthesis of 1, 5-benzodiazepines catalyzed by GaCl<sub>3</sub> under solvent free conditions. *Indian J. Chem.*, **47B**, 1463-1466, 2008.

Landge, S., Torok, B., Synthesis of Condensed Benzo[*N,N*]-Heterocycles by Microwave-Assisted Solid Acid Catalysis, *Cata. Lett.*, **122**, 338-343, 2008.

Lebret, L., Manifeste pour une civilisation solidaire, Éditions Économie et Humanisme. Caluire, France, 1959.

Luo, Y., Xu, F., Han, X., Shen, Q., Samarium diiodide catalyzed synthesis of 2, 3-dihydro-1*H*-benzo[*b*][1,4]-diazepine derivatives, *Chin. J. Chem.*, **23**(10), 1417-1420, 2005.

Mansilla, D., Muscia, G., Ugliarolo, E., Una fundamentación para la incorporación de la química verde en los currículos de química orgánica, *Educación Química*, **25**(1), 56-59, 2014.

NOM-018- STPS-2000. Disponible en línea: [http://www.inb.unam.mx/stecnica/nom018\\_semarnat.pdf](http://www.inb.unam.mx/stecnica/nom018_semarnat.pdf) Consultado por última vez en agosto del 2013.

NFPA 704. Disponible en línea:

<https://law.resource.org/pub/us/cfr/ibr/004/nfpa.704.2007.pdf>

Consultado por última vez en agosto del 2013.

Nudelman, N. S., Química Sustentable. Editorial UNL (Santa Fe). Capítulo 12, 339, 2004.

ONU. Declaración de Río sobre el Medio Ambiente y el Desarrollo. Río de Janeiro, Brasil, 1992.

ONU. Informe de la Cumbre Mundial sobre el Desarrollo Sostenible. Johannesburgo, Sudáfrica, Cap. 1, resolución 2, anexo, 2002.

Oulton, C. y Col., Reconceptualizing the teaching of controversial issues, *International Journal of Science Education*, **26**(4), 411-425, 2004.

Pasha, M., Jayashankara, V., An expeditious synthesis of 1,5-benzodiazepines derivatives catalyzed by  $\text{CdCl}_2$ , *Indian J. Chem. B.* **45B**, 2716-2719, 2006.

Pájaro, N.; Olivero, J., Química verde: un nuevo reto, *Ciencia e ingeniería neogranadina*. **21**(2): 169-182, 2011.

Perroux, F., Économie et société. Presses Universitaires de France. Paris, France, 1963.

Pozarentzi, M., Stephanidou- Stephanatou, J., Tsoleridis, C.A., (2002). "An efficient method for the synthesis of 1, 5-benzodiazepine derivatives under microwave irradiation without solvent", *Tetrahedron Lett.*, **43**, 1755-1758.

Reyes, L., Aporte de la química verde a la construcción de una ciencia socialmente responsable, *Educación Química*, **23**(2), 222-229, 2012.

Ried, W., Torinus, E., Über heterocyclische Siebenringsysteme. X. Synthesen kondensierter 5-,7-und 8-gliedriger heterocyclen mit 2 Stickstoffatomen, *Chem. Ber.*, **92**(11), 2902-1916, 1959.

Sabitha, G., Reddy, G., Reddy, K., Reddy, N., Yadav, J., A new, efficient and environmentally benign protocol for the synthesis of 1,5-benzodiazepines using cerium(III) chloride/sodium iodide supported on silica gel. *Adv. Synth. Catal.*, **346**, 921-923, 2004.

Saini, A., Sandhu, J., RuCl<sub>3</sub>xH<sub>2</sub>O: A novel and efficient catalyst for the facile synthesis of 1,5-benzodiazepines under solvent-free conditions, *Synth. Commun.*, **38**(18), 3193-3200, 2008.

Sharma, S., Gogoi P. Konwar, D., A highly efficient and green method for the synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2-ones and 1,5-benzodiazepines catalyzed by dodecyl sulfonic acid in water, *Green Chem.*, **9**, 153-157, 2007.

Sheldon, R., Organic synthesis; past, present a future, *Chem Ind.*, 903-906, 1992.

Sheldon, R., The E factor: fifteen years on, *Green Chem.*, **9**, 1273-1283, 2007.

Shobha, D., Chari, M., Mukkanti, K., Anh, K., Silica gel-supported sulfuric acid catalyzed synthesis of 1, 5-benzodiazepine derivates, *Heterocycl. Chem.*, **46** (5), 1028-1033, 2009.

Sivamurugan, V., Deepa, K., Palanichamy, M., Murugesan, V., [(L)Proline]<sub>2</sub>Zn catalysed synthesis of 1,5-benzodiazepine derivatives under solvent-free condition, *Synth. Commun.* **34**, 3833-3846, 2004.

Trost, B., Atom Economy: A Search for Synthetic Efficiency, *Science*, **254** (5037), 1471-1477, 1991.

UNESCO. International Congress on Environmental Education and Training. Moscú/París, 1987.

UNESCO. La Carta de la Tierra. Disponible en línea en: [www.cartadelatierra.org](http://www.cartadelatierra.org) (Consultado: septiembre de 2013), 2000.

Vucentich, J., Nelson, M., Sustainability: Virtuous or Vulgar?, *BioScience*, **60**(7), 539-544, 2010.

Vilches, A.; Gil Pérez, D.; Toscano, J.; Macías O., Década de a educación para la sostenibilidad. Temas de acción clave, Capítulo 5, 2010. Disponible en línea <http://www.oei.es/DOCUMENTO1caeu.pdf> (Consultado: septiembre del 2013)

Xia, M., Lu, Y. , *Heteroat. Chem.*, **18**, 354-358, 2007.

Yadav, J., Reddy, B., Praveenkumar, S., Nagaiah, K., Lingaiah, N., Saiprasad, P. Ag<sub>3</sub>pw<sub>12</sub>o<sub>40</sub>: a novel and recyclable heteropoly acid for the synthesis of 1,5-benzodiazepines under solvent-free conditions (2004), *Synthesis*, 901-904, 2004.

Yadav, J., Reddy, B., Eshwaraiah, B., Anuradha, K., Amberlyst-15: a novel and recyclable reagent for the synthesis of 1,5- benzodiazepines in ionic liquids, *Green Chem.*, **4**, 592-594, 2002.

Zeitsch, K., "The chemistry and technology of furfural and its many by-products". Elsevier. New York, 2000.

Zhou, N., Taller de química en microescala: La experiencia china, Hangzhou Normal University , 2009.