



Clúster
Bioturbosina



IPICYT



FONDO
DE SUSTENTABILIDAD
ENERGÉTICA

Producción de alquenos



Dra. Graciela Arias García
Centro de Investigación en Química Aplicada
Saltillo Coah., Méx.

Co-Responsable:

- Dr. Alfredo Rosales Jasso.

Participantes:

- Dra. María de los Angeles Nájera Rivera.
- Mc. J. Guadalupe Téllez Padilla.



Contenido

- Introducción
- Estudio a nivel laboratorio de deshidratación de alcoholes para la obtención de alquenos.
- Síntesis de catalizadores Fosfoaluminosilicatos de Cu-Zn.
- Evaluación de catalizadores Fosfoaluminosilicatos de Cobre –Zinc en la reacción de deshidratación del hexadecanol.



Desarrollo de Nuevo método para la obtención de bioturbosina a partir de aceite de Jatropha C.

Acción estratégica 12 (AE12) del Clúster Bioturbosina
Línea de investigación de TRANSFORMACIÓN
Transesterificación



Estudio a nivel laboratorio de deshidratación de alcoholes para la obtención de alquenos.

- Estudio a escala laboratorio del proceso **síntesis de catalizadores fosfoaluminosilicatos de Cobre-Zinc.**
- Estudio a nivel laboratorio de **deshidratación de alcoholes.**

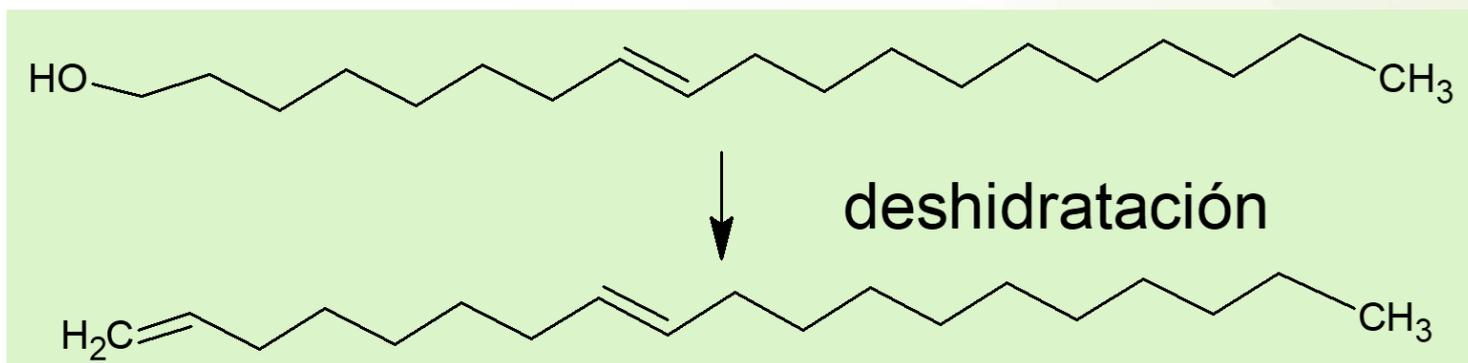


Tabla 1. Catalizadores

Clave	Relación molar (Na_2SiO_3): (Cloruros Cu-Zn-Al)/ H_3PO_4)
AN22-1	1:0.43
AN22-2	1:0.68
AN22-3	1:1.13
AN23	1:1.13 escalado 5gr
AN24	1:1.13 escalado 54gr



Area-Volume Summary

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²		

Surface Area Data

MultiPoint BET.....	4.690e+02 m ² /g
NLDFT cumulative surface area.....	5.012e+02 m ² /g

Pore Volume Data

NLDFT method cumulative pore volume.....	5.372e-01 cc/g
--	----------------

Pore Size Data

NLDFT pore Radius (Mode).....	4.630e-01 nm
-------------------------------	--------------



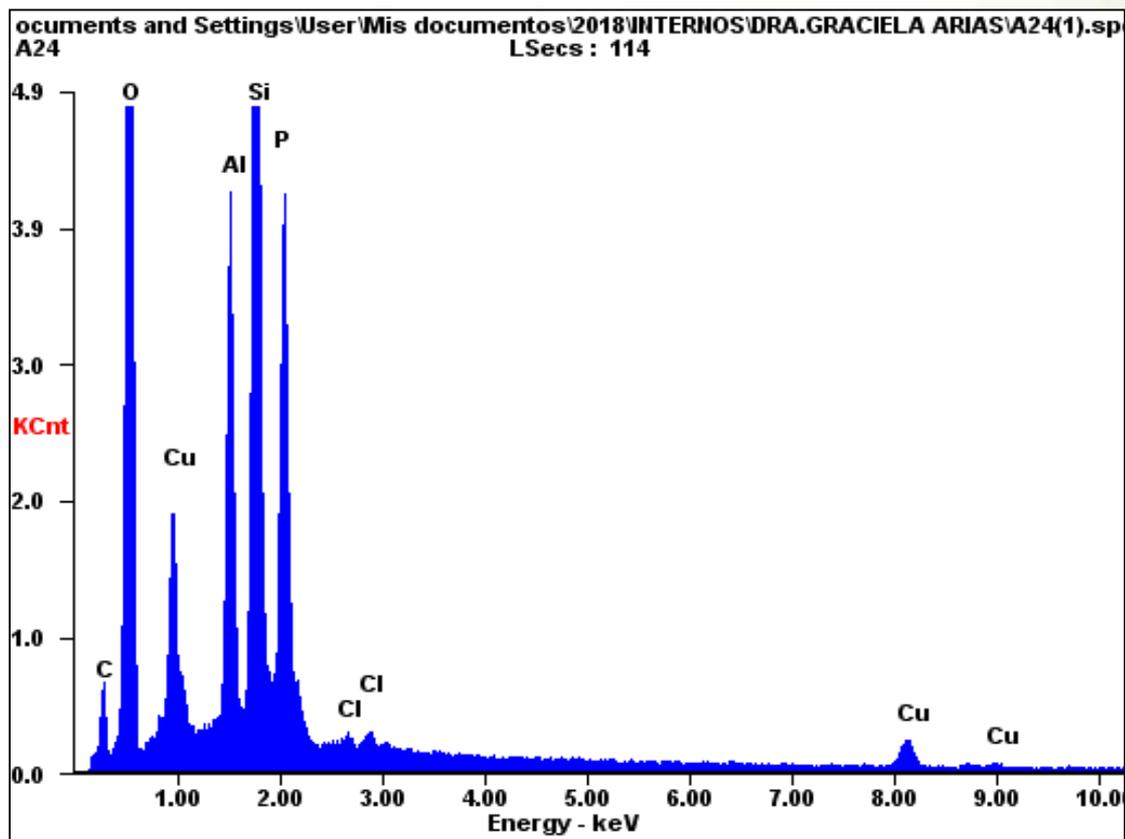


Figura 1. Espectro de EDX de catalizador AN24

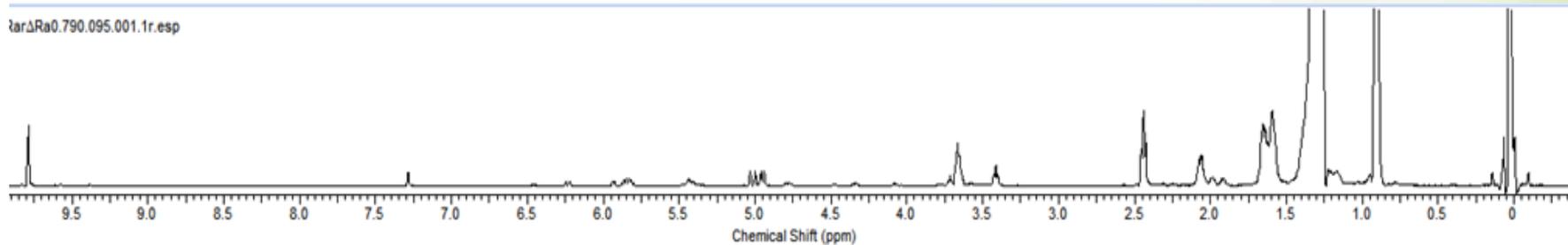
Condiciones de reacción de deshidratación alcohol .

Se utilizó un 10% de catalizador respecto al alcohol, T 340-350 °C, t 20 min.

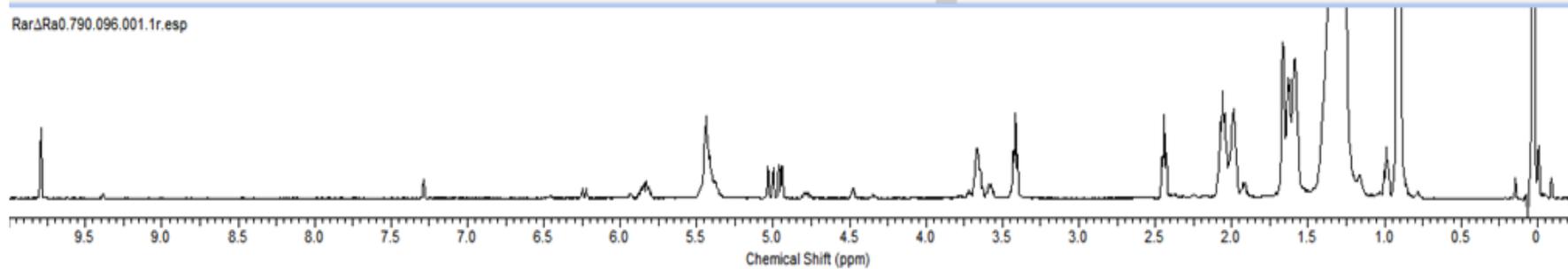
Identificación	Relación molar (Silicatos: cloruros)	% de Producto obtenido					Alcohol remanente
		Alquenos terminales	Alquenos intermedios	Acido	Ester	Éter	
AN22-1	1:0.43	13.33	2.4	13.33	22.22	9.07	40.92
AN22-2	1:0.68	12.20	31.64	5.83	8.53	22.51	19.84
AN22-3	1:1.13	2.02	92	0.27	0.49	4.50	0



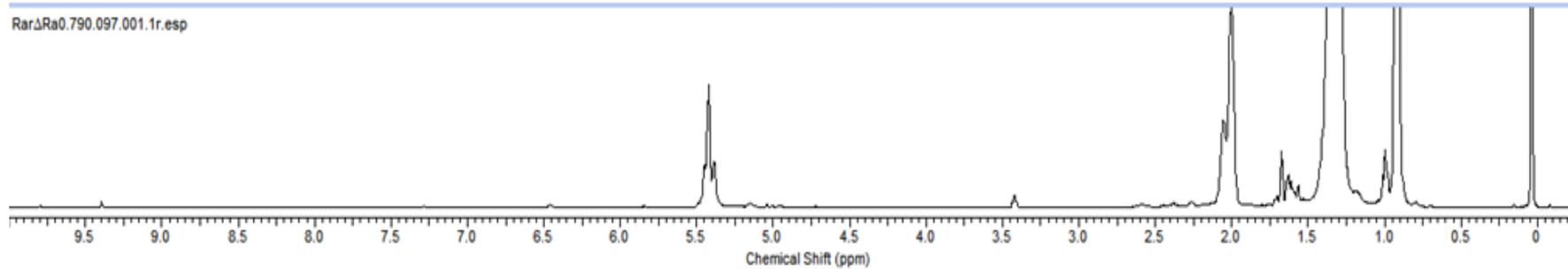
RarΔRa0.790.095.001.1r.esp



RarΔRa0.790.096.001.1r.esp



RarΔRa0.790.097.001.1r.esp



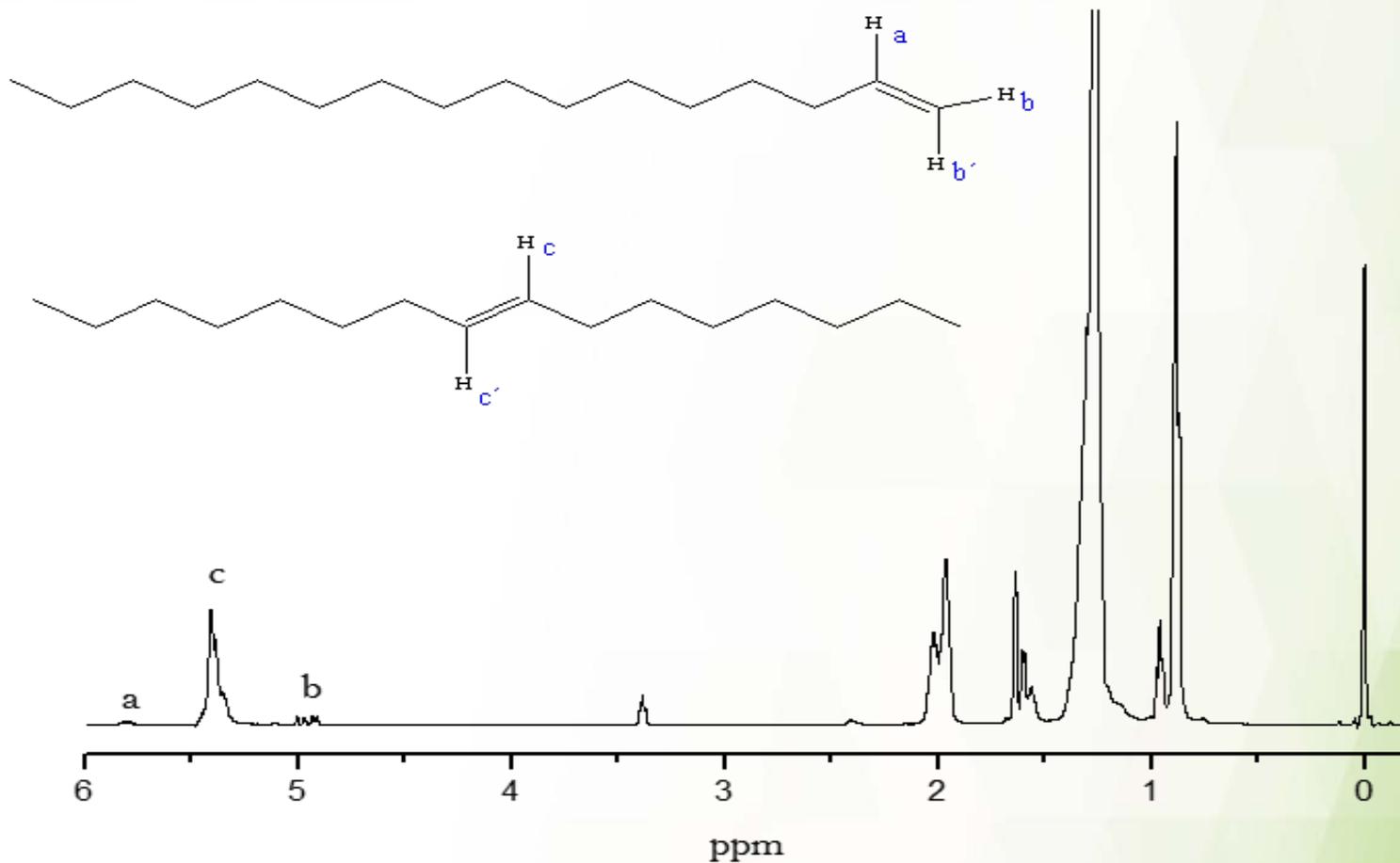
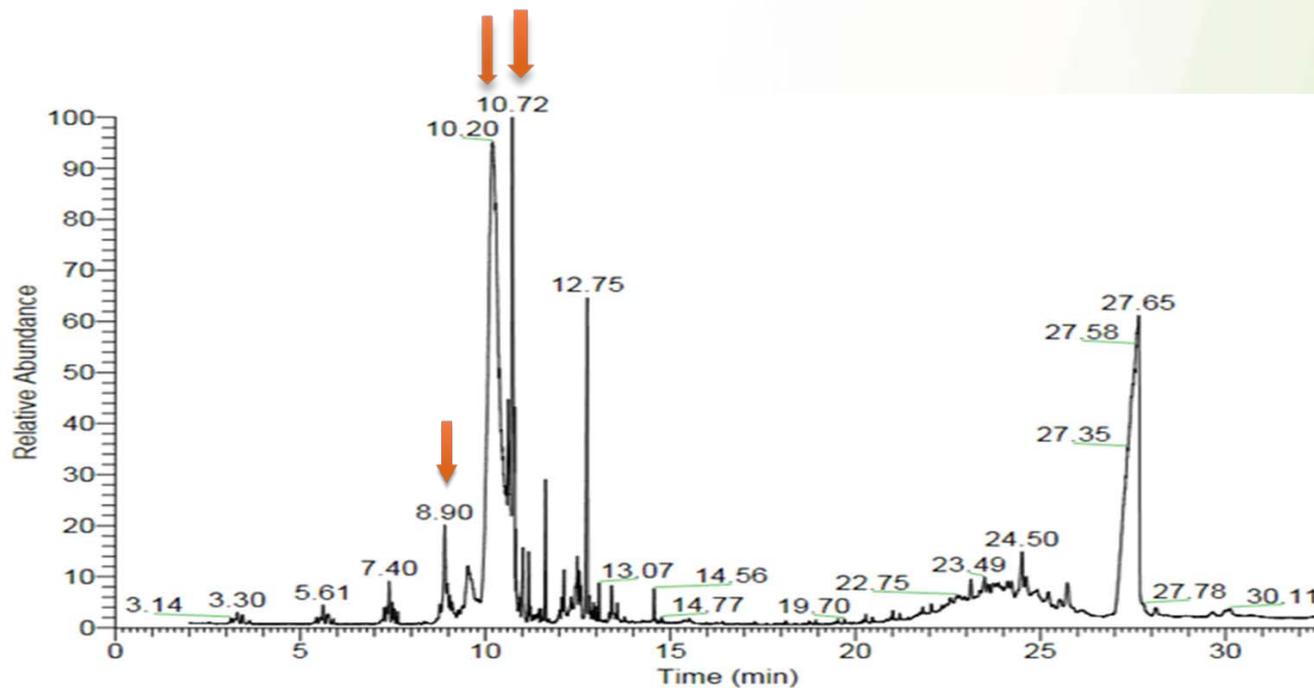


Figura 2. Espectro de ^1H RMN (CDCl_3) de la reacción de deshidratación del hexadecanol con el catalizador AN22-3.

Señales obtenidas por ^1H RMN (ppm) en el proceso de deshidratación de alcohol.

ppm	Grupo
4.97 par de dobletes	Alqueno terminal
5.8 multiplete	- $\text{CH}=\text{CH}_2$
5.37 multiplete	Alqueno intermedio - $\text{CH}=\text{CH}$ -
2 multiplete	Protones vecinos al doble enlace. - $\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2$ - $\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}$ -

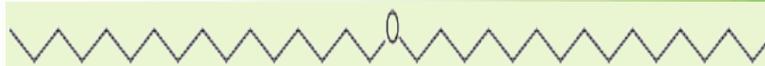
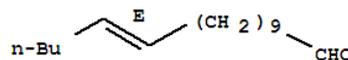
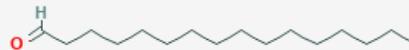
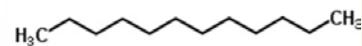
- Siendo el catalizador **AN22-3** el cual tiene una relación molar de **1:1.13** (metasilicato de sodio: Cloruros metálicos acidificados) el que mayor porcentaje de transformación a alqueno intermedio produjo.



Tiempo de retención	Compuesto
3.30	Dodecano
5.61	Tridecano
7.40	Tetradecano
8.90	1-Pentadeceno
10.2	Z-8-Hexadeceno
10.72	1-Hexadeceno
12.75	Hexadecanal
13.07	E-11-Hexadecenal
27.65	Hexadecil éter

Figura 3. Cromatograma de la reacción de deshidratación del hexadecanol con el catalizador AN22-3

Tiempo de retención	Compuesto
3.30	Dodecano
5.61	Tridecano
7.40	Tetradecano
8.90	1-Pentadeceno
10.2	Z-8-Hexadeceno
10.72	1-Hexadeceno
12.75	Hexadecanal
13.07	E-11-Hexadecenal
27.65	Hexadecil eter



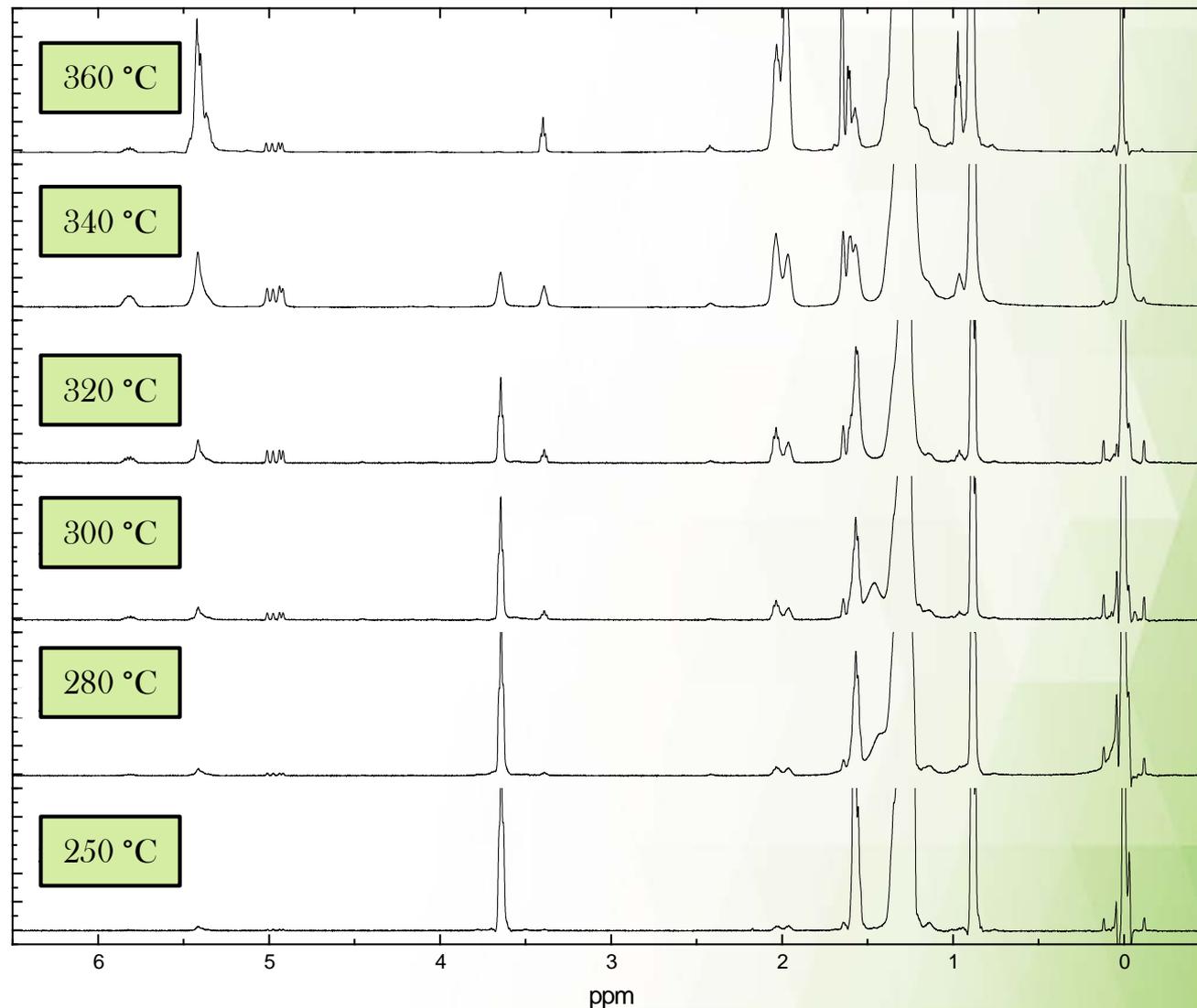
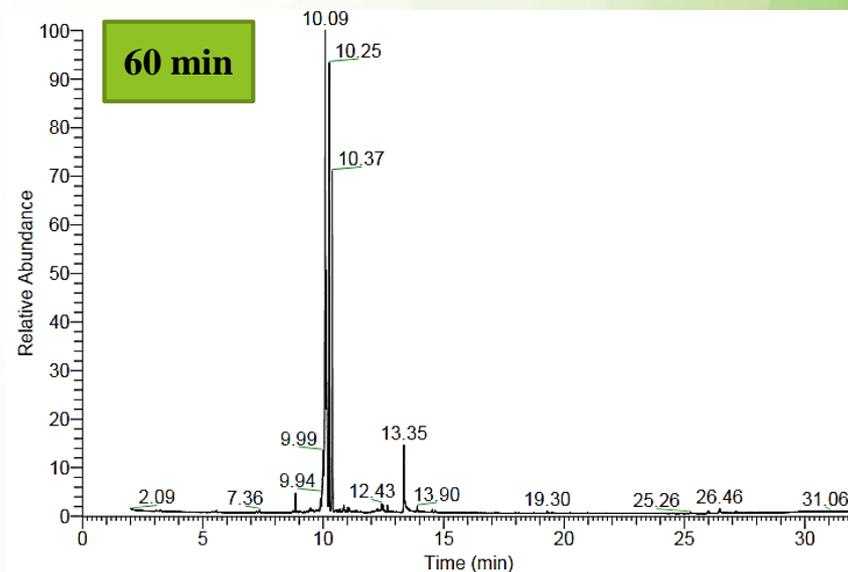
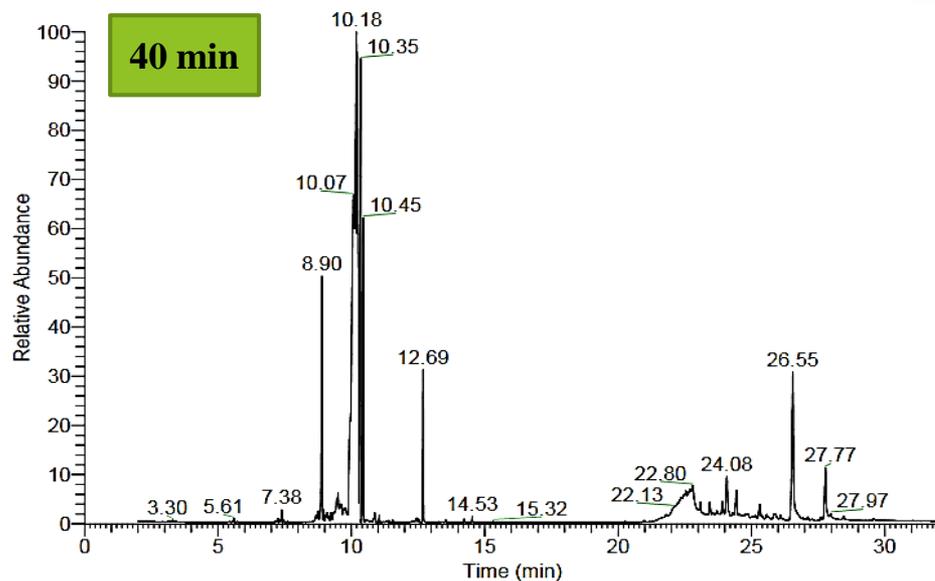


Figura 4. Espectros de ^1H RMN del proceso de deshidratación del hexadecanol catalizado con AN23, 20 min de reacción a diferentes temperaturas.



Tiempo de retención	Compuesto
7.38	Tetradecano
8.90	1-Pentadeceno
10.07	(8Z)-8-Hexadeceno
10.18	(8Z)-8-Hexadeceno
10.35	1-Hexadeceno
10.45	1-Hexadeceno
12.69	Hexadecanal
26.55	Hexadecil éter
27.77	Acido Hexadecanóico

Figura 5. Cromatogramas y productos de reacción de la deshidratación de hexadecanol con el catalizador AN24 a 360°C por 40 min o 60 min.

El proceso de deshidratación con los catalizadores sintetizados se encuentra en un rango de 340 a 360 °C, obteniendo 3 productos principales mostrado en la figura 6. **Estos catalizadores son más selectivos, debido a que no se obtienen ácidos y aldehídos que en experimentos previos se producían.**



Figura 6. Productos de la reacción de deshidratación del hexadecanol con el catalizador AN23.

Conclusiones.

- Se sintetizaron y evaluaron catalizadores fosfoaluminosilicatos de Cu-Zn, con diferente relación molar de sales metálicas (CuCl_2 , ZnCl_2 y $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) con respecto al metasilicato de sodio, presentando mayor actividad catalítica cuando se utiliza una relación de **1:1.13** (Na_2SiO_3 : CuCl_2 , ZnCl_2 y $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- Se estableció que las condiciones adecuadas para el proceso de deshidratación de alcoholes a alquenos es a una temperatura de $360\text{ }^\circ\text{C}$ y 60 min de reacción.



Clúster
Bioturbosina



FONDO
DE SUSTENTABILIDAD
ENERGÉTICA

Agradecimientos:

Se agradece al FONDO (CONACYT-SENER),
Proyecto 248090, Clúster Bioturbosina.



Clúster
Bioturbosina



FONDO
DE SUSTENTABILIDAD
ENERGÉTICA

Sesión de preguntas