

# Reducción catalítica en el laboratorio

Eduardo Marambio-Dennett y Ana Adela Sánchez M.\*

## Resumen

En un trabajo previo se presentó un experimento para demostrar cualitativamente una hidrogenación catalítica, utilizando aceite de semillas de girasol comercial y seis catalizadores de uso industrial.<sup>(1)</sup>

El presente trabajo describe una extensión al mismo para demostrar este tipo de reacción, presentando los resultados obtenidos de un estudio comparativo y cuantitativo de cuatro catalizadores, todos ellos de uso industrial, durante 60 minutos de reacción.

## Abstract

In a previous paper we described an experiment to demonstrate a catalytic hydrogenation in a qualitative way, using commercially available sunflower oil and six industrial-used catalysts.<sup>(1)</sup>

In this paper we describe a complementary quantitative experiment using four industrial catalysts, following the reaction for 60 minutes.

## Antecedentes

Es conocido que en la industria existen diferentes procesos que involucran hidrogenaciones catalíticas. Entre ellos podemos citar la obtención de grasas y margarinas, los que se llevan a cabo con catalizadores de Ni suspendidos en grasa o tierra de diatomeas, a temperaturas que oscilan entre los 150 y 200 °C, y presiones de 1.3-1.7 atm;<sup>(2)</sup> condiciones difíciles de reproducir a un nivel de laboratorio de enseñanza práctica.

Existen en la literatura experimentos descritos para ejemplificar estos procesos a nivel de laboratorio,

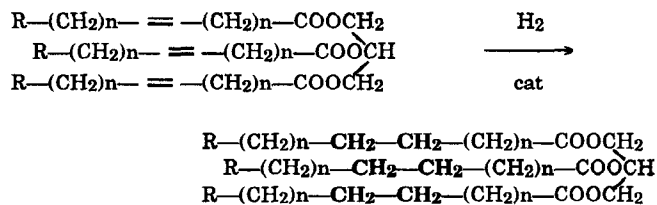
pero requieren de equipo complicado y de manejos sofisticados.<sup>(3)</sup>

Uno de los aceites comestibles de consumo común en México es el aceite de semillas de girasol, el cual contiene un alto grado de insaturaciones. Dada la facilidad de hidrogenación que presenta éste, es un sustrato muy accesible para demostrar un proceso de hidrogenación a nivel de laboratorio.

Aunque los procesos industriales utilizan catalizadores de Ni, los resultados previos<sup>(1)</sup> indicaron baja actividad a las condiciones de trabajo, presentándose como alternativa otro catalizador industrial como lo es el de Pd/Pt/C.

Con base en lo anterior se propone un experimento plausible de realizarse en una sesión de laboratorio de 4 horas, que demuestre el tema de la hidrogenación catalítica cualitativa y cuantitativamente.

La reacción general para la hidrogenación catalítica del aceite de semillas de girasol es:



## PARTE EXPERIMENTAL

### I. Medidas de seguridad

- Es obligatorio el uso de bata, lentes de protección y guantes.
- La reacción se debe de llevar a cabo en campana, con buena ventilación y en presencia del profesor.
- El profesor informará el peligro que representa

\* Departamento de Química Orgánica, Facultad de Química, UNAM, Ciudad Universitaria, 04510, México, D.F.

Recibido: 15 de mayo de 1991; Aceptado: 16 de agosto de 1991.

trabajar con hidrógeno gaseoso y las precauciones a seguir en su manipulación.

- El alumno debe informarse de las propiedades del hidrógeno.

## II. Procedimiento

En un matraz bola de tres bocas de 125 ml, en la campana, colocar 5 g de aceite de semillas de girasol y disolver en 50 ml de  $\text{CCl}_4$ . Adicionar 100 mg de catalizador y una barra magnética. Colocar en una de las bocas un tapón septum y en otra una llave de paso.

En presencia del profesor, llenar un globo de 4 cm de diámetro con  $\text{H}_2$ , (aproximadamente  $2 \text{ dm}^3$ , 14 cm de diámetro) y sellar éste con una pinza de Mohr. Adaptar el globo con hidrógeno al matraz, como se muestra en la figura 1.

Con ayuda de una jeringa de 5 ml y una aguja larga

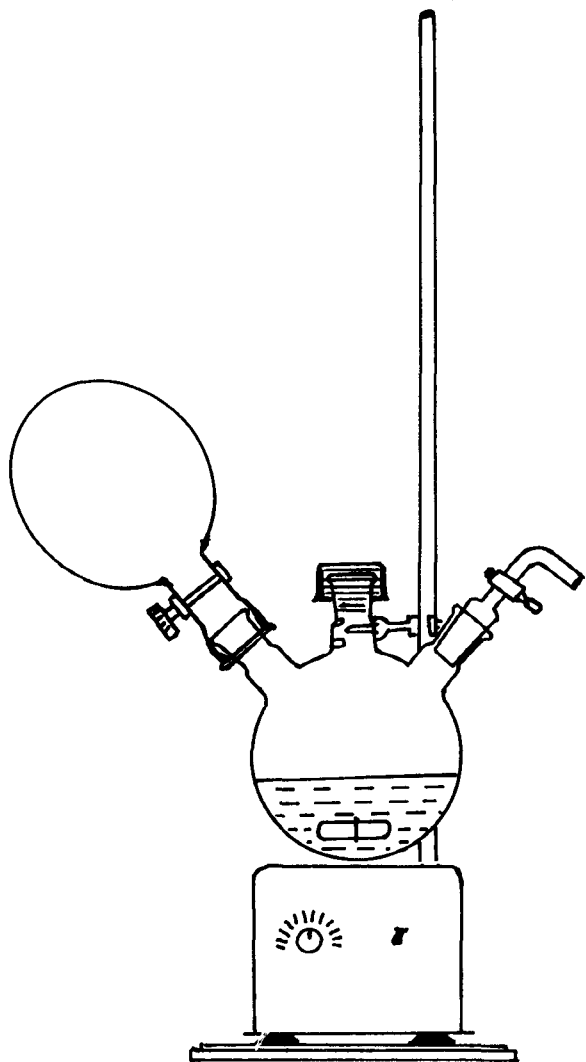


Figura 1.

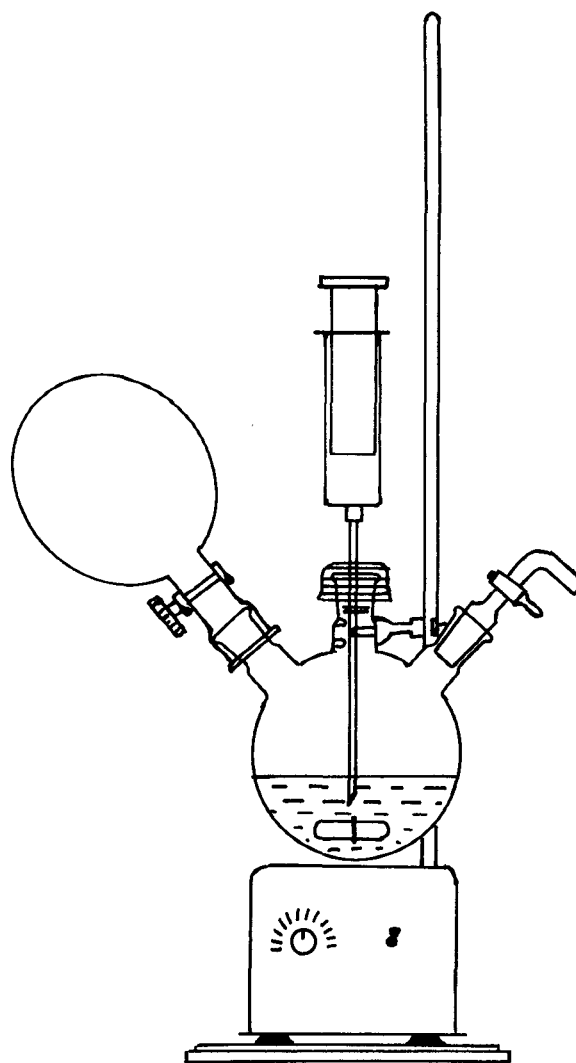


Figura 2.

(10 a 15 cm de longitud —ver figura 2), tomar una alícuota de 3 ml ( $t = 0$ ). Abrir la llave de paso y después abrir un poco la pinza de Mohr, dejando pasar una pequeña cantidad de hidrógeno, para eliminar el aire residual del matraz. Cerrar la llave de paso y retirar la pinza del globo, permitiendo la salida del hidrógeno contenido en éste hacia el interior del matraz. La reacción debe permanecer en agitación constante.

En tanto transcurre el tiempo de reacción, filtrar la alícuota  $t = 0$ , lavar el papel filtro con 10 ml de  $\text{CCl}_4$  y llevar a un volumen final de 20 ml. El porcentaje de insaturación remanente se calcula según el método de Wijs<sup>(4)</sup> o Wijs modificado.<sup>(5)</sup> Repetir esta operación tomando alícuotas cada 15 minutos, hasta completar una hora de reacción.

## Método de Wijs modificado para determinar índice de yodo

La alícuota filtrada se coloca en un matraz para determinación de yodo de 500 ml. Adicionar con pipeta volumétrica 25 ml de reactivo de Wijs comercial (si se desea preparar, ver AOAC 1984, p-507, sección 28.023) y 10 ml de solución de acetato de mercurio II al 2.5% p/v en ácido acético. Agitar y dejar el matraz en la obscuridad 3 minutos, a temperatura ambiente. Transcurrido este tiempo, agregar al matraz de yodo 20 ml de solución de KI al 15% y 100 ml de agua destilada, recién hervida y fría.

Titular el exceso de yodo con solución de tiosulfato de sodio 0.1 N, agitando constantemente, hasta que el color amarillo se torne casi incoloro. Adicionar 5 gotas de solución de almidón al 2% como indicador y continuar la titulación hasta que la coloración azul desaparezca.

El índice de yodo remanente se calcula de acuerdo a la siguiente ecuación:

$I = [(B - S) \times N \times 12.69] / g$  de muestra, donde:

$I$  = índice de yodo

$B$  = ml de solución de tiosulfato consumidos por el blanco

$S$  = ml de solución de tiosulfato consumidos por la muestra

$N$  = Normalidad de la solución de tiosulfato

## Resultados y discusión

En la Tabla 1 se presentan los resultados obtenidos y las condiciones empleadas en cada uno de los experimentos realizados.

Como puede observarse en la Tabla 1, a las condiciones de trabajo de laboratorio, la reacción con los catalizadores de Ni prácticamente no procede, en tanto que, con el catalizador de Pd/Pt/C, la reacción alcanza, después de 60 minutos casi un 70% de avance.

## Conclusiones

La actividad de los catalizadores ensayados es diferente a las condiciones experimentales.

De todos los catalizadores empleados, el de Pd/Pt/C es el que mejor funciona para fines pedagógicos, a las condiciones de trabajo establecidas para una sesión de 4 horas de laboratorio.

Dado que el objetivo de este trabajo es el de presentar un experimento que ponga de manifiesto el proceso de la hidrogenación catalítica, se observa que éste puede

Tabla 1. Índice de insaturación remanente del aceite de semillas de girasol, a diferentes tiempos de reacción, empleando diferentes catalizadores.

Catalizador	% de insaturación remanente después de t (min) de reacción*				Apariencia
	t=15	30	45	60	
a) Control (t = 0)	100	100	100	100	Amarillo claro
b) Nysel (Ni)	100	100	100	100	Amarillo claro
c) G-53 (Ni)	100	100	96.2	95.6	Amarillo claro
d) Pricat (Ni)	100	98.75	96.4	93.8	Amarillo claro
e) Pd/Pt/C	100	97.2	43.7	33.3	Casi incoloro

\* Se utilizaron alícuotas de 3 ml, equivalentes a 300 mg de muestra y temperatura ambiente de 25 °C.

ser demostrado tanto desde el punto de vista cualitativo (cambio de color del aceite), así como cuantitativo (calculando el porcentaje de insaturación remanente<sup>(4,5)</sup> a diferentes tiempos).

Tanto el equipo empleado como la manipulación experimental son accesibles, haciéndose necesario enfatizar en este punto la importancia de la supervisión continua por parte del profesor, al trabajo experimental de los alumnos, para evitar riesgos innecesarios por el empleo de hidrógeno gaseoso, debido a que es altamente explosivo.

## Bibliografía

1. Marambio-Dennett E., James-Molina G. y Herrera-Palafox F. *Education in Chemistry* 28(3), 84-85, (1991).
2. A.E. Bailey. *Industrial Oil and Fats Products*, 5th Edition. New York: Interscience, (1981).
3. Vogel Arthur. *Textbook of Practical Organic Chemistry*. 5th Edition, p.p. 87-95, 472-474. London. Longman, (1989).
4. A.O.A.C. *Official Methods of Analysis*. p. 506-507, 1007 (1984).
5. S.E. Hashemy-Tonkabony. *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, 54 (6), 233 (1977).
6. Una técnica alternativa es la que emplea RMN <sup>1</sup>H para cuantificar el porcentaje de insaturación. Ver tesis de licenciatura de P. Zafra, Facultad de Química UNAM, (1979).