

**ISSN 2410-3950**

**Volumen 4, Número 10 – Enero – Marzo - 2017**

# **Revista de Sistemas Experimentales**

**ECORFAN<sup>®</sup>**

## Indización



**ECORFAN-Bolivia**

Google Scholar

Research Gate

REBID

Mendeley

RENIECYT

## **ECORFAN-Bolivia**

### **Directorio**

#### **Principal**

RAMOS-ESCAMILLA, María. PhD

#### **Director Regional**

IGLESIAS-SUAREZ, Fernando. BsC

#### **Director de la Revista**

SERRUDO-GONZALES, Javier. BsC

#### **Edición de Logística**

PERALTA-CASTRO, Enrique. PhD

#### **Diseñador de Edición**

TREJO-RAMOS, Ivan. BsC.

Revista de Sistemas Experimentales, Volumen 4, Número 10, de Enero a Marzo-2017, es una revista editada trimestralmente por ECORFAN-Bolivia. Loa 1179, Cd. Sucre. Chuquisaca, Bolivia. WEB:

[www.ecorfan.org](http://www.ecorfan.org), [revista@ecorfan.org](mailto:revista@ecorfan.org).

Editora en Jefe: RAMOS-ESCAMILLA, María. PhD, Co-Editor: IGLESIAS-SUAREZ, Fernando. ISSN-2410-4000. Responsables de la última actualización de este número de la

Unidad de Informática ECORFAN. ESCAMILLA-BOUCHÁN, Imelda. PhD, LUNA-SOTO, Vladimir. PhD, actualizado al 31 de Marzo del 2017.

Las opiniones expresadas por los autores no reflejan necesariamente las opiniones del editor de la publicación.

Queda terminantemente prohibida la reproducción total o parcial de los contenidos e imágenes de la publicación sin permiso del Instituto Nacional del Derecho de Autor.

## **Consejo Editorial**

ALEMÓN-MEDINA, Francisco Radamés. PhD  
*Instituto Nacional de Pediatría-México*

POSADA-GOMEZ, Ruben. PhD  
*Institut National Polytechnique de la Lorraine-Francia*

RUIZ-AGUILAR, Graciela. PhD  
*Universidad de Guanajuato-México*

RANGEL-VILLALOBOS, Hector. PhD  
*Universidad De Guadalajara-México*

SOTERO-SOLIS, Victor Erasmo. PhD  
*Universidad Nacional de la Amazonia Peruana-Perú*

CORTES-SANCHEZ, Alejandro de Jesus. PhD  
*Secretaria de Salud-México*

HERNANDEZ-MARTÍNEZ, Rufina. PhD  
*University of California-USA*

PALOS-PIZARRO, Isidro. PhD  
*Universidad Autonoma de Tamaulipas-México*

## **Consejo Arbitral**

PNPI. PhD

*Instituto Nacional de Neurologia y Neurocirugia-México*

DAJWZ. PhD

*Federal University of MatoGrosso-Brasil*

PRL. PhD

*Universidad Tecnologica de Culiacan-México*

GTCC. PhD

*Universidad Central de Venezuela-Venezuela*

DFSNM. PhD

*Universidad Autonoma de Coahuila-México*

RLR. PhD

*Universidad Autonoma de Sonora-México*

ACG. PhD

*Instituto Politécnico Nacional-México*

PFC. PhD

*Washington State University-USA*

## Presentación

ECORFAN, es una revista de investigación que publica artículos en las áreas de: Sistemas Experimentales.

En Pro de la Investigación, Enseñando, y Entrenando los recursos humanos comprometidos con la Ciencia. El contenido de los artículos y opiniones que aparecen en cada número son de los autores y no necesariamente la opinión del Editor en Jefe.

En el primer número es presentado el *Evaluación de la estabilidad del color en el teñido de lana y algodón con extracto de cebolla morada (Allium cepa)* por ARROYO-FIGUEROA, Gabriela, ÁLVAREZ-CANELO, Jesús Guadalupe, MEDINA-SAAVEDRA, Tarsicio y DZUL-CAUIH, Jorge con adscripción en la Universidad de Guanajuato, como siguiente artículo está *Efecto de la adición del promotor  $La_2O_3$  en las propiedades texturales y morfológicas del catalizador para isomerización* por LUGO-DEL ÁNGEL, Fabiola Erika, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MONTOYA-DE LA FUENTE, José Ascensión y CRUZ-NETRO, Liz del Carmen con adscripción en la Universidad Politécnica de Altamira, como siguiente artículo está *Síntesis y caracterización de materiales catalíticos  $ZrO_2-SO_4$  y  $ZrO_2-Na$  para el proceso de transesterificación* por CRUZ-NETRO, Liz del Carmen, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MELO-BANDA, José Aarón, GARCIA-ALAMILLA, Ricardo, NAVARRETE-BOLAÑOS, Juan y LUGO-DEL ÁNGEL, Erika con adscripción en el *Instituto Tecnológico de Ciudad Madero* como siguiente artículo está *Estandarización de la producción de una bebida tradicional a base de maíz (Sende)* por HERNÁNDEZ-DOMÍNGUEZ, María del Rosario, ROJO-BURGOS, Maricela, VENTURA-SECUNDINO, Monzerrat y SOLÓRZANO-BENÍTEZ, Alfredo con adscripción en la Universidad Tecnológica del Sur del Estado de México como siguiente artículo *Evaluación del potencial de generación de estiércol como materia prima para la producción de biogás en la Zona Altamira, Tamaulipas* por PÉREZ-BRAVO, Sheila Genoveva, BAUTISTA-VARGAS, María Esther, HERNÁNDEZ-SÁNCHEZ, Adán y ENRIQUEZ-PADILLA, Jonathan Uriel con adscripción en la Universidad Politécnica de Altamira como siguiente artículo *Estudio comparativo de la liberación de gas de fosforo de aluminio bajo el método del cubo en tres diferentes altitudes sobre el nivel del mar* por SANTILLAN-SANTANA, Jaime, DE LA PAZ-GUTIERREZ, Salvador A., SANTILLAN-SANTANA, José Jaime y LEPE-GARCÍA, José de Jesús con adscripción en la Universidad de Guadalajara como siguiente artículo está *Determinación del potencial nutracéutico de frutos de *Ardisia compressa* K. colectados en Xicotepec de Juárez, Puebla* por LÓPEZ-YERENA, Anallely, GUERRA-RAMÍREZ, Diana, VÁZQUEZ-SÁNCHEZ, Alma Y. y GONZÁLEZ-LÓPEZ, Julio con adscripción en la Universidad Tecnológica de Xicotepec de Juárez.

## Contenido

Artículo	Página
<b>Evaluación de la estabilidad del color en el teñido de lana y algodón con extracto de cebolla morada (<i>Allium cepa</i>)</b> ARROYO-FIGUEROA, Gabriela, ÁLVAREZ-CANELO, Jesús Guadalupe, MEDINA-SAAVEDRA, Tarsicio y DZUL-CAUIH, Jorge	1-6
<b>Efecto de la adición del promotor <math>\text{La}_2\text{O}_3</math> en las propiedades texturales y morfológicas del catalizador para isomerización</b> LUGO-DEL ÁNGEL, Fabiola Erika, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MONTOYA-DE LA FUENTE, José Ascensión y CRUZ-NETRO, Liz del Carmen	7-16
<b>Síntesis y caracterización de materiales catalíticos <math>\text{ZrO}_2\text{-SO}_4</math> y <math>\text{ZrO}_2\text{-Na}</math> para el proceso de transesterificación</b> CRUZ-NETRO, Liz del Carmen, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MELO-BANDA, José Aarón, GARCIA-ALAMILLA, Ricardo, NAVARRETE-BOLAÑOS, Juan y LUGO-DEL ÁNGEL, Erika	17-24
<b>Estandarización de la producción de una bebida tradicional a base de maíz (Sende)</b> HERNÁNDEZ-DOMÍNGUEZ, María del Rosario, ROJO-BURGOS, Maricela, VENTURA-SECUNDINO, Monzerrat y SOLÓRZANO-BENÍTEZ, Alfredo	25-33
<b>Evaluación del potencial de generación de estiércol como materia prima para la producción de biogás en la Zona Altamira, Tamaulipas</b> PÉREZ-BRAVO, Sheila Genoveva, BAUTISTA-VARGAS, María Esther, HERNÁNDEZ-SÁNCHEZ, Adán y ENRIQUEZ-PADILLA, Jonathan Uriel	34-40
<b>Estudio comparativo de la liberación de gas de fosforo de aluminio bajo el método del cubo en tres diferentes altitudes sobre el nivel del mar</b> SANTILLAN-SANTANA, Jaime, DE LA PAZ-GUTIERREZ, Salvador A., SANTILLAN-SANTANA, José Jaime y LEPE-GARCÍA, José de Jesús	41-48
<b>Determinación del potencial nutracéutico de frutos de <i>Ardisia compressa</i> K. colectados en Xicotepec de Juárez, Puebla</b> LÓPEZ-YERENA, Anallely, GUERRA-RAMÍREZ, Diana, VÁZQUEZ-SÁNCHEZ, Alma Y. y GONZÁLEZ-LÓPEZ, Julio	49-56

*Instrucciones para Autores*

*Formato de Originalidad*

*Formato de Autorización*

## Evaluación de la estabilidad del color en el teñido de lana y algodón con extracto de cebolla morada (*Allium cepa*)

ARROYO-FIGUEROA, Gabriela\*†, ÁLVAREZ-CANELO, Jesús Guadalupe, MEDINA-SAAVEDRA, Tarsicio y DZUL-CAUIH, Jorge

Universidad de Guanajuato

Recibido Enero 22, 2017; Aceptado Marzo 15, 2017

### Resumen

Actualmente existe un gran interés por retomar el uso de colorantes naturales en el área textil. Sin embargo los colorantes naturales deben de cumplir con ciertos requisitos para poder ser introducidos en la industria. Uno de ellos es la solidez del color que presentan, ante determinadas pruebas. Por lo que el objetivo de este trabajo fue evaluar la estabilidad del color en el teñido de lana y algodón con extracto de cáscara de cebolla morada (*Allium cepa*), a través de pruebas de solidez del color. La metodología consistió realizar el teñido de las fibras, con tres concentraciones del extracto de la cáscara de cebolla morada (50, 75 y 100%). Se realizaron pruebas de solidez a los ácidos y álcalis, lavado a temperaturas altas, lavado doméstico, frote en seco y luz artificial. Se midió el color a las muestras teñidas antes y después de las pruebas, y se calculó el valor  $\Delta E$ . Se encontró que las pruebas que afectan en mayor medida a la fibra de lana son las de lavado a temperaturas elevadas y lavado doméstico y para la tela de algodón las que más afectaron son las de lavado a temperaturas elevadas y luz artificial. Con esta investigación se puede ayudar a encontrar procesos que aumenten la solidez final en las prendas teñidas con colorantes naturales.

**Fibras naturales, colorantes naturales, teñido, cebolla morada**

### Abstract

At the moment there is a great interest to resume the use of natural dyes in the textile area. However natural colorants must meet certain requirements to be introduced in the industry. One of them is the solidity of the color that they present, before certain tests. Therefore the objective of this work was to evaluate the color stability in the dyeing of wool and cotton with purple onion extract (*Allium cepa*), through tests of color fastness. The methodology consisted in the staining of the fibers, with three concentrations of the extract of the purple onion shell (50, 75 and 100%). color fastness tests were carried out on acids and alkalis, washing at high temperatures, domestic washing, dry rubbing and artificial light. Color was measured on the samples stained before and after the tests, and the  $\Delta E$  value was calculated. It was found that the tests that affect the wool fiber to a greater extent are those of washing at high temperatures and domestic washing and for the cotton cloth those that most affected are washing at high temperatures and artificial light. With this research can help to find processes that increase the final strength in garments stained with natural dyes.

**Natural fibers, natural dyes, dyed, purple onion**

**Citación:** ARROYO-FIGUEROA, Gabriela, ÁLVAREZ-CANELO, Jesús Guadalupe, MEDINA-SAAVEDRA, Tarsicio y DZUL-CAUIH, Jorge. Evaluación de la estabilidad del color en el teñido de lana y algodón con extracto de cebolla morada (*Allium cepa*). Revista de Sistemas Experimentales. 2017, 4-10: 1-6

\* Correspondencia al Autor (Correo electrónico: gabiaf@yahoo.com.mx)

† Investigador contribuyendo como primer Autor.

## Introducción

Los argumentos principales para retomar los colorantes naturales a nivel industrial en el área textil, son la sustentabilidad, la química verde y la mejora del medio ambiente (Berchtold *et al.*, 2006). Aunque para que los mismos puedan ser introducidos en la industria deben de cumplir con ciertos análisis. Uno de ellos es la solidez del color en la fibras, ante determinadas pruebas (Berchtold *et al.*, 2006), algunas de estas pruebas son: Solidez a: cambio de pH en ácidos y álcalis, agua a temperaturas altas, lavado doméstico, luz artificial y frote en seco. Estas fueron realizadas en el presente trabajo, una vez que se aplicó el teñido de la fibra de lana y la tela de algodón con el extracto de la cebolla morada.

## Justificación

Hoy en día ante las evidencias de los daños a la salud y al ambiente por el uso indiscriminado de colorantes sintéticos renace el interés por el uso de colorantes naturales (Del Rio, 2006), ya que además estos colorantes pueden ser benéficos para la salud humana, debido a sus propiedades antioxidantes o incluso efectos anticancerígenos (Vigueras y Portillo, 2016).

## Objetivo

Evaluar la estabilidad del color en el teñido de hilo de lana y tela de algodón con extracto de cáscara de cebolla morada, a través de pruebas de solidez del color.

## Marco Teórico

A nivel mundial se ha buscado sustituir los colorantes artificiales que se emplean en la industria por colorantes naturales. Esto debido a la elevada contaminación generada por las cantidades de colorantes sintéticos y al gran impacto ambiental que generan las empresas, cuando vierten sus efluentes con altas cargas de colorantes a los cuerpos acuíferos.

La mayoría de estos colorantes son mutagénicos y cancerígenos; y no son eliminados completamente con los sistemas tradicionales de aguas residuales (Arroyo *et al.*, 2010).

Existe una gran cantidad de organismos que producen colorantes naturales, entre los más conocidos son las plantas, que en su mayoría tiñen amarillo y verde, animales, hongos, líquenes, minerales, entre otros. Son diversas las plantas que producen colorantes, por lo general todas las plantas medicinales tienen propiedades tintóreas, la mayoría originan colores amarillos a verdes, pero aquellas utilizadas en la elaboración de tinturas, sirven para obtener otros colores, (Vigueras y Portillo *et al.*, 2004). La Cebolla morada (*Allium cepa*), es un vegetal que se utiliza como colorante natural, gracias a sus estructuras químicas como los tetrapirroles, xantonas, carotenoides y los flavonoides, que son los responsables de proporcionarle su color característico a la cebolla y el color a la fibra teñida (Trujillo y López, 2010).

En el área textil, las fibras óptimas para el teñido con tintes naturales son todas aquellas de origen natural, las de mayor afinidad son las de origen proteico, es decir, las de origen animal, entre ellas la lana, los pelos de camélidos y la seda. Como segunda instancia se pueden utilizar para el teñido de fibras las de origen celulósico, es decir, las fibras de origen vegetal, como el algodón, el ixtle, el bambú, etc. Estas fibras suelen ser más complicadas al momento de teñir y generalmente toman el color en menor grado que la lana (Manrrome, 2015).

En el proceso de teñido, un paso importante es el mordentado, el cual se entiende como la acción de aplicar sustancias de origen natural o sintético a las fibras que se van a teñir, con el fin de que se fije el color a éstas, además dichos elementos coadyuvarán a que se deposite uniformemente en las fibras y sea brillante el color. Todavía se usan mordentes naturales como el alumbre o sulfato de aluminio y potasio, el cual es un mineral que se encuentra en forma de piedra y es conocido comúnmente como calinita. El mordentado se puede aplicar de tres maneras: premordentado, postmordentado y mordentado simultáneamente con el teñido. El premordentado, que fue el paso aplicado, consiste en introducir la fibra húmeda sin teñir en agua tibia, donde previamente ya está disuelto el mordente (Arroyo, 2010).

Una propiedad a estudiar en los textiles después del teñido es la solidez del color, ésta establece la resistencia que presenta el sustrato teñido, a cambiar su color o perder la intensidad luego de ser sometida a agentes externos. Las pruebas para determinarla se realizan a nivel de laboratorio, simulando condiciones reales de uso donde se combinan el efecto de la temperatura, la humedad, la acción del sol, cambio de pH y otros factores (González *et al.*, 2014).

Una forma de visualizar los resultados de uniformidad de teñido en la fibra, es midiendo el color, para esto la Commission Internationale de l'Éclairage (CIE), una organización sin fines de lucro que es considerada como la autoridad en la ciencia de la luz y el color, ha definido espacios de color, incluyendo CIE XYZ, CIE L\*C\*h, y CIE L\*a\*b\*, para comunicar y expresar el color objetivamente. El espacio de color L\*a\*b\*, también referido como CIELAB, es actualmente uno de los espacios de color más populares y uniformes usado para evaluar el color de un objeto (Konica Minolta, 2016).

## Metodología

En el proceso de teñido de cebolla morada, solamente se utilizó la parte exterior de la cebolla morada, para la tinción de las fibras se empleó un porcentaje de 100%, 75% y 50% de cáscara de cebolla morada sobre el peso de la fibra en seco, se realizaron tres replicas de una de las pruebas, con tres mediciones del color para cada una. El proceso de teñido comenzó, con el lavado de las fibras naturales, el cual se realizó con jabón roma biodegradable y agua desionizada tibia. Se siguió con el premordentado, se usó como mordente el alumbre, en una solución al 30%, se pusieron a hervir por 30 minutos a temperatura constante y se dejaron reposar por 48 horas.

Para la preparación del extracto colorante y el teñido, se pesó la cáscara de cebolla morada seca, para las concentraciones 50, 75 y 100% y se dejaron macerar por 24 horas y se filtro. Pasado ese tiempo se puso a calentar el extracto y una vez que alcanzó la temperatura de 40 °C se introdujeron las fibras y se dejaron en el fuego hasta su punto de ebullición por 30 minutos. Una vez que se impregnó el color en las fibras, estas se lavaron con agua desionizada en abundancia hasta retirar el exceso de color.

Pruebas de solidez del color en la lana y algodón. Se realizaron cinco pruebas de solidez de color: cambio de pH en ácidos y álcalis, agua a temperaturas altas, lavado doméstico, luz artificial y frote en seco. Para esto se tejieron varias muestras de lana teñida de 2x2 cm y se cortaron trozos de tela de 3\*3 cm para el caso del algodón, para cada una de las pruebas y sus réplicas, a nivel laboratorio. La solidez del color fue determinada para cada uno de los experimentos, mediante la obtención de los valores  $\Delta L^*$ ,  $\Delta a^*$ ,  $\Delta b^*$ , sus medias y las desviaciones estándar de los mismos.

Solidez del color a los ácidos y álcalis. Para determinar la solidez del color a los ácidos y álcalis, los trozos de lana y algodón teñido se sometieron en agua desionizada, a la cual ajusto el pH con soluciones diluidas de ácido acético e hidróxido de sodio a valores de pH de 5 y 9. Para esta prueba se utilizó una lavadora Gester GT-D07, en la cual se colocaron las muestras de las fibras teñidas en los frascos de acero inoxidable, con la solución de pH ácido o álcalis, en cada frasco se puso 30 ml de cualquiera de las dos soluciones. Se dejaron las muestras por 30 minutos en la lavadora y se pusieron a secar en la plancha de vapor, para la posterior medición de su color.

Solidez de color a temperaturas altas. En esta prueba se está considerando únicamente el cambio de temperatura. Se expuso la lana y el algodón teñido en los frascos de la lavadora Gester GT-D07 con 30 ml agua desionizada para cada frasco, y se programó para elevar la temperatura a 80°C y permanecer a temperatura constante por 15 minutos. Posteriormente los trozos de fibras se retiraron y se secaron mediante la plancha, para ser analizado el color.

Solidez del color al lavado doméstico. Se colocó la lana y el algodón en los frascos de la lavadora Gester GT-D07 y se sometió a 30 ml de una solución de jabón para ropa líquido, de concentración 0.5%, de igual manera se lavaron por 30 minutos, para su posterior secado en la plancha y finalmente el análisis del color.

Solidez del color a la luz artificial. El método consistió en colocar trozos de la lana y el algodón, sobre un pedazo de foami negro, los cuales fueron introducidos en una caja forrada de negro con las siguientes dimensiones, 40 cm de alta, 50 cm de ancho y 100 cm de largo. Los trozos de las fibras se sometieron a una lámpara de 22 W y 1080 Lm de intensidad de luz artificial.

Se estuvieron monitoreando las muestras por 72 horas con análisis de color cada 24 horas.

Solidez del color al frote seco. Esta prueba se realizó con un frotímetro (crockmeter). Las muestras de lana y algodón teñidas se colocaron en la base del frotímetro sobre el papel lija. Se cubrió el vástago del brazo del crockmeter con un recuadro de tela blanco especial para el equipo. El vástago del brazo cubierto se bajó sobre la muestra seca de lana y algodón teñido, y se hizo el frotado dando 20 rpm. Se retiraron la muestra y la tela, y se les analizó el color.

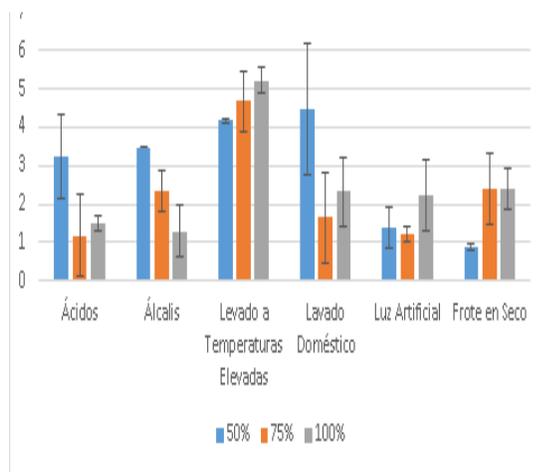
Para la evaluación de los resultados, se midió el color el color de las muestras de las fibras teñidas, antes y después de las muestras de solidez del color. Y se calculó  $\Delta E^*$ , que es la diferencia total entre dos muestras de color, donde el asterisco denota el uso de valores de la escala CIEL\*a\*b\*. La fórmula que se usó para calcular el  $\Delta E^*$  fue la siguiente:

$$\Delta E = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}} \quad (1)$$

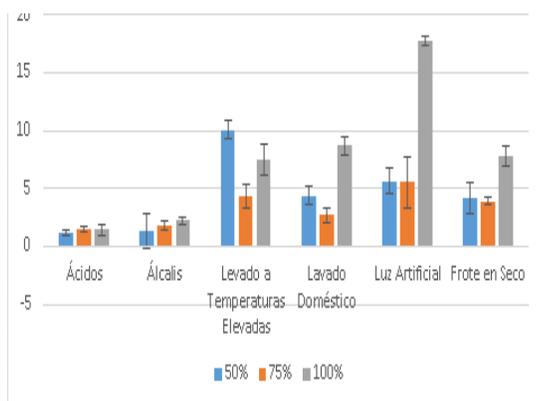
## Resultados

Los resultados obtenidos  $\Delta E$  en la evaluación del color de las diferentes pruebas de estabilidad del teñido en lana y algodón con la cáscara de cebolla morada, en función al área cromática CIEL\*a\*b\*, se muestran en las Figuras 1 y 2. Cada valor corresponde al promedio de la evaluación de tres puntos por medio del colorímetro, para tres replicas y también se indica la desviación estándar para cada una de las barras.

En la figura 1, se muestran los resultados de las pruebas de solidez para el teñido de la lana en sus diferentes concentraciones y se observa que las pruebas que más afectaron las muestras teñidas fueron las de lavado a temperaturas elevadas y lavado doméstico, así mismo se observa que las pruebas que menos daño causaron a las muestras fueron las de luz artificial y frote en seco.



**Figura 1** Gráfica que muestra los resultados  $\Delta E^*$ , obtenidos a partir de las pruebas de estabilidad del color en las muestras de lana teñidas con cáscara de Cebolla Morada (*Allium cepa*).



**Figura 2** Gráfica que muestra los resultados  $\Delta E^*$ , obtenidos a partir de las pruebas de estabilidad del color en las muestras de algodón teñidas con cáscara de Cebolla Morada (*Allium cepa*).

En la figura 2, al analizar los resultados en el teñido de algodón con cáscara de cebolla morada, se percató que las muestra que más perjudicaron las muestras teñidas fueron las lavado a temperaturas elevadas, luz artificial, seguida de la de lavado doméstico y las pruebas que menos afectaron las muestras fueron las de ácidos y álcalis.

## Conclusiones

Las pruebas de solidez al color aplicadas al teñido de lana y algodón, muestran resultados un tanto variables para cada una de las fibras, siendo la lana la fibra en la que observó mayor retención del color después del teñido, pero fue la más afectada a la aplicación de las pruebas de estabilidad. Por otro lado el algodón presentó una mayor estabilidad en el color al aplicarse las pruebas de solidez, sin embargo, la absorción del color a la hora del teñido no fue la esperada. La prueba que más afecto a las fibras de manera global fue la de lavado a temperaturas elevadas, para el caso de la lana le siguió lavado doméstico y para el algodón la luz artificial. Las pruebas que menos afectaron para la lana fueron las de luz artificial, frote en seco, ácidos y álcalis y para el caso del algodón fueron ácidos y álcalis, frote en seco y lavado doméstico. Por último el teñido de estas fibras con cáscara de cebolla morada, son importantes porque permite controlar los resultados, información de relevante importancia para las empresas que gusten emplear este colorante natural.

## Referencias

Arroyo Figueroa, G., Ruíz Aguilar, G., González Sanchez, G. y Cuevas Rodríguez, G. (2010). Evaluación de la estabilidad del color sobre la tela de algodón teñida con Grana Carmín. Pp.199 – 206. En Portillo, L. y A. L. Viguera (eds.). Conocimiento y Aprovechamiento de la Grana Cochinilla. Universidad de Guadalajara, México.

Arroyo Ortiz L. (2010). Aplicación de Grana Cochinilla en Algodón, Henequén y Lana. En Berchtold, T., Mahmud-Ali A., Mussak R. (2006). *Natural dyes for textile dyeing: A comparison of methods to assess the quality of Canadian golden rod plant material*. Dyes and pigments. XX, Pp. 1 – 7.

Del Río Dueñas, I. (2006). *La Grana Cochinilla Fina, Regalo de México para el Mundo*. Instituto de Ecología Oaxaca. Pp. 11 – 38.

González, E. L., Fontalvo, S. M., Álvarez L. C. & Restrepo O. A. (2014). Generalidades de la seda y su proceso de teñido. *Prospect*, 12(1), 7-14

Konica Minolta. (2016). Entendiendo El Espacio de Color CIE L\*A\*B\*. Fecha de consulta: 11 de Agosto de 2016. Obtenido de: <http://sensing.konicaminolta.com.mx>

Manrrone, L. (2015). *Tintes naturales. Técnicas ancestrales en el mundo moderno*. Editorial Dunke. Ciudad Autónoma de Buenos Aires.

Portillo, L. y A. L. Viguera (eds.). *Conocimiento y Aprovechamiento de la Grana Cochinilla*. Universidad de Guadalajara, México.

Trujillo Hernández, S. J y López Rosales, W. M (2010). Tesis para obtener el grado de licenciatura: Obtención de Colorantes Naturales a partir de Cáscara *Allium cepa* (Cebolla blanca y morada) y Raíz de *Beta vulgaris* (Remolacha) para su aplicación en la industria textil. Universidad de el Salvador, El Salvador.

Viguera, A. L. y Portillo, L. (2016). *Contribución al Conocimiento y Aprovechamiento de Cáceas y otras Plantas Suculentas, Volumen 1*. Universidad de Guadalajara, México. PP. 09 – 30.

Viguera, A. L. y Portillo, L. (2004). Teñido de Fibras Naturales con Pigmentos. Universidad de Guadalajara, México. Pp. 1 – 24.

## Efecto de la adición del promotor $\text{La}_2\text{O}_3$ en las propiedades texturales y morfológicas del catalizador para isomerización

LUGO-DEL ÁNGEL, Fabiola Erika\*†, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MONTOYA-DE LA FUENTE, José Ascensión y CRUZ-NETRO, Liz del Carmen

*Universidad Politécnica de Altamira. Nuevo Libramiento Altamira Km. 3, Santa Amalia, 89602 Altamira, Tamps.*

Recibido Enero 20, 2017; Aceptado Marzo 1, 2017

### Resumen

En el presente trabajo se sintetizó  $\text{Pt-ZrO}_2\text{-SO}_4$  mediante el proceso sol-gel. Usando la adición de  $\text{La}_2\text{O}_3$  en concentraciones de 2, 3, 5 y 10 % en peso, como agente estabilizador en la reacción de isomerización. La caracterización fue por: Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopia de Infrarrojo (FTIR) y Microscopia electrónica de barrido (MEB). Por DRX, se obtuvieron las fases cristalinas al adicionar el óxido de lantano al óxido de circonio sulfatado, los soportes presentan la misma fase cristalina (tetragonal). Los espectros de FTIR de los sólidos presentan los grupos funcionales característicos del  $\text{ZrO}_2$ , los iones sulfatos y  $\text{La}_2\text{O}_3$ . La morfología de los materiales catalíticos presenta cúmulos de partículas de diferentes tamaños (20 a 50  $\mu\text{m}$ ) y una gran porosidad, formadas por cristales de circonia sulfatada y óxido de lantano. Los sólidos catalíticos no sufren desactivación debido a la adición de los dopantes ya que mostraron una alta durabilidad y estabilidad en la reacción de isomerización de n-heptano.

$\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , MEB

### Abstract

In the present work  $\text{Pt-ZrO}_2\text{-SO}_4$  was synthesized by the sol-gel process. Using the addition of  $\text{La}_2\text{O}_3$  in concentrations of 2, 3, 5 and 10% by weight, as stabilizing agent in the isomerization reaction. The characterization was by: X-ray diffraction (XRD), Infrared Spectroscopy (FTIR) and Scanning Electron Microscopy (SEM). By XRD, the crystalline phases were obtained by adding the lanthanum oxide to the sulfated zirconium oxide, the supports having the same crystalline (tetragonal) phase. The FTIR spectra of the solids have the functional groups characteristic of  $\text{ZrO}_2$ , the sulfate ions and  $\text{La}_2\text{O}_3$ . The morphology of the catalytic materials presents clusters of particles of different sizes (20 to 50  $\mu\text{m}$ ) and a large porosity, formed by crystals of sulfated zirconia and lanthanum oxide. The catalytic solids did not undergo deactivation due to the addition of the dopants as they showed high durability and stability in the n-heptane isomerization reaction.

$\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , SEM

**Citación:** LUGO-DEL ÁNGEL, Fabiola Erika, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MONTOYA-DE LA FUENTE, José Ascensión y CRUZ-NETRO, Liz del Carmen. Efecto de la adición del promotor  $\text{La}_2\text{O}_3$  en las propiedades texturales y morfológicas del catalizador para isomerización. Revista de Sistemas Experimentales 2017, 4-10: 7-16

\* Correspondencia al Autor (Correo electrónico: [fabiola.lugo@upalt.edu.mx](mailto:fabiola.lugo@upalt.edu.mx))

† Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

Actualmente los procesos de refinación de petróleo han tenido una creciente importancia comercial, y concretamente se están realizando numerosas investigaciones acerca de los materiales catalíticos empleados en estos procesos, con la finalidad de lograr un aprovechamiento óptimo e integral de sus propiedades catalíticas.

Al ser el catalizador el responsable del proceso es importante mencionar algunas particularidades. Los catalizadores tienen elementos propios que los hacen óptimos o no para una determinada reacción; estos elementos varían según la composición del sólido que, en general, es muy compleja, pero pueden agruparse en tres bloques básicos.

La fase activa es el primer elemento básico de cualquier catalizador y marca la actividad catalítica del mismo, pues la sola presencia de ella puede llevar a cabo la reacción, bajo las condiciones establecidas. Dicha fase puede ser una sola fase química o un conjunto de ellas. Una de las desventajas de la mayoría de las fases activas es que puede tener un costo muy elevado, como en el caso de los metales nobles (platino, paladio, rodio, etc.) o son sensibles a cambios de temperatura; esto genera la necesidad de un segundo elemento (soporte) que disperse la fase activa, la estabilice y/o lo proporcione buenas propiedades mecánicas.

El soporte es la matriz sobre la cual se coloca la fase activa y su función puede estar relacionada tanto en la optimización de sus propiedades catalíticas como en la mejora de las propiedades mecánicas.

La mayoría de los soportes son sólidos porosos, lo que indica que su área superficial es generalmente elevada. Esto hace que la fase activa pueda dispersarse sobre una superficie mayor, lo que redundaría en mayor área de reacción. Esta característica es muy importante cuando la reacción química es lenta. Sin embargo, en algunos casos se emplean sólidos no porosos para minimizar la interacción con la fase activa. Los soportes también proveen a la fase activa de resistencia mecánica (que es esencial cuando se opera con flujos elevados) y térmica (ideal al operar a altas temperaturas).

En algunos casos se pueden aprovechar las características propias del soporte y emplearlo también como un componente de la fase activa, de modo que el material final mejore las propiedades catalíticas de la fase activa.

El promotor es aquel elemento, que incorporado en pequeñas proporciones a la fase activa o al soporte, permite mejorar las características del catalizador. Los promotores que dan mayor estabilidad a la fase activa se llaman texturales y los que aumentan la actividad de la misma, electrónicos.

Estos elementos que conforman un catalizador proveen al mismo de ciertas características que son las que le hacen apropiado para acelerar el proceso de una reacción principal.

Actividad, selectividad y vida útil, son las propiedades típicas de un catalizador. Para que un catalizador sea interesante industrialmente, su comportamiento en operación debe ponderar de forma adecuada las tres propiedades.

Las propiedades de la industria actual hacen énfasis en una utilización más eficiente de las materias primas y de la energía. Es por ello que en opinión generalizada el orden relativo de importancia es selectividad>vida útil>actividad.

Para que un sólido pueda actuar como catalizador, al menos uno de los reactantes debe interactuar con su superficie y fijarse sobre ella (adsorción). Disponer de una extensa superficie donde los reactantes puedan adsorberse es, pues, fundamental para un catalizador sólido. Por ello se emplean normalmente sólidos porosos, que disponen de una gran superficie (externa + interna) por unidad de masa del sólido (por lo tanto en un volumen reducido). La estructura de las partículas de catalizador sólido (número, tamaño y volumen de poros) es, en consecuencia, fundamental para que el catalizador opere correctamente. También la composición del catalizador es importante, ya que como la interacción del reactante con la superficie es de tipo químico, la adsorción será específica el reactante solo se adsorberá sobre algunas sustancias.

La actividad es una de las características más importantes y se define como la capacidad de acelerar, en mayor o menor medida, una determinada reacción. La actividad se expresa en moles transformados por segundo por gramo de catalizador.

La actividad aumenta con la porosidad, ya que mejora el acceso de los reactivos y con la superficie, al aumentar el área disponible para la reacción. Sin embargo, el área superficial disminuye al aumentar la porosidad.

Además, la resistencia mecánica del catalizador disminuye a niveles no aceptables en operaciones industriales cuando la porosidad es superior al 50%. Por otro lado, actividades iniciales muy elevadas se sacrifican en ocasiones para conseguir una vida útil más prolongada y/o mayores selectividades.

La selectividad es otra característica importante. Esta define la dirección en que se desarrollará la reacción debido a la interacción del catalizador; esta intervención se traducirá en mayor o menor presencia de algunos productos, disminución de otros, incluso la aparición de especies inesperadas, etc., todo esto minimizando la energía de activación. La selectividad se expresa como la cantidad transformada de reactante hacia un producto determinado dividido por el total transformado.

La finalidad de desarrollar un catalizador sólido ácido, es que permita llevar a cabo reacciones demandantes de fuerza ácida como la isomerización de parafinas ligeras, sin que se presenten problemas de desactivación catalítica por pérdida de sitios ácidos y que sean selectivos hacia los productos de interés que en este caso son los isómeros con mayor octanaje, además de que puedan isomerizar a bajas temperaturas que termodinámicamente es cuando se obtienen los isómeros de mayor octanaje.

## Metodología de Investigación

### *Síntesis del óxido mixto $ZrO_2-SO_4-La_2O_3$*

La síntesis del óxido lantano con el óxido de circonia sulfatada se realizó de acuerdo al método sol-gel, la sulfatación del óxido de circonia fue con ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado, usando un método de sulfatación in situ y con 20% en peso de concentración del ión  $\text{SO}_4$ , además se varió el porcentaje en peso del nitrato de lantano, adecuadamente en el soporte (2, 3, 5 y 10 % en peso). A continuación se describe el desarrollo del procedimiento:

Como punto inicial los reactivos butóxido de circonio y alcohol terbutílico, en la relación estequiométrica adecuada, se homogenizaron en una cámara inerte (unidad aislada del medio ambiente, en la cual se deja pasar previamente durante 15 min un gas inerte  $\text{N}_2$ ) ya que el alcóxido reacciona con la humedad. Estos se vierten en un matraz de tres bocas se homogenizan una hora con agitación constante y temperatura ambiente. Después de terminado este tiempo se aumenta la temperatura a  $70^\circ\text{C}$ .

Posteriormente en un vaso de precipitado se disolvió con agua y la  $\frac{1}{4}$  parte del alcohol terbutílico las cantidades de nitrato de cerio ó lantano ó bario según corresponda el soporte a preparar.

Siguiendo con la síntesis del material una vez disuelto el nitrato de lantano, se adiciono gota a gota mediante un embudo de adición en el matraz de tres bocas, simultaneamente se realizó la sulfatación adicionando la cantidad de ácido sulfúrico gota a gota. En este punto se llevo acabo la hidrólisis. Se dejó agitando a  $70^\circ\text{C}$  y reflujo durante 2h.

Al término de las 2h se desconecto el sistema de calentamiento y agitación dejando enfriar el gel a temperatura ambiente durante 24h (añejamiento) después se seco en una estufa por 24h a  $80^\circ\text{C}$  obteniendo un sólido poroso (aerogel), que al someterlo a una temperatura de calcinación de  $600^\circ\text{C}$  se eliminan los residuos orgánicos e hidroxilos quimisorbidos en los poros del material, el cual se transforma en un sólido poroso llamado Xerogel.

#### *Caracterización del óxido mixto.*

La identificación de los tipos de sitios ácidos (Brönsted y/o Lewis) fue mediante la espectroscopia de infrarrojo con piridina adsorbida (FTIR) en un equipo marca Nicolet 170 SX con transformada de Fourier. Las estructuras cristalinas encontradas se determinaron mediante Difracción de Rayos X. El equipo utilizado para esta técnica fue un difractómetro de rayos X Bruker AXS modelo D8 Advance , equipado con cátodo de rayos X de  $\text{Cu K}\alpha_1$  ( $1.5406 \text{ \AA}$ ) que opera a 35 kV y 25 mA.

#### *Actividad Catalítica.*

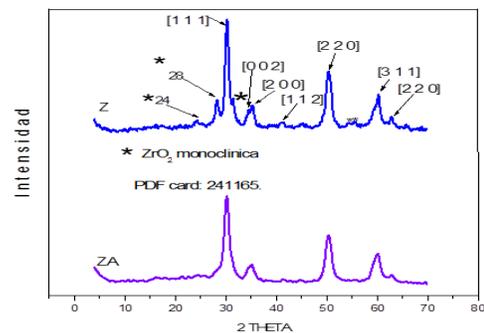
La isomerización del n-heptano fue estudiada en un reactor multicanal de lecho fijo (Multi Channel fixed bed reactor: MCFBR). Este sistema consiste en una sección de seis reactores y cada uno contiene 8 microreactores, de aproximadamente 4mm de diámetro interno y 47 mm de longitud.

Los 6 reactores están conectados independientemente con seis cromatografos (Agilent GC system 6850 series) equipados de una columna capilar marca Supelco SPB-1(100% dimetilsiloxano) de 100m de longitud, 0.32mm de diámetro interno y de 0.25 milímetros de espesor de film, y un detector de ionización a la llama sin elemento calefactor (FID) para el análisis de productos. Los microrreactores fueron cargados con 100mg de catalizador diluidos con 200mg de carburo de silicio inerte. El tratamiento previo de los catalizadores fue realizado in situ antes de la prueba de actividad y consistió en un programa de secado-reducción, secando las muestras a 260°C por 2h en flujo de helio(100 ml/min) y para la reducción se utilizó una temperatura de 450°C y flujo de hidrógeno(100ml/min) por 3h. Se ajustó la relación H<sub>2</sub>/C7 en 1.47 mol de radio. La reacción se realizó a 180, 200 y 240°C con una presión de 100 psia y WHSV de 3.7h con una mezcla de 100ml/min de H<sub>2</sub> y 0.4ml de n-heptano que se alimentó con una bomba dosificadora HPLC (Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia). Como el objetivo de esta investigación es determinar el efecto de la adición de lantano, sobre la actividad y selectividad de los mismos se utilizó un catalizador comercial de referencia denominado Hysopar este es un catalizador para isomerización basado en zeolita mordenita promovido con platino (0.3-0.4% en peso) con tamaño de partícula de 1.5mm.

## Resultados

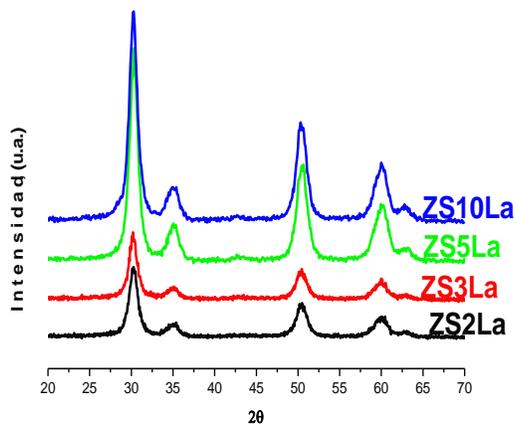
La figura 1 muestra los resultados del óxido de circonio y óxido de circonio sulfatado sometidos a Difracción de Rayos X.

El material cristalino óxido de circonio presenta la mezcla de fases tetragonal y monoclinica, de acuerdo a la tarjeta de la J.C.P.D.S., la tetragonal que corresponde a los planos más intensos [1 1 1], [2 0 0], [2 2 0], [3 1 1] correspondientes a 30.1, 35.3, 50.3 y 59.7° en la escala 2θ de la tarjeta PDF card: 170923. Y la fase monoclinica de Baddeleyite (ZrO<sub>2</sub>) con líneas de difracción de menor intensidad en 2θ = 24, 28 y 31.5, según la tarjeta PDF card: 241165. El difractograma del soporte ZS correspondiente al óxido de circonio sulfatado. En el cual se observa que solo presenta la fase tetragonal.



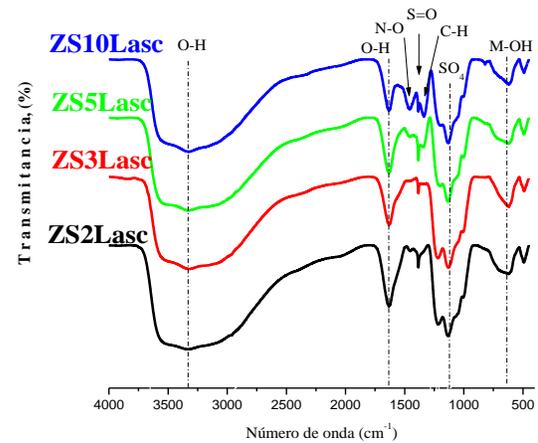
**Figura 1** Difractogramas de Rayos X del óxido de circonio puro (Z), sulfatado (ZS)

En el análisis de los Difractogramas de los catalizadores, modificados con óxido de lantano (figura 2), se demuestra que en todos los materiales prevalecen las bandas características de la fase tetragonal no existiendo alguna diferencia con lo atribuido por la adición del ión sulfato.

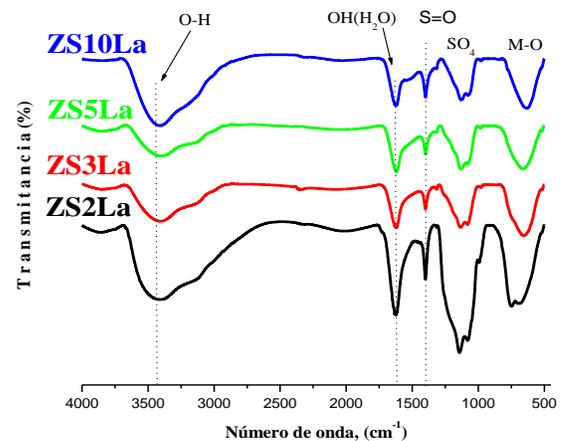


**Figura 2** Difractograma de Rayos X del óxido de circonio con  $\text{La}_2\text{O}_3$ .

Los espectros de los soportes  $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4\text{-La}_2\text{O}_3$  calcinados y sin calcinar, se muestran en las figuras 3 y 4. En cada uno de ellos se observó la banda presente entre los  $3297$  y  $1637\text{ cm}^{-1}$  característica de los grupos OH. A los  $1470\text{ cm}^{-1}$  una pequeña banda aparece atribuida al estiramiento del enlace N-O del nitrato iónico proveniente de la fuente del  $\text{La}_2\text{O}_3$ . Las bandas características de los grupos sulfatos aparecen a los  $1136\text{ cm}^{-1}$  y a los  $1400$ , el estiramiento intenso correspondiente a las vibraciones asimétricas del S=O, así como las bandas no menos intensas del grupo hidroxilo presente en el soporte antes de calcinar. A los  $500$  y  $600\text{ cm}^{-1}$  se encuentran las bandas correspondientes al enlace La-O, el cual no se puede apreciar claramente debido a que se encuentra enmascarado por la presencia de la banda proveniente del  $\text{ZrO}_2$ . Cabe mencionar que se observó una mayor intensidad en las bandas correspondientes al grupo  $\text{SO}_4$  por efecto de la incorporación del  $\text{La}_2\text{O}_3$  en comparación con las muestras solo acidificadas.



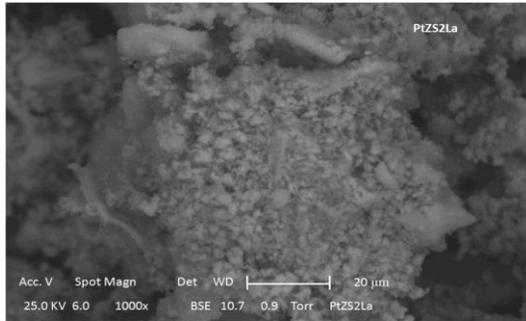
**Figura 3** Espectros FTIR de  $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4\text{-La}_2\text{O}_3$  sin calcinar.



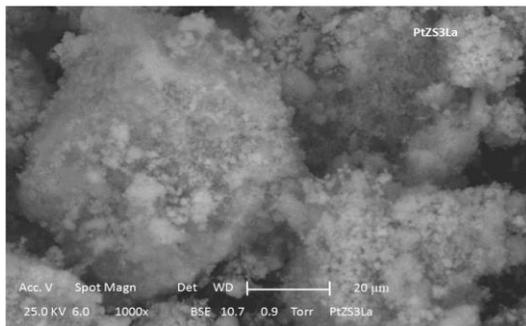
**Figura 4** Espectros FTIR de  $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4\text{-La}_2\text{O}_3$  calcinados a  $600^\circ\text{C}$ .

En las figuras 5-8, se muestran las imágenes MEB de los catalizadores conteniendo al  $\text{La}_2\text{O}_3$  las cuales permiten observar la morfología del material homogéneo y en las cuales se tiene la presencia de cúmulos de partículas de diferentes tamaños, es decir, la formación de cristales del soporte que van de los  $50$  a  $100\text{ }\mu\text{m}$ .

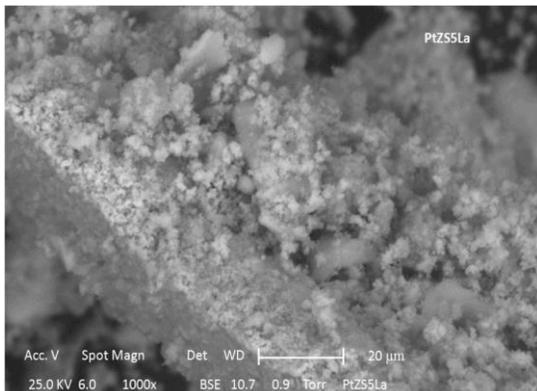
Las partículas están formadas por cristales de circonia sulfatada y óxido de lantano y la formación de poros permite el alojamiento de los metales impregnados dentro de éstos dificultando su cuantificación debido a su baja concentración.



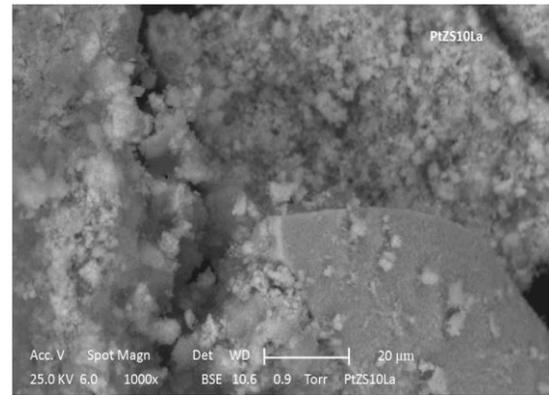
**Figura 5** Imagen de MEB del catalizador PtZS2La con una amplificación de 1000X.



**Figura 6** Imagen de MEB del catalizador PtZS3La con una amplificación de 1000X.



**Figura 7** Imagen de MEB del catalizador PtZS5La con una amplificación de 1000X.

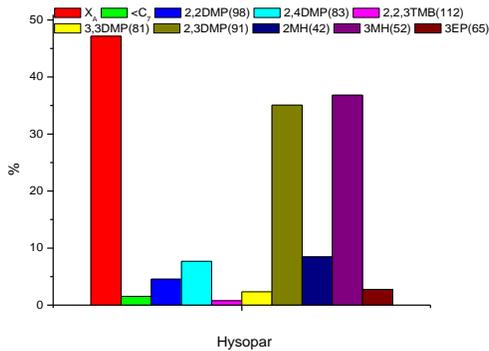


**Figura 8** Imagen de MEB del catalizador PtZS10La con una amplificación de 1000X.

### *Isomerización del n-heptano.*

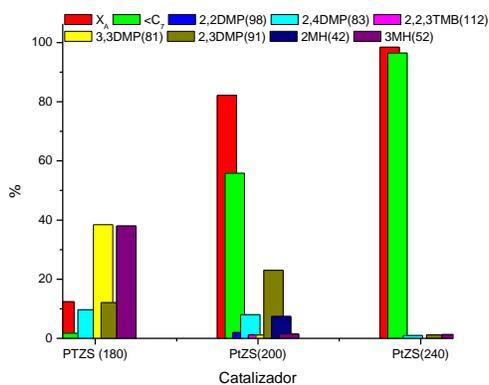
En la isomerización del n-heptano todos los catalizadores son sometidos a un tratamiento previo a la reacción y a las mismas condiciones de reacción. La reacción se realizó a 180, 200 y 240°C con una presión de 100 psia y WHSV de 3.7h con una mezcla de 100ml/min de H<sub>2</sub> y 0.4ml de n-heptano.

El catalizador de referencia (Hysopar) utilizado en esta investigación se sometió a las mismas condiciones solo que a temperaturas de 180 y 200°C no presentó actividad. A 240°C alcanza una conversión de 47% y la selectividad hacia 2,3 dimetil pentano con un 35% y 3 metil hexano con un 37%, un 8% de 2 metil hexano, 7% de 2,4 dimetil pentano, observando que solo presentó 0.76% del isómero de mayor octanaje 2, 2, 3 trimetil butano.



**Figura 9** Distribución de productos de reacción del catalizador Hysopar a 240°C.

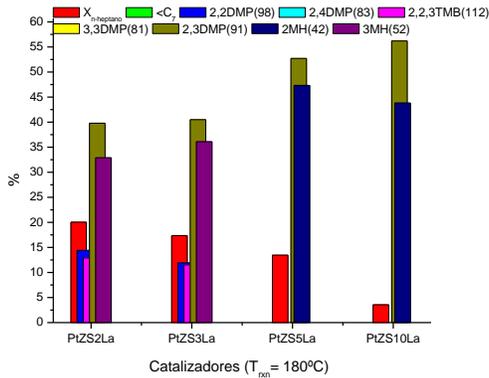
En la figura 10 se muestra el catalizador Pt/ZS a las tres temperaturas de reacción estudiadas en la presente investigación. La conversión se ve afectada conforme aumenta la temperatura a 180°C es de 12%, a 200°C es de 82% y a 240°C es de 98%. Se observa también que con el aumento de la temperatura los productos de reacción son más selectivos hacia productos ligeros (<C<sub>7</sub>).



**Figura 10** Distribución de productos de reacción de Pt/ZrO<sub>2</sub>-SO<sub>4</sub> a diferente temperatura de reacción.

Los resultados de conversión y productos de reacción del n-heptano utilizando los catalizadores Pt/ZrO<sub>2</sub>-SO<sub>4</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se muestran en las figuras 11 a 13.

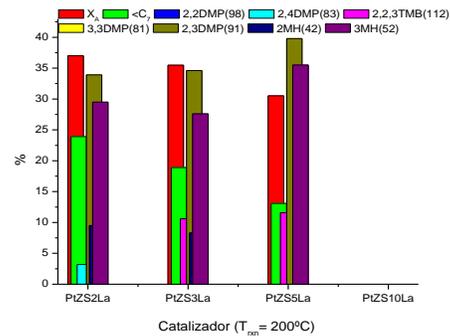
En la figura 11 se presentan los resultados del n-heptano a 180°C de reacción, observando que no presentan selectividad hacia productos de craqueo sin embargo la conversión es de 20, 17, 14 y 4% respectivamente presentando el mismo efecto que con la adición del dopante óxido de cerio de disminución de la conversión conforme se aumenta la concentración del dopante. La selectividad con las concentraciones 2 y 3 % de óxido de lantano se inclina hacia cuatro isómeros siendo alrededor del 57% los 2,3 y 2,2 dimetil pentanos con número de octano de 91 y 98 respectivamente, continuando con 33% de selectividad hacia el 3 metil hexano de número de octano de 52, por último la selectividad de 13% hacia el 2, 2,3 trimetilbutano siendo este el isómero de mayor número de octano. Con las concentraciones 5 y 10 % de óxido de lantano solo son selectivos hacia los isómeros 2,2 dimetilpentano y 2 metil hexano con 91 y 42 número de octano, aunque la selectividad hacia el 2 metil hexano fluctúa alrededor del 55% este material (Pt/ZS5La y Pt/ZS10La), solo presentan conversiones de 14 y 4 respectivamente. Realizando un análisis de este comportamiento referenciando a las caracterizaciones de estos materiales, se deduce que a bajas concentraciones de La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (2 y 3% en peso de La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) se favorece a los isómeros de mayor octanaje, y altas áreas específicas mayor conversión.



**Figura 11** Distribución de productos de reacción de la serie Pt/ZrO<sub>2</sub>-SO<sub>4</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 180°C.

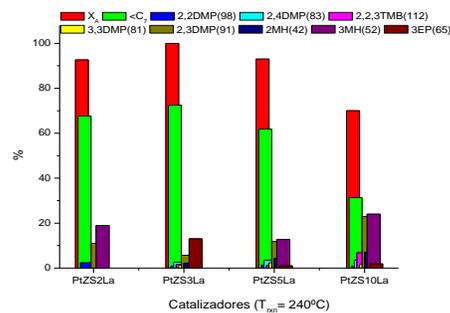
Los resultados de actividad catalítica del n-heptano a 200°C de reacción con catalizadores Pt/ZSLa se muestran en la figura 12. A esta temperatura solo se estudiaron concentraciones de 2, 3 y 5% en peso de La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, porque se presentó un problema de variación de flujos durante la realización de la reacción. Estos sólidos tienen conversiones de 37, 36 y 31% respectivamente, observando el mismo comportamiento de disminución de conversión conforme se aumenta la concentración del dopante, al igual que disminución de productos de craqueo de 24, 19 y 13%, el catalizador Pt/ZS2La, no presenta selectividad hacia el isómero 2, 2, 3 trimetilbutano siendo este el isómero de mayor número de octano. A esta temperatura se observa un incremento en la selectividad del 2, 3 dimetilpentano y 3 metil hexano alrededor del 35% y 30% respectivamente, conforme aumenta la concentración de este dopante.

Con concentraciones 2 y 3% también tiene selectividad hacia el 2 metil hexano con número de octano de 42, con el catalizador Pt/ZS5La no muestra selectividad hacia este isómero lo que indica que con esta concentración es más selectivo hacia isómeros de mayor octanaje. Un incremento de selectividad ahorra y reduce costos de purificación.



**Figura 12** Distribución de productos de reacción de la serie Pt/ZrO<sub>2</sub>-SO<sub>4</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 200°C.

La figura 13 presenta la distribución de productos de reacción a los 240°C, observando que tiene excelentes conversiones de 93, 100, 94 y 70% pero la selectividad es principalmente hacia productos ligeros < C<sub>7</sub>.



**Figura 13** Distribución de productos de reacción de la serie Pt/ZrO<sub>2</sub>-SO<sub>4</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 240°C

## Conclusiones

Al adicionar el óxido de lantano al óxido de circonio sulfatado, los soportes presentan la misma fase cristalina (tetragonal)

La morfología de los materiales catalíticos presenta cúmulos de partículas de diferentes tamaños (20 a 50  $\mu\text{m}$ ) y una gran porosidad, formadas por cristales de circonia sulfatada y óxido de lantano.

Los sólidos catalíticos no sufren desactivación debido a la adición del dopante ya que mostraron una alta durabilidad y estabilidad en la reacción de isomerización de n-heptano. La cantidad óptima de  $\text{La}_2\text{O}_3$  para la isomerización de n-heptano no debe sobrepasar 5% en peso.

El óxido estudiado en la presente investigación actúan como promotor textural y químico de acuerdo a resultados de selectividad, con mayor concentración de lantano en la reacción de isomerización de n-heptano no existe formación de coque y los productos son más selectivos a productos de interés de mayor número de octano. Además que con la adición de este promotor  $\text{La}_2\text{O}_3$  no se pierden los grupos sulfato después de la reacción y todas las reacciones presentaron activación comparadas con la circonia sulfatada que durante el transcurso de la reacción mostro desactivación.

## Referencias

Lugo del Angel Fabiola, Silva Rodrigo Rebeca. (junio 2016). Modelo propuesto para el catalizador  $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4\text{-BaO}$ . de *Energia Quimica y Fisica*, 3 No. 7, 46-53.

<http://www.monografias.com/trabajos14/petrol/petrol.shtml#DERIVAD>

José Felipe Izquierdo, Fidel Cunill, Javier Tejero, Montserrat Iborra y Carles Fité. (2004). *Cinética de las Reacciones Químicas*. En *Cinética de las Reacciones Químicas*(149-156). Barcelona: Univ. De Barcelona

J.A. Montoya de la Fuente<sup>1\*</sup>, M.L. Hernández-Pichardo<sup>2</sup> y P. del Angel V.1. (31 de Octubre 2012). Isomerización de n-heptano empleando catalizadores de Pt/circonia-tungstada. *Rev. Mex. Ing. Quím [online]* , 11 no.3 , 439-445. ISSN 1665-2738.

R. Silva-Rodrigo, E.L. Cruz-Domínguez, F.E. Lugo-del Angel, J. Navarrete-Bolaños, R. García-Alamilla, A. Olivas-Sarabia, J.A. Melo-Banda, L.C. Cruz-Netro, G. Zamora-Ramírez, A. Castillo-Mares. (15 July 2015). *Studies of sulphated mixed oxides (ZrO<sub>2</sub>-SO<sub>4</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) in the isomerization of n-hexane*. *Catalysis Today*, 250, 197-208.

Margarita Kantcheva, Ilknur Cayirtepe. *Catalysis Letters*, Vol. 115, Nos. 3-4, (2007)

Narváez-Semanate, John J. Cabrera, Rubén A. Vargas-Zapata, Jorge E. Rodríguez-Páez. *Rev.LatinAm. Met. Mat.* vol.27 no.2 Caracas Dec. (2007)

## Síntesis y caracterización de materiales catalíticos $ZrO_2-SO_4$ y $ZrO_2-Na$ para el proceso de transesterificación

CRUZ-NETRO, Liz del Carmen\*†, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MELO-BANDA, José Aarón, GARCIA-ALAMILLA, Ricardo, NAVARRETE-BOLAÑOS, Juan y LUGO-DEL ÁNGEL, Erika

*Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, Av. 1o. de Mayo esq. Sor Juana Inés de la Cruz s/n Col. Los Mangos C.P.89440 Cd. Madero Tamaulipas, México*

Recibido Enero 4, 2017; Aceptado Marzo 5, 2017

### Resumen

Los catalizadores  $ZrO_2$ ,  $ZrO_2-SO_4$  y  $ZrO_2-Na$  se sintetizaron mediante el método sol-gel para utilizarse en el proceso de transesterificación. La caracterización fue por: Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopia de Infrarrojo (FTIR), Fisisorción de  $N_2$ , Espectroscopia de FTIR (Piridina,  $CO_2$ ). Los catalizadores mostraron la presencia de la fase tetragonal, que es considerada como la fase más activa del  $ZrO_2$  para el proceso de transesterificación. En cuanto a las propiedades texturales, el área específica varió entre 26 y 113  $m^2/g$  y el tamaño de partícula entre 44 y 48 nm, siendo valores adecuados para asegurar la mejor interacción en el proceso de metanolisis. Los espectros de FTIR mostraron los grupos funcionales característicos del  $ZrO_2$  y los iones sulfatos, así como la reducción de grupos funcionales atribuidos a la presencia de humedad ( $OH^-$ ) en las muestras después del proceso de calcinación. Las pruebas de adsorción de piridina revelaron sitios ácidos Brönsted y Lewis en los catalizadores  $ZrO_2-SO_4$  y  $ZrO_2$ , donde la adición del ion sulfato contribuye a ambos sitios. Se estableció la fuerte basicidad del catalizador  $ZrO_2-Na$  por FTIR de  $CO_2$ . Los sitios activos de los materiales permiten simultáneamente una reacción de esterificación y transesterificación.

### Sol-Gel, $ZrO_2-Na$ , $ZrO_2-SO_4$ , catalizadores heterogéneos

**Citación:** CRUZ-NETRO, Liz del Carmen, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MELO-BANDA, José Aarón, GARCIA-ALAMILLA, Ricardo, NAVARRETE-BOLAÑOS, Juan y LUGO-DEL ÁNGEL, Erika. Síntesis y caracterización de materiales catalíticos  $ZrO_2-SO_4$  y  $ZrO_2-Na$  para el proceso de transesterificación. Revista de Sistemas Experimentales 2017, 4-10: 17-24

### Abstract

Catalysts  $ZrO_2$ ,  $ZrO_2-SO_4$  and  $ZrO_2-Na$  were synthesized through sol-gel method, for their use in the transesterification process. X-Ray Diffraction (XRD), Infrared Spectroscopy (FTIR),  $N_2$  Physisorption, Pyridine Adsorption, and  $CO_2$  Infrared Spectroscopy techniques analyzed these catalysts. Catalysts shows the presence of tetragonal phase, considered like the most active phase of  $ZrO_2$  to transesterification process. In texturals properties, the specific area oscillates among 26 and 113  $m^2/g$ , and crystal size were between 44 and 48 nm, those being valid numbers to ensure the better interaction in methanolysis process. FTIR spectrum shows the characteristics bands of catalysts; functional groups attributed to the presence of humidity ( $OH^-$ ) were eliminated after the calcination process. Brönsted and Lewis acid sites in catalyst  $ZrO_2-SO_4$  improved with the addition of sulfate ion in  $ZrO_2$  catalyst. A strong basicity was proven for catalyst  $ZrO_2-Na$  through. The active sites for the materials allow simultaneous reactions of esterification and transesterification.

### Sol-Gel, $ZrO_2-Na$ , $ZrO_2-SO_4$ , heterogeneous catalysts

\*Correspondencia al Autor (Correo Electrónico: atenea\_lcn@hotmail.com)

†Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

El proceso de transesterificación se realiza en presencia de un catalizador para mejorar la velocidad de reacción y el rendimiento final [1,2]. El catalizador utilizado tiene un efecto determinante sobre la reacción; este parámetro afecta el rendimiento hasta ciertos valores, ya que promueve la formación de sales, la emulsificación de la mezcla y genera costos adicionales por su consumo; debido a esto, las catálisis se clasifican en cuatro tipos: ácida, básica, enzimática y heterogénea [3]. En la catálisis heterogénea, los precursores que reaccionan químicamente se encuentran en fase líquida o gaseosa mientras que una superficie sólida actúa como catalizador. Los catalizadores son capaces de absorber moléculas de reactivo en sus superficies, consiguiendo mayor concentración y superficie de contacto entre reactivos, o debilitando sus enlaces disminuyendo la energía de activación. Los productos abandonan el catalizador cuando se forman, y este queda libre para seguir actuando [3].

Los catalizadores heterogéneos con óxido de circonia como base sintetizados por el método tradicional, llaman la atención debido a que su carácter ácido y básico permite una mejor orientación de la superficie del catalizador [4-6], causando reacciones selectas y una larga vida catalítica [4]. Estas características dependen del tratamiento previo del catalizador [6]. La circonia sulfatada resulta un catalizador prometedor porque su actividad catalítica es muy alta, obteniéndose conversiones de 98% en el proceso de metanólisis [7]. Así mismo, dopar con el ion  $\text{Na}^+$  al  $\text{ZrO}_2$ , muestra una alta selectividad, sitios básicos Fuertes [8], alta estabilidad en la fase tetragonal y una proporción de la fase monoclinica extremadamente baja después de la calcinación a  $600^\circ\text{C}$  [9].

Por todo esto, la finalidad del presente trabajo se enfoca específicamente a la síntesis de los óxidos de circonia ( $\text{ZrO}_2$ ) puro,  $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4$  y  $\text{ZrO}_2\text{-Na}$  por el método sol-gel y su caracterización para su aplicación en la transesterificación. El uso del óxido de circonia sulfatada ( $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4$ ) como catalizador ácido y el óxido de circonia dopada con hidróxido de sodio ( $\text{ZrO}_2\text{-Na}$ ) como catalizador alcalino. La nomenclatura que se utilizará para los catalizadores será: ZP para el catalizador  $\text{ZrO}_2$  puro, ZS para el catalizador  $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4$  y ZN para el catalizador  $\text{ZrO}_2\text{-Na}$ .

## Metodología de Investigación

### Síntesis del ZP, ZS y ZN

La síntesis de los catalizadores se realizó vía sol-gel [10], con butóxido de circonio ( $\text{Zr}[\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3]_4$ ) y alcohol terbutílico ( $(\text{CH}_3)_3\text{COH}$ ) como materiales precursores. Para la catálisis ácida (ZS) se añadió  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (20% en peso del ion  $\text{SO}_4^{2-}$ ) y para la catálisis básica (ZN)  $\text{NaOH}$  (20% en peso del ion  $\text{Na}^+$ ). La síntesis se llevó a cabo a una temperatura de  $70^\circ\text{C}$  mediante agitación constante por 2 horas y se dejó reposar a temperatura ambiente. Finalmente se secó por 24 horas a  $120^\circ\text{C}$  y calcinó por 3 horas a  $600^\circ\text{C}$ .

### Caracterización del ZP, ZS y ZN

Difracción de rayos X (DRX). Un gramo de muestra se usó aproximadamente para este análisis, colocándolo en el porta muestra del equipo. El equipo utilizado fue un Difractómetro de Rayos X Bruker AXS D8 Advance en un rango de  $2\theta$  de  $10^\circ$  a  $80^\circ$ .

Espectroscopia de infrarrojo (FTIR). Se usó un espectrofotómetro FTIR, marca Perkin-Elmer, modelo Spectrum 100, con transformada de Fourier. Una pequeña porción en polvo fino se colocó en el porta muestra del infrarrojo y se analizó con intervalo de número de onda de  $4000$  a  $350\text{ cm}^{-1}$ .

Fisisorción de  $N_2$  (BET). Las propiedades texturales, como el área específica, el volumen de poro y el diámetro promedio de poro, de los soportes y catalizadores fueron determinados mediante la fisisorción de  $N_2$  (BET) utilizando un Analizador de Adsorción Física marca Quantachrome modelo QI tanto para la rama de adsorción como desorción a la temperatura de nitrógeno líquido, 77 K.

Espectroscopia de IR con Adsorción de piridina. Para la determinación de la acidez total y sitios ácidos de las muestras catalíticas ZS y ZP se utilizó un espectrómetro Nicolet 710SX. Las muestras se desorben a 400°C por 2 horas y se enfría a medio ambiente. Se introduce la piridina y se mantiene en contacto por 30 minutos a 200°C, se elimina el exceso de piridina en vacío y la desorción de piridina se realiza hasta 400°C.

Espectroscopia de infrarrojo con adsorción de  $CO_2$ . La determinación de sitios básicos y basicidad total en la muestra catalítica ZN fue determinada en el espectrómetro Nicolet 710SX. Después de la desorción a 400°C, la muestra fue enfriada a -100°C usando  $N_2$  líquido. El  $CO_2$  (a 30 Torr) fue añadido dentro de la celda. Después de 15 minutos en contacto con la muestra, el exceso de  $CO_2$  fue evacuado obteniendo el espectro.

## Resultados

### Difracción de rayos X.

En todos los catalizadores ZP, ZS y ZN, la fase cristalina encontrada corresponde a un arreglo tetragonal. Los picos importantes, indicando la fase cristalina tetragonal para los materiales, en la escala  $2\theta$ , aparecen en 30.2°, 35.1°, 50.5° y 60.03° y son correspondientes para los planos cristalinos (101), (110), (112) y (211) respectivamente [11-13].

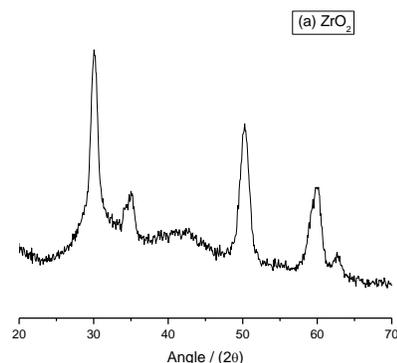


Figura 1 Difractograma del catalizador ZP

El ZP y ZS (fig. 1 y 2) presentan la fase cristalina tetragonal en plano cristalino (202). Las fases cristalinas para el ZN (fig. 3) tienen una menor intensidad debido a la adición del ion  $Na^+$  a la circonia. Esto induce a un estado de cuasi nucleos, facilitando la cristalización del gel a bajas temperaturas [11-13].

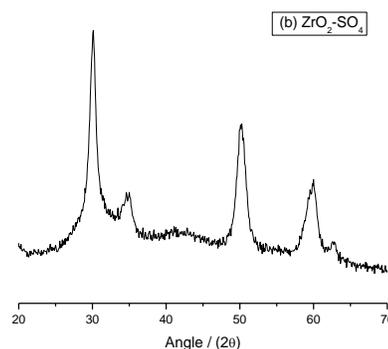
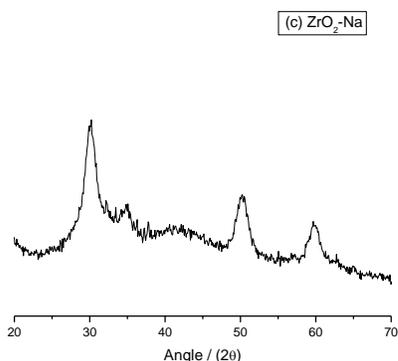


Figura 2 Difractograma del catalizador ZS



**Figura 3** Difractograma del catalizador ZN.

La circonia, cuando se sintetiza mediante el método sol-gel, la fase tetragonal puede ser estabilizada a bajas temperaturas [11-13].

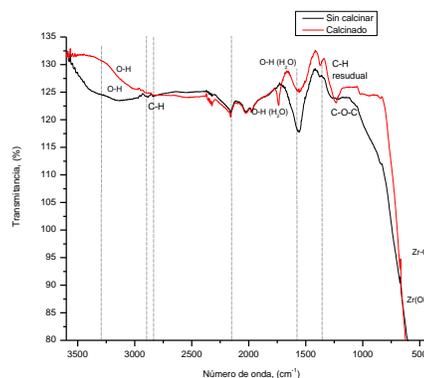
### Espectroscopia de infrarrojo

La figura 4 presenta los espectros correspondientes del catalizador ZP antes y después de la calcinación, mostrando la reducción de bandas OH; además, muestra el enlace Zr-O indicando la presencia de  $ZrO_2$  a baja intensidad entre las bandas  $500\text{ cm}^{-1}$  y  $750\text{ cm}^{-1}$ .

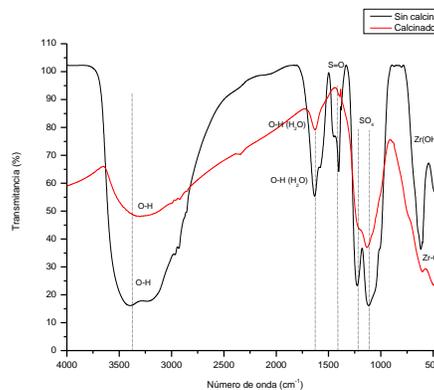
En el catalizador ácido ZS antes de calcar mostró bandas de grupos OH entre los  $3000\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$  (figura 5). Después de calcar la muestra, las bandas OH se redujeron de manera importante. De  $1000\text{ cm}^{-1}$  a  $1200\text{ cm}^{-1}$  mostró bandas de enlaces S=O correspondiente al ion sulfato, mismas que después de la calcinación siguen presentes en la muestra.

La figura 6, corresponde al catalizador básico dopado con sodio. Las bandas OH se hacen presentes entre  $3000\text{ cm}^{-1}$  y  $3500\text{ cm}^{-1}$ , con la calcinación se redujeron notablemente. Entre  $750\text{ cm}^{-1}$  y  $1000\text{ cm}^{-1}$  aparecen bandas C-O que también se redujeron con la calcinación. Para ambas muestras, entre los  $500\text{ cm}^{-1}$  y  $750\text{ cm}^{-1}$  mostró la banda de  $ZrO_2$  de menor intensidad después de calcinarse.

Es importante que los catalizadores mantengan un estado anhidro, evitar el contacto prolongado con el aire para que no disminuya su efectividad por la interacción con la humedad y el dióxido de carbono ( $CO_2$ ) [14].



**Figura 4** Espectro FTIR del catalizador ZP



**Figura 5** Espectro FTIR del catalizador ZS

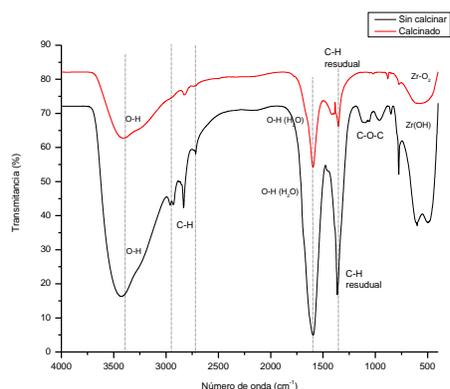


Figura 6 Espectro FTIR del catalizador ZN.

### Fisorción de N<sub>2</sub> (BET)

Las propiedades texturales de los catalizadores se muestran en la tabla 1, en donde se aprecia que el catalizador ZP presenta un área superficial significativa a diferencia de la circonia pura (ZP), lo que indica que puede existir mayor interacción al tener un área activa superior y favorecer la interacción del aceite y del alcohol en la producción de biodiesel [15]. En el caso del catalizador ZN, su área superficial específica se reduce en 50% debido al incremento gradual en la temperatura de calcinación. Los catalizadores amorfos tienen alta área superficial que su contraparte cristalina; la cristalización del catalizador a una alta temperatura de calcinación da como resultado el decremento del área superficial [18].

Material	As (m <sup>2</sup> /g cat)	Vp (cm <sup>3</sup> /g cat)	Dp (Å)	Tamaño de partícula (Å)
ZP	51	0.09	69	69
ZS	113	0.27	95	79
ZN	26	0.06	89	43

Tabla 1 Propiedades Texturales de los catalizadores.

Nourredine (2010) estudió el efecto de la concentración del NaOH (0.5M, 1.0M y 1.5M) y el efecto de la temperatura de calcinación (400°C, 500°C y 600°C) en un soporte de ZrO<sub>2</sub>, encontrando que al incrementar la temperatura de calcinación (600°C) con una concentración de 1.0 M, el ZrO<sub>2</sub>-Na presenta una mejor área superficial y mejores rendimientos en la reacción de transesterificación. Esto indica que, durante el proceso de transesterificación se requiera una mayor cantidad de este catalizador para llevar a cabo el proceso a una mayor efectividad [18] o se requerirá de una mayor concentración de NaOH al sintetizar el catalizador para que el proceso de transesterificación sea efectivo [6]. El tamaño de cristal fue calculado mediante la fórmula de Sherrer, donde se aprecia que el catalizador ZN tiene un tamaño mayor a los dos catalizadores, por lo que puede favorecer la reacción de transesterificación.

### Adsorción de piridina

Los catalizadores ZP y ZS (figura 7 y figura 8) muestran sitios Lewis en la región 1445 cm<sup>-1</sup> y 1450 cm<sup>-1</sup> respectivamente.

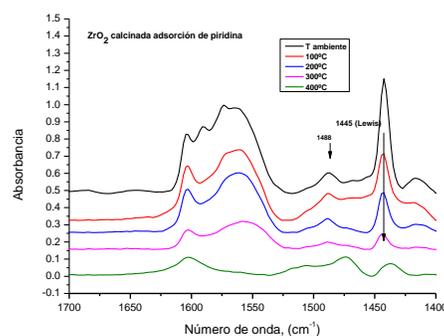
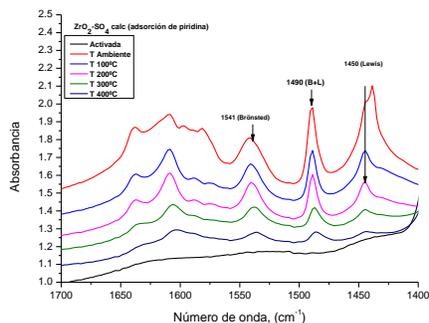


Figura 7 Espectro FTIR con adsorción de Piridina del catalizador ZP



**Figura 8** Espectro FTIR con adsorción de Piridina del catalizador ZS

El catalizador ZP mantiene una acidez total promedio y no aparecen sitios Brønsted (ver tabla 2).

Temp °C	Acidez Intercambiable (meq/100gr)	□ moles de piridina/g	
	Lewis	Sitios Lewis	Acidez Total
50	5.70	183	183
100	2.60	83	83
200	2.30	74	74
300	0.80	26	26

**Tabla 2** Resultados de acidez total, acidez Lewis y acidez Brønsted en el catalizador ZP.

Al agregar el ion  $\text{SO}_4^{2-}$  al material ZP, este presentó un incremento en la acidez total, la cual se ve favorecida al presentar sitios Brønsted y Lewis hasta 400°C (tabla 3), la presencia de catalizadores con una fuerte acidez o basicidad, acelera considerablemente el ajuste del equilibrio [16].

Temp °C	Acidez Intercambiable (meq/100gr)		□ moles de piridina/g		
	Brønsted	Lewis	Sitios Brønsted	Sitios Lewis	Acidez Total
50	3.70	3.30	226	187	413
100	2.60	1.50	159	85	244
200	2.60	1.10	159	62	221
300	1.40	0.60	86	34	120
400	0.70	0.30	43	17	60

**Tabla 3** Resultados de acidez total, acidez Lewis y acidez Brønsted en el catalizador ZS.

Una catálisis ácida en el proceso de transesterificación, favorece la aparición de los sitios Brønsted [16, 17], lo que contribuye al alto rendimiento de los alquil ester [6].

### Espectroscopia de infrarrojo de $\text{CO}_2$

El catalizador básico ZN (figura 4), expone una banda a los  $1507 \text{ cm}^{-1}$ , muestra especies de carbonatos bidentados lo que indica una fuerte basicidad.

Al incrementar la temperatura, la intensidad de la banda  $1507 \text{ cm}^{-1}$  disminuye. En el catalizador ZN, una basicidad elevada indica que el catalizador favorece la conversión de los ácidos carboxílicos a biodiesel [18].

### Conclusiones

Los catalizadores ZP, ZS y ZN muestran un arreglo tetragonal en la fase cristalina, el proceso de calcinación redujo los grupos funcionales respectivos a la presencia de humedad en la muestra, lo que ayudaría a que el proceso de transesterificación se realice de manera efectiva. Los espectros muestran que el enlace Zr-O prevalece después del proceso de calcinación en el catalizador ácido y básico, la reducción de bandas C-O después de la calcinación permite tener un material apto para el proceso de transesterificación.

El catalizador ZS incrementa el área superficial después de la impregnación con el ion sulfato, lo que favorece la interacción del aceite con el metanol en la elaboración del biodiesel. La temperatura de calcinación influye en el área superficial del catalizador ZN disminuyéndolo, sin embargo, esto no afecta el rendimiento de la reacción en el proceso de transesterificación. El ion sulfato mejora la acidez total en la circonia y permite una mejor resistencia térmica al tener sitios Brönsted y Lewis hasta 400°C. La presencia del carbonatos bidentados en el catalizador ZN mejoran sus sitios básicos y las propiedades del catalizador, una basicidad elevada indica que el catalizador favorece la conversión de los ácidos carboxílicos a biodiesel.

### Agradecimiento

Agradecimiento al apoyo del proyecto DGEST no. 4518.12-P y a CONACYT no. 170020

### Referencias

- [1] Rojas González, Andrés Felipe; Girón Gallego, Erika; Torres Castañeda, Harlen Gerardo. *Revista Ingeniería e Investigación* Vol. 29 No. 3, diciembre de 2009 (17-22)
- [2] Carballo Abreu, Leila R; Zanzi Vigouroux, Rolando; Arteaga Crespo, Yasiel (2009). *Biodiesel: una alternativa energética ecosostenible*. Universidad de Pinar del Rio. Cuba, 2009
- [3] Valenzuela Leyva, Mara A (2010). *Catálisis*. Instituto Tecnológico de los Mochis. Trabajo de investigación de la asignatura de Fisicoquímica II. Mayo, 2010.
- [4] Tanabe, K; Yamaguchi, T. *Catalysis Today* 20 (1994) 185-198
- [5] Arregoitia Quezada M. I., García Alamilla R., Hernández Enríquez J. M., Sandoval J. G. *Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Superficies y Materiales. Superficies y Vacío* 26(I) 13-17 marzo 2013
- [6] Amin, Saidina; Nor Nadyaini, Wan; Omar, Wan; Aishah, Nor. *Fuel Processing Technology* 92 (2011) 2397–2405
- [7] Morales, Walter G.; Sequeira, Alfredo; Chamorro, Ester; Braga, Mara; Sobral, Abilio; De Sousa, Herminio; Herrero, Eduardo R. *Energías Renovables y Medio Ambiente*. Vol. 16, 2012. ISSN 0329-5184
- [8] Ono, Yoshio; Hattori; Hideshi (2011). *Solid Base Catalyst*. Springer Series in Chemical Physics. ISBN 978-4-7692-0492-3
- [9] Hleis, D.; Labakib, M; Laversina, H.; Courcota, D.; Aboukaïsa, A. (2008). *Comparison of alkali-promoted ZrO<sub>2</sub> catalysts towards carbon black oxidation*. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 330 (2008) 193–200
- [10] F.E. Lugo Del Ángel, R. Silva-Rodrigo, A. Vázquez Rodríguez, R. García Alamilla, J. Navarrete Bolaños, A. Castillo Mares, J. A. Melo Banda, E. Torres Rojas, J. L. Rivera Armenta. *Advanced Materials Research* Vol. 132 (2010) 149-161
- [11] López Goerne, Tessy Maria. *Nanotecnología y nanomedicina: la ciencia del futuro... Hoy*. Ediciones Arkhe. Pag 152. 2011. ISBN 6077781207, 9786077781202.
- [12] G. Sandoval Flores, R. Silva Rodrigo, J. M. Domínguez Esquivel, M. T. Ramírez. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, vol. 3, núm. 2, 2004, pp. 177-180

[13] Hernández Enríquez, Juan Manuel; García Alamilla, Ricardo; Páramo García, Ulises; Silva Rodrigo, Rebeca; García Serrano, Luz Arcelia. *Revista Quím. Nova*, Vol. 36, No. 7, 937-941, 2013

[14] Valenzuela Leyva, Mara A (2010). *Catálisis*. Instituto Tecnológico de los Mochis. Trabajo de investigación de la asignatura de Fisicoquímica II. Mayo, 2010.

[15] Rojas, Hugo A.; Serrano, Claudia C.; Vivas, Laura V. *Ingeniería y Competitividad*, Volumen 14, No. 1, p. 121 - 135 (2012) [18] Konstantin Pokrovski, Kyeong Taek Jung, and Alexis T. Bell. Investigation of CO and CO<sub>2</sub> Adsorption on Tetragonal and Monoclinic Zirconia. *Langmuir* 2001, 17, 4297-4303

[16] Schuchardt, Ulf; Serchelia, Ricardo; Vargas, Rogério Matheus. (1998). Transesterification of Vegetable Oils: a Review. *J. Braz. Chem. Soc.*, Vol. 9, No. 1, 199-210, 1998. Printed in Brazil.

[17] Montiel Ortega, Luis Alberto (2008). *Metanólisis de grupos carbamato y transesterificaciones utilizando t-BuNH<sub>2</sub>*. Tesis Doctoral. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería.

[18] Abdoulmoumine, Nouredine. Sulfate and Hydroxide Supported on Zirconium Oxide Catalysts for Biodiesel Production. Tesis to obtain Master of Science in Biological Systems Engineering, June 18th, 2010, pp42

## Estandarización de la producción de una bebida tradicional a base de maíz (Sende)

HERNÁNDEZ-DOMÍNGUEZ, María del Rosario\*†, ROJO-BURGOS, Maricela, VENTURA-SECUNDINO, Monzerrat y SOLÓRZANO-BENÍTEZ, Alfredo

*Universidad Tecnológica del Sur del Estado de México. Carretera Tejupilco Amatepec Kilómetro 12, San Miguel Ixtapan, 51400 Tejupilco de Hidalgo, Estado de México*

Recibido Enero 7, 2017; Aceptado Marzo 13, 2017

### Resumen

El sende es una bebida elaborada con maíz malteado, de origen prehispánico y de tipo ceremonial. Con fines de conocer y mantener la tradición de este producto se planteó el objetivo de estandarizar su formulación y procesamiento mediante pruebas de preferencia afectivas cuantitativas. Se propusieron doce formulaciones para la elaboración de la bebida tipo sende, se dividieron en dos bloques, evaluándose con una prueba sensorial afectiva cuantitativa de preferencia por orden y se seleccionaron dos muestras que se evaluaron en prueba de preferencia por pares. Los resultados de la evaluación sensorial se sometieron a un análisis de varianza con un nivel de significancia del 5% y la segunda etapa se evaluó con el estadístico  $\chi^2$ . Se encontró una diferencia significativa en la preferencia de las formulaciones, los panelistas no entrenados se inclinaron por la formulación de maíz blanco fermentada con pulque y adicionada con canela. Con esta investigación se establecen parámetros adecuados que permitirán la producción a mayor escala para su comercialización dándola a conocer al público y con ello conservar esta tradición mazahua; asimismo, se da pie a nuevas investigaciones sobre la caracterización de esta bebida prehispánica.

**Bebida de maíz, Estandarización, Pruebas afectivas, Sende.**

### Abstract

The sende is a drink made with malted corn, of prehispanic origin and ceremonial type. In order to know and maintain the tradition of this product, the objective was to standardize its formulation and processing through quantitative affective preference tests. Twelve formulations were proposed for the production of the sende drink, divided into two blocks, evaluated with a quantitative affective sensory preference test in order and selected two samples that were evaluated in pairs preference test. The results of the sensory evaluation were submitted to an analysis of variance with a level of significance of 5% and the second stage was evaluated with the  $\chi^2$  statistic test. A significant difference in formulation preference was found, untrained panelists leaned toward the formulation of white maize fermented with pulque and added with cinnamon flavor. This research establishes suitable parameters that will allow the production on a larger scale for commercialization, making it known to the public and thereby preserving this Mazahua tradition; New research on the characterization of this pre-Hispanic drink is also underway.

**Corn drink, Standardization, Affective tests, Sende**

**Citación:** HERNÁNDEZ-DOMÍNGUEZ, María del Rosario, ROJO-BURGOS, Maricela, VENTURA-SECUNDINO, Monzerrat y SOLÓRZANO-BENÍTEZ, Alfredo. Estandarización de la producción de una bebida tradicional a base de maíz (Sende). *Revista de Sistemas Experimentales* 2017, 4-10: 25-33

\*Correspondencia al Autor (Correo electrónico: mrossy\_gb@yahoo.com.mx)

†Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

El maíz es uno de los principales alimentos que se producen y consumen en todo el mundo. Hoy en día son producidos y comercializados numerosos productos a base de maíz, desde el grano, hasta alimentos para animales, harinas, frituras, tortillas, bebidas, entre otros (Kato et al. 2009). Aún así, hay muchos otros productos producidos pero no para comercializar en mercados mayores, es decir, su forma de elaboración no está estandarizada al realizarse de manera empírica en los pueblos que lo acostumbran desde sus ancestros.

La gastronomía típica es una muestra de la idiosincrasia del pueblo mexicano en general y de sus grupos étnicos en particular, quienes, en años recientes, han visto esta riqueza gastronómica como un potencial atractivo turístico centrado en la degustación de platillos, dulces y bebidas típicas (Munguía-Reyes, Hernández-López y González -Mendoza; 2014).

En México se conocen los germinados desde la antigüedad. Antes de que llegaran los españoles, ya se elaboraban bebidas de maíz germinado como el tescüino y el sendecho, que consumen los mazahuas y los otomíes (Barros y Buenrostro, 2016), a esto sumándole otras bebidas elaboradas con otros cereales como la cebada o arroz (ejemplo la sambumbia) o frutas (tepache y otras) (Quintero-Salazar *et al*, 2012).

El sende o sendecho es una bebida de carácter ceremonial que es elaborada con maíz germinado (González-Mendoza, 2013). Puede elaborarse con distintas variedades de maíz, fermentarse con diferentes métodos y saborizarse con una gran variedad de ingredientes.

El conocimiento de su proceso se transmite de generación en generación y varía según el pueblo y la familia o persona específica que lo prepara, utilizándose diferentes tiempos, técnicas, utensilios e ingredientes.

En este proyecto se utilizaron maíces de color blanco y azul, se fermentó con pulque y levadura panaria y adicionaron otros ingredientes, resultando en una bebida tradicional evaluada sensorialmente con el objetivo de hacer una estandarización de su procesamiento. Con esto se pretende rescatar su proceso de preparación y llevar su conocimiento a otras culturas y público en general.

## Justificación

Se cree que en el mundo existen cerca de 3 500 alimentos fermentados tradicionales. No obstante, los cambios en los hábitos de consumo, aunados al “progreso económico” de algunos sectores de la población, así como la mundialización y homogenización de la ingesta cotidiana, han propiciado una disminución alarmante en su consumo. De ahí que se piense que, en los próximos años, varios de estos alimentos podrían desaparecer sin haber sido documentados. Con ello se perdería parte del conocimiento y la sabiduría acumulados por la humanidad durante miles de años, o lo que la Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura (Unesco) ha definido como patrimonio cultural inmaterial de la humanidad (Quintero-Salazar *et al*, 2012).

Se pretende estandarizar el proceso de elaboración del Sende para tener una referencia, una formulación y un proceso óptimos de un producto uniforme.

Esto ayudará en dar a conocer el producto otras regiones porque los mazahuas habitan únicamente el centro del país, una zona muy pequeña, por tanto todo esto es desconocido para la mayoría de la población (CIPIDIEM, n.d.). Además, el presente proyecto puede favorecer el intercambio cultural y la conservación de las tradiciones gastronómicas ancestrales de la cultura mazahua.

### Problema

El 'Sende' es una bebida prehispánica, de la etnia mazahua, elaborada a base de maíz en cualquiera de sus variedades. Esta bebida es elaborada de manera tradicional, por lo que no existe un proceso estandarizado para su producción, cada persona utiliza las cantidades que considera adecuadas de cada uno de los ingredientes, haciéndolo un producto variante.

Por lo anterior, se pretende llegar a la estandarización del proceso de elaboración de esta bebida, mediante la implementación de pruebas sensoriales afectivas cuantitativas, para identificar la formulación con mayor preferencia por una muestra del mercado y con ello establecer los tiempos y condiciones más adecuados que generen un producto terminado aceptable para los consumidores potenciales que no conocen esta bebida.

### Hipótesis

#### Hipótesis de investigación

Cómo hipótesis de investigación se tiene que:

Las pruebas sensoriales afectivas permiten la estandarización de la bebida tipo "Sende" al determinar las preferencias de los consumidores potenciales y con ello establecer la formulación más adecuada.

#### Hipótesis estadísticas

Hipótesis nula (H<sub>0</sub>): T<sub>1</sub>=T<sub>2</sub>=T<sub>3</sub>=...T<sub>i</sub>

Donde T<sub>i</sub> = corresponde a las diferentes formulaciones que se evaluarán sensorialmente para determinar su preferencia

Hipótesis alterna (H<sub>a</sub>): Existe al menos un tratamiento diferente

### Objetivos

#### Objetivo General

Estandarizar la formulación y el proceso de elaboración de una bebida alcohólica tradicional obtenida de la fermentación del maíz (sende).

#### Objetivos específicos

Establecer las formulaciones de elaboración para la bebida tipo sende basándose en el proceso tradicional de elaboración de "Sende".

Realizar pruebas sensoriales afectivas de preferencia para la selección de la formulación de mayor preferencia.

Aplicar análisis estadístico para determinar la preferencia de las formulaciones propuestas.

### Marco Teórico

#### El sende

El sende es una bebida de carácter ceremonial que es elaborada con maíz germinado, de color rojizo al que se le agrega chile pasilla molido y pulque altamente fermentado (Gonzalez-Mendoza, 2013). El color que tiene es ligeramente rojizo y su sabor es un tanto ácido. Su origen es Prehispánico, esta bebida desempeña un culto indígena antiguo. El uso de esta bebida siempre fue observado cuando ocurrían festividades del culto a los adoratorios y las celebraciones en culto grupal. El proceso de su preparación es el siguiente: se hace un agujero cubierto de hojas de ocote (*Pinus teocote*) y se deposita el maíz, generalmente de color rojizo.

En seguida se le riega agua tibia y se tapa. Se cubre finalmente, con más tierra. Durante 4 ó 5 días permanece el maíz así y es sacado cuando la germinación se ha operado. El maíz germinado se asolea durante tres o cuatro días; después es molido en metates y el polvo que se obtiene es batido con agua en una olla de barro; se le agrega chile molido (chile pasilla). Esta solución es hervida y puesta a fermentar después con la adición de una sustancia que ayuda a esa finalidad y que se denomina "pie", (el "pie" puede ser pulque altamente fermentado). El sende estará ya listo después de 3 o 4 días de la fermentación: su color es ligeramente rojizo, y su sabor en un tanto ácido (Blog Delicias Prehispánicas y Contemporáneas, 2010).

### El maíz y sus usos

Actualmente el maíz es producido en la mayoría de los países del mundo siendo el tercer cultivo por la superficie involucrada, sólo después del trigo y del arroz (Nuñez-Guzman, 2013). La mayor parte de la producción de maíz ocurre en los Estados Unidos, la República Popular China y Brasil, países que, en conjunto, obtienen el 73% de la producción global anual estimada en 959.1 millones de toneladas (FIRA, 2016). México es un productor importante de maíz del mundo (Kato et al, 2009).

La característica variable del maíz que más se relaciona con sus usos como alimento es la composición de su endospermo, principalmente almidón (Charley, 2006). Dada la versatilidad del maíz y la importancia se ha desarrollado una fuerte industria. Existen una gran variedad de productos a partir de maíz, y reemplazan a productos hechos a partir de materia prima distinta o a través de síntesis química. El más conocido es el etanol, un aditivo de motores obtenido a partir de la fermentación del maíz.

El almidón de maíz es uno de los productos más importantes en la economía industrial de países como Estados Unidos. Se usa en la elaboración de papel, textiles, adhesivos, recubrimiento de superficies y cientos de otras aplicaciones. A partir de maíz se elaboran harinas, edulcorantes como la dextrosa, así como otros aditivos como ácidos orgánicos, aminoácidos, vitaminas y aditivos alimenticios. Otro producto derivado del maíz es el aceite. Gran parte del aceite de maíz es utilizado para cocinar o como aceite para ensaladas, una porción significativa es usada en la elaboración de margarinas. Finalmente, a través de un proceso llamado extrusión, se altera la estructura física del almidón del maíz para producir un tipo de plástico biodegradable (Charley, 2006).

El cultivo del maíz, así como la elaboración de sus muy diversos productos alimenticios están ligados con el surgimiento y evolución de las civilizaciones mesoamericanas pre-colombinas, estando en México presente en las recetas de aztecas, mayas y civilizaciones posteriores (Kato et al, 2009). Actualmente se elaboran una gran cantidad de alimentos y bebidas, algunas de origen prehispánico a base de maíz, sea fresco (elote o maíz dulce) o seco en cualquiera de sus variedades, tales como atole, tortillas, sende, tamales, sopa y pozole (González-Mendoza, 2013).

### Fermentación y levaduras

La fermentación alcohólica se debe a una enzima soluble que producen las levaduras, zimasa (en realidad es un complejo de enzimas) La teoría de Meyerhof (1934) explica los procesos de la fermentación (Ward, 1991).

El alcohol o etanol es el producto de la fermentación alcohólica efectuada por microorganismos, que tienen la capacidad de fermentar la glucosa.

La levadura *S. cerevisiae* es probablemente el microorganismo más ampliamente utilizado por el hombre a través del tiempo; aunque no se tuviera, en un principio, conciencia plena de la participación del microorganismo en la elaboración de diversos alimentos como el pan o las bebidas alcohólicas.

Esta levadura históricamente ha sido utilizada en la producción de alcohol con resultados satisfactorios. El proceso de producción de alcohol por vía fermentativa a través de la conversión de hexosas en etanol según la siguiente ecuación:



La levadura, además de ser el elemento que cataliza la reacción, constituye un producto inevitable de la misma, pudiéndose disminuir su reproducción, pero no eliminarla totalmente (Suárez-Machín et al, 2016).

Se recurre a la fermentación alcohólica en la fabricación de diversos productos alimenticios como: pan, vino, cerveza y todo tipo de bebidas alcohólicas fermentadas y chocolate. Además, una característica importante de la fermentación alcohólica, es que produce gran cantidad de CO<sub>2</sub>, responsable de las burbujas del vino champagne y de la textura esponjosa del pan (Ward, 1991), muy apreciada por los consumidores.

## Metodología de Investigación

### Tipo de Investigación

Esta plantea una investigación del tipo experimental.

## Métodos Teóricos

### Estandarización

Se planteó un proceso basado en la elaboración de cerveza (Vogel, 2003) y el proceso tradicional de "Sende". El maíz seleccionado, libre de materia extraña y con tamaño uniforme; se remoja durante aproximadamente 24 horas para conseguir una humedad próxima del 48%. Después se retira el maíz del agua y se extiende sobre charolas perforadas para una óptima circulación de aire, pero cubierta con una manta para mantener la humedad necesaria; remover cada 8 horas y humedecer constantemente hasta que la mayoría de los granos tengan brotes de 2 cm aproximadamente (figura 1). El maíz germinado se seca por 4 horas a 60°C en un deshidratador eléctrico industrial de aire caliente. Se somete a tostado en un tostador con flama media por 5 minutos  $\pm 2$ . Posteriormente, se separan los brotes para tener un grano limpio. Se tritura en un molino eléctrico. El maíz molido, ver figura 2, es sometido a ebullición por 1 hora y se deja enfriar, para ello, se agregan 50 g de maíz a un litro de agua. Se deja fermentar durante 2 días a 25°C  $\pm 3$ , agregando 0.03% de levadura de pan o pulque. Después de la fermentación se separan los sólidos y se pasteuriza, completando en este proceso la formulación con la adición de los demás ingredientes. Finalmente, se envasa y almacena.

### Evaluación sensorial

Se evaluaron las 12 formulaciones propuestas para la estandarización de la bebida mediante pruebas afectivas cuantitativas en dos etapas.

En la primera etapa se dividieron las 12 formulaciones en dos bloques de seis para realizar una prueba de preferencia por ordenamiento a 100 panelistas no entrenados y de los resultados se seleccionaron las formulaciones de mayor preferencia para evaluarlas en una segunda etapa.

En la segunda etapa se realizó una prueba de preferencia por pares.

### Análisis estadístico

El tratamiento de los datos se realizó utilizando un análisis de varianza con un nivel de significancia del 5%, esto para la primera etapa.

En la prueba de preferencia por pares se utilizó el estadístico  $\chi^2$ . para determinar si había diferencia significativa entre las formulaciones evaluadas (Hernández-Montes, 2007).



**Figura 1** Malteo del maíz

(Elaboración propia)



**Figura 2** Maíz triturado

(Elaboración propia)

### Resultados

Se obtuvieron 12 formulaciones para evaluar sensorialmente como se muestra en la siguiente tabla.

No.	FORMULACIÓN
1	Maíz blanco fermentado con pulque
2	Maíz azul fermentado con pulque
3	Maíz blanco con azúcar y chile fermentado con pulque
4	Maíz azul con azúcar y chile fermentado con pulque
5	Maíz blanco con azúcar y canela fermentado con pulque
6	Maíz azul con azúcar y canela fermentado con pulque
7	Maíz blanco fermentado con levadura
8	Maíz azul fermentado con levadura
9	Maíz blanco con azúcar y chile fermentado con levadura
10	Maíz azul con azúcar y chile fermentado con levadura
11	Maíz blanco con azúcar y canela fermentado con levadura
12	Maíz azul con azúcar y canela fermentado con levadura

**Tabla 1** Formulaciones propuestas para la estandarización de bebida tipo “Sende”

(Elaboración propia)

Después de la evaluación sensorial de las 12 pruebas indicadas en la tabla anterior se identificó que existe diferencia significativa en la preferencia de las formulaciones (ver Tabla 2)

ANÁLISIS DE VARIANZA					
Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F	Significancia
TRATAMIENTOS	5	4429,67	885,93	43,22	4,39
ERROR	6	123,00	20,50		
TOTAL	11	4552,67	413,88		

**Tabla 2** Análisis de varianza de pruebas afectivas cuantitativas, formulaciones del bloque 1.

(Elaboración propia)

Y aunque solo se hicieron dos repeticiones el resultado es contundente. En el primer bloque la formulación con clave 4227 fue el de mayor preferencia, que corresponde a la formulación utilizando maíz blanco y fermentando con pulque.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F	Significancia
TRATAMIENTOS	5	2657,67	531,53	38,42	4,39
ERROR	6	83,00	13,83		
TOTAL	11	2740,67	249,15		

**Tabla 3** Análisis de varianza de pruebas afectivas cuantitativas, formulaciones del bloque 2.

(Elaboración propia)

En el segundo bloque de evaluaciones sensoriales también se realizó un análisis de varianza y se encontró diferencia entre los tratamientos como se muestra en la tabla anterior, en este bloque la formulación con clave 1002 fue la de mayor preferencia que corresponde a la elaborada con maíz azul y fermentada con pulque y adicionada de azúcar y chile guajillo.

Finalmente las dos formulaciones con mayor preferencia de cada bloque se evaluaron sensorialmente y se analizaron con el estadístico de  $\chi^2$ .

El estadístico  $\chi^2$  se calculó con la siguiente fórmula:

$$\chi^2 = \frac{(O_1 - E_1)^2 - 0.5}{E_1} + \frac{(O_2 - E_2)^2 - 0.5}{E_2} \tag{1}$$

Donde:

O1: Numero de selecciones observadas para la muestra 1

E1: Numero de selecciones esperadas para la muestra 1

O2: Numero de selecciones observadas para la muestra 2

E2: Numero de selecciones esperadas para la muestra 2

El resultado fue de 7.82 lo que indica que si existe una preferencia por el producto con clave 4227 ya que comparado con el valor de tablas con un nivel de significancia del 5% (5.02) es mayor.

## Conclusiones

Después de haber llevado a cabo la evaluación sensorial en 12 diferentes presentaciones, se obtuvo que al público consumidor le agrada más la formulación que fue elaborada a base de maíz blanco, con canela y fermentada con pulque. Los comentarios de los evaluadores se centraron en que la bebida con pulque tiene sabor más agradable que las fermentadas con levadura, estas últimas tenían un sabor y olor más fuerte y desagradable. Además, las bebidas que tenían canela presentaban notas de olor y sabor más acentuadas y aromáticas. Así se hace la estandarización de la fórmula y proceso de producción de la bebida tipo sende. Aun falta mucho por investigar, ya que de acuerdo al proceso realizado, el sende obtenido le falta estandarizar el grado alcohólico que se menciona en la literatura (de 2-4%), pero se piensa seguir trabajando ahora en el envasado y la determinación de calidad del producto para mejorar su conservación.

## Referencias

- Barros, C. y Buenrostro, M. (2016). *Itacate: tesgüino y sendecho*. La Jornada. [en línea]. Disponible desde: <http://www.jornada.unam.mx/2016/03/15/opinion/a06o1cul>.
- Blog Delicias Prehispánicas y Contemporáneas. (2010). *SENDE, bebida prehispánica ceremonial*. [en línea]. abril 30 2010. Disponible desde: <http://deliciasprehispanicas.blogspot.mx/2010/04/sendebebida-prehispanica-ceremonial.html>
- González-Mendoza, M. (2013). *Análisis del patrimonio gastronómico entre los mazahuas de San Antonio Pueblo Nuevo, San José del Rincón, México*. Tesis de Licenciado en Gastronomía. Facultad de Turismo, Universidad Autónoma del Estado de México. [en línea]. Disponible desde <http://ri.uaemex.mx/bitstream/handle/20.500.11799/13729/412743.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.
- Guzmán J., Cárdenas, S., y Valdez, Z. *Formulación de bebidas fermentadas utilizando un probiótico (Lactobacillus casei-shirota), ezal y diferentes concentraciones de miel y polen* [Informe] / Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.
- Munguía- Reyes, M.M., Hernández-López, R. y González-Mendoza, M. (2014). *Un acercamiento al patrimonio gastronómico de la etnia Mazahua*. CULINARIA Revista Virtual especializada en Gastronomía. [en línea], 8; 07-26. Disponible desde [http://www.uaemex.mx/Culinaria/PDF%20final%20es%208/Acercamiento\\_Gastronomia\\_Mazahua.pdf](http://www.uaemex.mx/Culinaria/PDF%20final%20es%208/Acercamiento_Gastronomia_Mazahua.pdf).
- Quintero-Salazar, B., Bernáldez-Camiruaga, A.I., Dublán-García, O., Barrera-García, V.D., Favila-Cisneros, H.J. (2012). *Consumo y conocimiento actual de una bebida fermentada tradicional en Ixtapan del Oro, México: la sambumbia*. Alteridades. [ en línea] 22(44); 115-129. Disponible desde <http://www.redalyc.org/pdf/747/74728323002.pdf>.
- Vogel, W. (2003). *Elaboración Casera de Cerveza*. Editorial Acribia.
- Consejo Estatal para el Desarrollo Integral de los Pueblos Indígenas, CIPIDIEM. (n.d.). *Pueblo Indígena Mazahua*. [en línea]. Disponible desde: <http://cedipiem.edomex.gob.mx/mazahua>

Kato, T.A., Mapes, C., Mera, L.M., Serratos, J.A. y Bye, R.A. (2009). *Origen y Diversificación del Mái: una revisión analítica*. Universidad Nacional Autónoma de México- Comisión Nacional para el Conocimiento y uso de la Biodiversidad. 116 pp. México. D.F.

Charley, H. (2006). *Tecnología de los alimentos; procesos químicos y físicos en la preparación de alimentos*. Editorial Limusa. México.

Suárez-Machín, C., Garrido-Corralero, N.A., Guerrero-Rodríguez, C.A. (2016). *Levadura Saccharomyces cerevisiae y la producción de alcohol. Revisión bibliográfica ICIDCA. Sobre los derivados de la caña de azúcar*. 50(1):20-28. [en línea]. Disponible desde: <http://www.redalyc.org/pdf/2231/223148420004.pdf>.

Núñez-Guzmán, L.D. (2013). *Producción de maíz en México y en el Mundo*. EL ECONOMISTA. [en línea]. Disponible desde <http://eleconomista.com.mx/columnas/agro-negocios/2013/02/11/produccion-maiz-mexico-mundo>.

Fideicomisos Instituidos en Relación con la Agricultura, FIRA (2016). *Panorama Agroalimentario*. Disponible desde: [https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/200637/Panorama\\_Agroalimentario\\_Ma\\_z\\_2016.pdf](https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/200637/Panorama_Agroalimentario_Ma_z_2016.pdf).

Ward, O.P. (1991). *Biotecnología de la fermentación*. Acibia, S.A. Zaragoza.

Hernández-Montes, A. (2007). *Evaluación sensorial de productos agroalimentarios*. Universidad Autónoma Chapingo. Texcoco, México. 190 pp.

## Evaluación del potencial de generación de estiércol como materia prima para la producción de biogás en la Zona Altamira, Tamaulipas

PÉREZ-BRAVO, Sheila Genoveva\*†, BAUTISTA-VARGAS, María Esther, HERNÁNDEZ-SÁNCHEZ, Adán y ENRIQUEZ-PADILLA, Jonathan Uriel

*Universidad Politécnica de Altamira. Nuevo Libramiento Altamira Km. 3, Santa Amalia, 89602 Altamira, Tamps.*

Recibido Enero 18, 2017; Aceptado Marzo 23, 2017

### Resumen

En la búsqueda de nuevas alternativas de generación de energía se ha prestado interés a los biocombustibles tales como el biodiesel y bioetanol, sin embargo, estos requieren el consumo de reactivos en el proceso, a comparación de la digestión anaerobia de la biomasa húmeda residual (estiércol), no consume reactivos, y se producen dos productos, el biogás y biol fertilizante, eliminado una fuente de contaminación, y disminuyendo emisiones de metano, las aplicaciones del biogás son generación de energía térmica y eléctrica, entre otras. La zona de estudio es suministrada de energía eléctrica por termoeléctricas de combustibles fósiles, es trabajo de los investigadores en energía e ingeniería ambiental, presentar proyectos de desarrollo sustentable. En esta investigación se estima el potencial de generación de estiércol vacuno en la zona de Altamira, Tamaulipas, con la finalidad de dimensionar la producción de biogás en caso de su aprovechamiento, el censo del INEGI reporta 68,000 cabezas de bovinos en 2014, se concluye que la zona tiene un alto potencial de generación de biogás de 43.4934 m<sup>3</sup> anuales, con un poder calorífico de 819 937.57 kJ/m<sup>3</sup>.

### Potencial, Biogás, Estiercol Bovino

### Abstract

In the search for new alternatives to power generation has been interested in biofuels such as biodiesel and bioethanol, however, these require the consumption of reagents in the process, compared to the anaerobic digestion of residual humid biomass (manure), do not consume reagents, and produce two products, biogas and Biol fertilizer, eliminated a source of pollution, and decreasing methane emissions, biogas applications are generating thermal and electrical energy, among others. The study area is provided with electrical energy by fossil fuel thermoelectrics, it is the work of the researchers in energy and environmental engineering, to present projects of sustainable development. This research estimates the potential for the generation of cattle manure in the area of Altamira, Tamaulipas, in order to dimension the production of biogas in the event of its use, the INEGI census reports 68.000 bovine heads in 2014, it is concluded that the zone has a high potential of biogas generation of 43.4934 M3 annually, with a calorific capacity of 819 937.57 KJ/m<sup>3</sup>.

### Potential, biogas, bovine manure

**Citación:** PÉREZ-BRAVO, Sheila Genoveva, BAUTISTA-VARGAS, María Esther, HERNÁNDEZ-SÁNCHEZ, Adán y ENRIQUEZ-PADILLA, Jonathan Uriel. Evaluación del potencial de generación de estiércol como materia prima para la producción de biogás en la Zona Altamira, Tamaulipas. Revista de Sistemas Experimentales 2017, 4-10: 34-40

\*Correspondencia al Autor (Correo electrónico: sheila.perez@upalt.edu.mx)

†Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

La fluctuación reciente en los precios de los combustibles fósiles, su naturaleza finita y deterioro de la calidad del medio ambiente, obligan a los investigadores, inversionistas y a la ciudadanía a participar en la búsqueda de nuevas alternativas.

Las FAO y la ONU son organizaciones mundiales que apoyan el uso de bioenergéticos, estos pueden obtenerse mediante el uso de la biomasa natural y residual como materia prima para obtener bioalcoholes, biodiesel y biogás, biohidrógeno y pellets entre otros (Mejías-Brizuela, 2016).

En el sector pecuario se utiliza el ganado bovino, porcino, y avícola, para explotación primaria o secundaria, dicho sector desecha residuos sólidos y semi-sólidos con alta carga orgánica y bacteriana que genera un alto impacto ambiental, principalmente estiércol, que sirve de materia prima para generar el biocombustible biogás. Al término de la digestión anaerobia se destruyen los parásitos intestinales del efluente, eliminándose una fuente de contaminación (Ponce, 2016).

El estiércol de vaca se degrada aerobiamente produciendo metano, uno de los gases de efecto invernadero con un impacto 30 veces mayor que el anhídrido carbonico. En ocasiones es utilizado como abono directo, pero al reaccionar con el oxígeno del aire ambiente se libera energía térmica de la reacción, capaz de inhibir la germinación de la semilla y ofrece sus nutrientes aproximadamente en un año.

La Ley de Promoción y Desarrollo de Bioenergéticos define el biogás como el gas que se produce de la conversión biológica de la biomasa como resultado de su descomposición, químicamente es la mezcla de gas metano (CH<sub>4</sub>) y dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) en diferentes porcentajes, generalmente 60 y 40 por ciento respectivamente.

El biogás puede contener trazas de hidrocarburo, vapor de agua  $\pm 4\%$ , y ácido sulfhídrico H<sub>2</sub>S  $\pm 1\%$ , (Ponce, 2016). A pesar de ser un biocombustible requiere una etapa de purificación para la eliminación del sulfuro de hidrógeno, gas tóxico y corrosivo, de efecto invernadero, su método de eliminación dependerá del límite máximo permisible que defina la normatividad aplicable.

La digestión anaerobia es el proceso para realizar la conversión de la biomasa húmeda residual (estiércol) en biogás, este proceso se realiza en 4 etapas: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis, obteniendo como subproducto un fertilizante conocido como biosol, el cual posee elementos como el nitrógeno, fósforo y potasio. La eficiencia del proceso dependerá de la calidad de la materia prima, temperatura de operación, pH y tiempo de retención hidráulica.

Los beneficios de usar el estiércol como materia prima permitirían la producción de un combustible, fertilizante orgánico, disminución de emisiones naturales de metano, disminución de contaminación por fertilizantes químicos sintéticos, disminución del gasto económico al no depender de la compra de fertilizantes, y ahorro o venta de combustible.

Un factor importante es que el tratamiento del residuo estiércol, no genera otros residuos, la materia prima es de costo bajo o nulo y fácil de acopiar.

En la actualidad no se realiza un tratamiento adecuado a las excretas de ganado, esto implica mantener un foco de infección latente y perjudicial para la comunidad en general (Vera-Romero, 2013).

Altamira es un municipio del estado de Tamaulipas en México. El municipio colinda al norte con los municipios de Aldama y González; al sur con Ciudad Madero y Tampico al este con el Golfo de México y al oeste con el estado de Veracruz y el Municipio de González. Tiene un área territorial de 1662.36 km<sup>2</sup>. La organización territorial de la ciudad de Altamira es de 8 polígonos, siendo estos Zona Centro, Centro Norte, Miramar, Tampico Altamira, Monte Alto, Laguna de la Puerta, Cuauhtémoc y Zona Rural. En lo que respecta a la tenencia de la tierra, es predominantemente ejidal y en lo que se refiere al uso, es básicamente agrícola.

La CFE abastece a la ciudad de Altamira con 4 centrales termoeléctricas con una capacidad de 800 MW. En cuanto a la producción independiente en el año 2003 en un contrato de compraventa durante 25 años se construyó una central de ciclo combinado en Altamira para generar 1121 MW; de igual manera en el complejo industrial portuario se localizan las centrales Altamira II con capacidad de generar 495 MW y Altamira III y IV con 1030 MW de generación. (Plan Municipal de Desarrollo, 2016).

En el municipio de Altamira la generación de energía se realiza en centrales termoeléctricas fósiles, con la finalidad de proponer el uso de fuentes renovables se realiza el presente trabajo de investigación.

### Justificación

Tamaulipas se caracteriza por ser uno de los estados con mayor existencia de ganado, superado por Coahuila, Chihuahua y Veracruz (INEGI, 2014), cuenta con más de un millón de cabezas de ganado en el estado, en Altamira cuentan con casi 70,000 cabezas de bovinos.

Conocer el potencial de generación de estiércol, en la zona de Altamira, Tamaulipas, es el primer paso para determinar la posibilidad de instalar una planta piloto de producción de biogás con dicha materia prima.

### Problema

El medio ambiente es de suma importancia en la calidad de vida del ser humano, con la industrialización se ocasiono la contaminación antropogénica, la cual es regulada mediante organismos nacionales e internacionales, así como la normatividad correspondiente.

La ganadería es una actividad que provee al hombre de productos cárnicos y lácteos, necesarios para la alimentación, el ganado bovino genera deyecciones, las cuales son una fuente de contaminación natural, sin regulación o aprovechamiento, sus características permiten digerirlas anaerobiamente y producir biogás.

El aprovechamiento de las deyecciones bovinas permitiría obtener un biocombustible y disminuir la contaminación natural, siendo la solución al problema de su disposición final.

### Hipótesis

La zona de Altamira Tamaulipas tiene alta disponibilidad de estiércol bovino para generación de biogás.

### Objetivos

#### Objetivo General

Determinar cuantitativamente en base a estadísticas, la generación de biomasa húmeda residual ganadera (estiércol bovino) en el Municipio de Altamira, Tamaulipas.

#### Objetivos específicos

- Cuantificar y clasificar el Ganado vacuno en el Municipio de Altamira, Tamaulipas.

- Dimensionar el impacto ambiental generado por el estiércol en el Municipio de Altamira, Tamaulipas.

### Marco Teórico

Cuando una vaca come, mastica sólo lo suficiente para tragar la comida. Esta pasa a los dos primeros estómagos, el rumen y el retículo.

El rumen o panza es el estómago más grande, junto con el retículo tienen una capacidad de 200 litros en los animales adultos. Aquí se lleva a cabo la fermentación del alimento por medio de microorganismos que se encargan de hacer digeribles la fibra y los carbohidratos de los forrajes.

La actividad ganadera produce entre 15-20% de la emisión mundial de metano. Los bovinos emiten gas metano porque su proceso digestivo ocurre bajo condiciones anaeróbicas y participan diferentes tipos de bacterias que degradan la celulosa a glucosa, posteriormente fermentan a ácido acético y reducen el dióxido de carbono, formando metano en el proceso (Carmona,2005).

Las deposiciones fecales, estiércol del bovino están compuestas principalmente por agua y por los elementos no digeridos, ya sea por fibra lignificada indigerible o por granos con cubierta muy firme, o por otras fracciones alimenticias que podrían ser digeridas, pero que no lo son por un pasaje muy rápido por el tracto intestinal, como ser alimentos en partículas muy finas, algunos sectores de fibra del forraje, alimentos muy digestibles, granos enteros, etc.

Las defecaciones del bovino difieren de casi todas las especies animales por su alto contenido en agua, la que está en relación directa con la cantidad de heces excretadas y con la mayor o menor aptitud para concentrarlas.

El bovino adulto defeca de 10 a 15 veces por día, cubriendo 1 – 1.5 m<sup>2</sup>, generando 20 - 30 kg/día, pudiendo elevarse hasta 45 kg.

Las deyecciones pecuarias es básicamente el estiércol que se queda en el lugar donde fue expulsado sin ningún tipo de tratamiento. Una vaca normalmente tiene unas deyecciones del 8% de su peso por lo cual una vaca de unos 700 kilos defecará 56 kilos estiércol. (Mendoza, 2008). Un kilo de estiércol vacuno puede producir entre 37 a 170 ml de gas metano, durante un periodo de 10 a 18 días (Cruz, 2011).

Las investigaciones sobre cuáles son las emisiones que tienen las deyecciones de las vacas son muy amplias y está comprobado que una vaca podría contaminar más que un coche por eso su tratado debe ser preciso y conciso (Plata, 2012).

La digestión anaerobia permitiría valorizar la energía del estiércol, producir energía renovable en un corto plazo, proporcionar al agricultor el biocombustible y fertilizante además de eliminar una fuente de contaminación.

### Metodología de Investigación

Esta investigación está basada en datos reales que son obtenidos directamente de la página del INEGI que sus siglas significan “Instituto Nacional de la Estadística y Geografía” que en México llevan a cabo el conteo de todo tipo de cambios como el censo de la población, censos económicos y censos agropecuarios.

Se realizó la cuantificación de la materia prima y cuanta de esta es primordial en el uso para la generación del biocombustible.

En Tamaulipas se encuentran alrededor de 1, 034,140 de cabezas de ganado, de las cuales aproximadamente el 7% se encuentran en Altamira.

En la tabla 1, se describen las cantidades de cabezas de ganado de acuerdo con su actividad zootécnica, siendo 68 000 cabezas totales en 2014.

Actividad zootécnica del ganado	Cantidad de ganado
Ganado solo para cría de becerros	35, 000
Vacas para producción de leche	2, 000
Vacas para ordeñar y criar becerros	5, 000
Reses para trabajo	2, 000
Reses en engorda	20, 000
Sementales	4, 000
<b>Total</b>	<b>68, 000</b>

**Tabla 1** Actividad zootécnica del ganado en la ciudad de Altamira.

Fuente: (INEGI 2014)

La generación de estiércol esta relacionada con el peso del ganado, en la tabla 2 se muestra la estimación del peso total del ganado, considerando el peso y la cantidad de ganado para cada actividad zootecnia.

Actividad zootécnica del ganado	Peso de la vaca (Kg)	Cantidad de vacas	Peso total de las vacas (toneladas)
Ganado solo para cría de becerros	600	35, 000	21,000
Vacas para producción de leche	550	2, 000	1,100
Vacas para ordeñar y criar becerros	550	5, 000	2,750
Reses para trabajo	800	2, 000	1,600
Reses en engorda	1000	20,000	20,000
Sementales	800	4, 000	3,200
<b>Total</b>		<b>68, 000</b>	<b>49650</b>

**Tabla 2** Peso aproximado de materia prima generada.

Fuente: (INEGI 2014)

El total del ganado suma 49 650 toneladas de peso, considerando que generan el 8% de su peso en estiércol, se muestran las cantidades generadas en toneladas en la tabla 3, para la zona de Altamira.

Día	Mes	Año
3 972	119 160	1 449 780

**Tabla 3** Cantidad de estiércol en toneladas

Fuente: Elaboración propia

La recolección del estiércol debe hacerse de manera fácil, en punto focalizado, tal como el corral, por eso el factor determinante es el tiempo de estación del ganado en el corral. Para el ganado vacuno el tiempo de estación es de 12 horas, por lo tanto, solo es posible la recuperación del 50% de la generación (Vera-Romero, 2013). En la tabla 4 se muestran las estimaciones de las toneladas de estiércol susceptibles de recuperarse.

Día	Mes	Año
1 986	59 580	724 890

**Tabla 4.** Cantidad de estiércol recuperable

Fuente: Elaboración propia

Una tonelada de estiércol produce alrededor de 60  $cm^3$  de biogás (abt-bussines group, 2012) considerando esto, en la tabla 5 se estima la producción de biogás total

	Día	Mes	Año
<b>Materia prima en toneladas (estiércol)</b>	1 986	59 580	724 890
<b>Producción de biogás en <math>cm^3</math></b>	119 160	3 574 800	43 493400
<b>Producción de biogás en <math>m^3</math></b>	0.11916	3.5748	43.4934

**Tabla 5** Producción de biogás

Fuente: elaboración propia

El valor energético de 1 m<sup>3</sup> de biogás con un 60% de metano equivale a 0.7 litros de gasolina o 2.4 kW-hora de electricidad o 0.6 m<sup>3</sup> de gas natural o 1.3 kg de madera (Ponce,2016).

## Resultados

El biogás tiene un poder calorífico de 18 852 kJ/m<sup>3</sup>, (Vera-Romero, 2013). En la tabla 6 se observa el potencial energético proporcionado por el biogás.

	Día	Mes	Año
<b>Producción de biogás en m<sup>3</sup></b>	0.11916	3.5748	43.4934
<b>Poder Calorífico kJ/m<sup>3</sup></b>	2 246.40	67 392.12	819 937.57

**Tabla 6** Poder calorífico estimado

Fuente: elaboración propia

Considerando un porcentaje de metano del 60% en la mezcla de biogás se estima la producción potencia energética en la tabla 7.

	Día	Mes	Año
<b>Producción de biogás en m<sup>3</sup></b>	0.11916	3.5748	43.4934
<b>Potencia eléctrica kW-h</b>	0.28	8.57	104.38

**Tabla 7** Generación de Potencia estimada

Fuente: elaboración propia

## Conclusiones

En el presente trabajo de investigación se alcanzan los objetivos, cuantificando el ganado bovino de la Zona de Altamira, Tamaulipas. Siendo de 68 000 cabezas en el 2014, clasificados en diferentes áreas zootecnicas, con una producción de estiércol anual de 1 449 780 toneladas, susceptibles de generar 43.4934 m<sup>3</sup> de biogás, con un poder calorífico de 819 937.57 kJ/m<sup>3</sup>, que servirían para generar 104.38 kW-h de energía eléctrica.

La hipótesis es positiva, en la Zona de Altamira, Tamaulipas, se puede generar un gran volumen de biogas con el estiércol vacuno, aproximadamente 43.4934 m<sup>3</sup> de biogás, sin embargo se concluye que su aplicación en la generación de energía eléctrica es sumamente baja, siendo la mejor opción aplicarlo a la generación de energía térmica, con los consecuentes beneficios ambientales de la disminución de emisiones de gases de efecto invernadero, eliminación de focos de contaminación, y producción de fertilizante.

## Referencias

ABT-GROUP. ENERGY RENEWABLES. Consultado el 27 de junio de 2017 en <http://www.abtgrupo.com/renewables.php?id=31>

Carmona Juan C. Zoot Esp; Bolívar Diana M, Zoot MSc; Giraldo Luis A, Zoot MSc (2005), "El gas metano en la producción ganadera, y alternativas para medir sus emisiones y aminorar su impacto a nivel ambiental y productivo", Revista Colombiana de Ciencias Pecuarias.

Cruz Rosales Magdalena, (2011), "El estiércol, ¿material de desecho o de provecho", Depto. De Biodiversidad y Ecología Animal, Consultado 12 de agosto 2017, <http://www.cronica.com.mx/notas/2011/593631.html>

Ernesto Ponce, (2016), “Métodos Sencillos en Obtención de Biogás Rural y su Conversión en Electricidad”, Escuela Universitaria de Ingeniería Mecánica. IDESIA Chile

Figueroa-Miramontes Uriel, Cueto-Wong José A., Delgado Jorge A., Nuñez-Hernandez Gregorio, Reta-Sanchez David G., Quiroga-Garza Hector M., Faz-Contreras Rodolfo, Marquez-Rojas José L. (2010). “Estiercol de Bovino lechero sobre el rendimiento y recuperación aparente de nitrógeno en maíz forrajero” Tierra Latinoamericana, Chapingo, ISSN: 0187:5779

Instituto Nacional de la Estadística y Geografía, Revisado el 16 de junio de 2017 <http://www.inegi.org.mx/est/contenidos/proyectos/encuestas/agropecuarias/ena/ena2014/>

Mejias-Brizuela Nildia, Orozco-Guillen Eber, Galáan-Hernandez Nestor, (2016) “Aprovechamiento de los residuos agroindustriales y su contribución al desarrollo sostenible de México”, Revista de ciencias ambientales y recursos naturales.

O. Teniza-Garcia, (2015), “Producción de Metano utilizando residuos Cunícolas”, Revista Mexicana de Ingeniería Química. Vol. 14. No.2

Ortega Viera Lianys MsC, Rodriguez Muñoz Susana Dra., Fernandez Santana Eliana Dra., Bàrcenas Pèrez Liuver MsC. (2015),”Principales Métodos para la Desulfuración del Biogás” Ingeniería Hidráulica y Ambiental, Vol. XXXVI, No. 1

Plan Municipal de Desarrollo 2016-2018. Organismo del Gobierno Constitucional del Estado Libre y Soberano de Tamaulipas. Consultado 10 de agosto 2017. [www.tamaulipas.gob](http://www.tamaulipas.gob)

Reglamento de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos, D.O.F. Consultado el 28 de junio de 2017 [www.profepa.gob.mx/innovaportal/file/4140/1/reg\\_lgpgir.pdf](http://www.profepa.gob.mx/innovaportal/file/4140/1/reg_lgpgir.pdf)

Secretaría de Agricultura, Ganadería y Pesca Consultada 13 de agosto 2017. <http://www.sagarpa.gob.mx/desarrolloRural/Documentos/fichasaapt/Utilizaci%F3n%20de%20esti%E9rcoles.pdf>

Vera-Romero Iván, Esrada-Jaramillo Melitón, Martínez-Reyes José, Ortíz Soriano Agustina (2013), “Potencial de generación de Biogás y Energía eléctrica. Parte I: excretas de ganado bovino y porcino. Ingeniería e Investigación tecnológica.

Vera-Romero Iván, Esrada-Jaramillo Melitón, Martínez-Reyes José, Ortíz Soriano Agustina (2013), “Potencial de generación de Biogás y Energía eléctrica. Parte II: Residuos Sólidos Urbanos.

## Estudio comparativo de la liberación de gas de fosforo de aluminio bajo el método del cubo en tres diferentes altitudes sobre el nivel del mar

SANTILLAN-SANTANA, Jaime\*†, DE LA PAZ-GUTIERREZ, Salvador A., SANTILLAN-SANTANA, José Jaime y LEPE-GARCÍA, José de Jesús

*Centro Universitario de Ciencias Biológicas y Agropecuarias. Universidad de Guadalajara. Camino Ramón Padilla Sánchez 2100, Nextipac, 44600 Zapopan, Jal.*

Recibido Enero 15, 2017; Aceptado Marzo 20, 2017

### Resumen

En este trabajo se propone realizar cajas de acrílico pre-armables donde se pondría el grano junto con las plagas localizadas en el lugar que serían atrapadas mediante aspiradora y con ferohormonas. Se llevaría a cabo un ensayo con los siguientes tratamientos: Testigo, Pastillas Phostoxin, Magtoxin, Quickphos, Agrofum, Fumiteco Y Weevil. Esto se realizaría bajo 2 repeticiones cada uno por lo cual se requerirían 14 cajas de acrílico de 1 x 1 x 1 mts. La toma de datos de las lecturas de concentración de gas se realizarían a: 2, 4, 6, 8, 10, 12, 24, 36, 48, 60 y 72 Hrs. Al mismo tiempo se eligieron 3 localidades para desarrollar las pruebas siendo estas: Culiacán, Sin. Guadalajara, Jal. Y México, D.F. En cada lugar nos tomaría para la prueba 8 días entre el armado, colocación de la prueba, toma de datos y retiro del material. Los productos phostoxin demostraron tener muy buena efectividad tanto en cuanto a la liberación del gas, la descomposición de la tableta y/o perdigón y la residualidad de la concentración del gas. Demostró funcionar en una forma muy homogénea a cualquier altitud sobre el nivel del mar. Demostró ser estable a las diferentes condiciones climáticas (Temperaturas y Humedad relativa) a la que fueron sometidos. Aun cuando Weevil demostró ser un producto muy competitivo contra Phostoxin al final se desplomo en cuanto a su estabilidad de la presencia de concentración de fosfina. Quickphos será un producto al cual se le deberá estar prestando la debida atención ya que puede ser un producto que cause problemas a Phostoxin, sobre todo en lo que se refiere al tema del precio.

### Plagas almacenadas, Phostoxin, Gas

### Abstract

This paper intends to make acrylic boxes pre-armables where grain would be put along with pests in place that they were trapped using a vacuum cleaner and with ferohormonas. As assay would be conducted with the following treatments: witness, phostoxin®, Magtoxin, Quickphos, Agrofum, Fumiteco and Weevil pills. This would be done under 2 repetitions each one by which we would require 14 boxes of acrylic 1 x 1 x 1 meters. Data of gas concentration readings would be carried out as 2, 4, 6, 8, 10, 12, 24, 36, 48, 60 and 72 Hrs. While 3 locations were chosen to develop the tests: Culiacán, Sin., Guadalajara, Jal. and Mexico, D.F. In each place it would take us at least 8 days between the assembly, placement test, data collection and removal of the material. Phostoxin® products proved to have very good effectiveness both in terms of the release of the gas, the decomposition of pellet or Tablet and the residuality of the concentration of the gas. It showed to work in a very homogeneous form at any altitude above the sea level. It proved to be stable to the different climatic conditions (temperature and relative humidity) to which they were subjected. Although Weevil proved to be a very competitive product against phostoxin® in the end it collapsed in terms of stability of the presence of phosphine concentration. Quickphos will be a product which is must be paying attention since it may be a product that causes problems for phostoxin®, especially in regards to the issue of the price.

### Stored pests, phostoxin® Gas Radiation

**Citación:** SANTILLAN-SANTANA, Jaime, DE LA PAZ-GUTIERREZ, Salvador A., SANTILLAN-SANTANA, José Jaime y LEPE-GARCÍA, José de Jesús. Estudio comparativo de la liberación de gas de fosforo de aluminio bajo el método del cubo en tres diferentes altitudes sobre el nivel del mar. Revista de Sistemas Experimentales 2017, 4-10: 41-48

\*Correspondencia al Autor (Correo electrónico: jsantill@cucba.udg.mx)

†Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

Actualmente todavía faltan unos 100 millones de toneladas de cereales al año para la población mundial. En justamente veinte años, este déficit será de casi 800 millones de toneladas. Aparte del veloz crecimiento de la población mundial, en particular en África y partes de Asia, las enormes pérdidas de cosechas debido a su infestación por plagas año tras año son la principal causa de esta crisis mundial

El Fosforo de Aluminio (PHOSTOXIN) es usado como rodenticida, insecticida y fumigante para granos almacenados. Es usado para matar pequeños animales mamíferos como los topos, conejos, y roedores. Las tabletas o pellets contienen típicamente otros compuestos como amoníaco que ayudan a reducir el riesgo potencial de ignición o explosión del gas de la fosfina. La fosfina pura es inodora pero en pureza de grado técnico posee un desagradable olor a ajo o pescado descompuesto, debido a la presencia de fosfinas o difosfinas sustituidas (P<sub>2</sub>H<sub>4</sub>). El uso como insecticida está muy difundido y se utiliza para el tratamiento de mercaderías almacenadas previo a su transporte. Puede ser utilizado para el tratamiento de la mayoría de los granos y sus subproductos.

El gas fosfina es extremadamente irritante en el tracto respiratorio. También produce envenenamiento sistemático severo. Su uso como fumigante en lugares de almacenamiento de productos alimenticios es mediante la colocación de fosforo de aluminio sólido (phostoxin). El gas fosfina es liberado lentamente mediante hidrólisis. Los casos más severos de intoxicación han envuelto la ingestión de fosforo de aluminio sólido, el cual se convierte en gas rápidamente por la hidrólisis ácida que ocurre en el estómago. El envenenamiento mediante ingestión acarrea una tasa de mortalidad alta (50 a 90%).

Los mecanismos de toxicidad no se entienden bien. Se han encontrado niveles extra celulares de magnesio ligeramente elevados, lo que sugiere una merma en el magnesio intracelular, como resultado de daño miocárdico. Los envenenamientos fueron bastante frecuentes a finales de la décadas de 1980 y a principios de 1990 en algunas partes de India. Las manifestaciones principales de envenenamiento son: fatiga, náusea, dolor de cabeza, mareo, sed, tos, dificultad para respirar, taquicardia, compresión en el pecho, parestesia e ictericia. En los casos más severos se presenta el colapso cardíaco. La edema pulmonar es una causa común de muerte. En otros casos letales se desarrollan: arritmia ventricular, problemas de conducción y asistolia. Se dice que el olor del gas es semejante a pescado podrido.

## Justificación

Debido a lo anteriormente expuesto surgen las siguientes dudas sobre los productos a manejar:

- 1 ¿Es el mismo funcionamiento en lo referente a efectividad del fosforo de aluminio en pastillas comparado con los perdigones y contra las placas y tiras de fosforo de magnesio y las pastillas de magtoxin?
- 2 ¿Afectan las temperaturas y la altura sobre el nivel del mar?
- 3 ¿Es efectivo en cuanto a que cultivos almacenados y cuáles son los rangos de residualidad en semillas? 1.2

## Problema

El principal problema deriva del hecho de que el gas tiende a subir y teníamos que encontrar la forma de mantenerlo encapsulado lo que logramos hacer mediante el método del cubo.

Otro problema era el poder constatar que no existían fugas dentro de las cajas de acrílico lo cual se logro con un medidor de fosfina Dräger Pac 7000.

### Hipótesis

Las razones de por qué la relación dosis no se sostiene en la práctica son la fisiología de los insectos, el modo de acción del fumigante y el comportamiento físico del gas fumigante. Esta relación varía de fumigantes y de insectos.

### Objetivos

#### Objetivo General

Localizar el mejor producto bajo las diferentes condiciones climáticas y a diversas altitudes sobre el nivel del mar.

#### Objetivos específicos

- Determinar cual es la mejor dosis
- Determinar cual es el mejor producto por su relación precio – efecto.
- Determinar el mejor método de aplicación del producto

### Marco Teórico

La fosfina no tiene efectos adversos en la calidad o en las propiedades organolépticas de los productos tratados. Tampoco afecta la germinación de las semillas fumigadas. Los niveles de residuos son muy bajos.

El gas fosfina muestra una excelente penetración en una gran variedad de mercancías; se distribuye uniformemente en todas direcciones. Usado cuidadosamente presenta un riesgo bajo de inflamación o explosión. No tiene efectos acumulativos; se degrada con rapidez en la atmósfera.

La clave: combinación correcta de concentración y tiempo de exposición. Si se usa una dosis menor a la requerida se obtendrá un control pobre. Si se sobre-dosifica, se aumentará innecesariamente el costo.

### Metodología de Investigación

La prueba se llevó a cabo en tres localidades: Guadalajara, Jal., Culiacan, Sin y Mexico, D.F. utilizando un metodo al que le dimos el nombre de CUBO.

La primera fase del experimento que se llevó a cabo en la ciudad de Guadalajara, Jal., durante este periodo las condiciones climáticas que se presentaron fueron las siguientes: Una temperatura mínima de 5° C y una temperatura máxima de 28° C una Altura Sobre el Nivel del Mar (A.S.N.M.) de 1,370 mts. Y el experimento se localizó en las coordenadas 20° 44' 58.19" N y 103° 40' 24.25" W. En un coto campestre denomina "EL ZAMORANO".

En la ciudad de Culiacán, Sin. durante este periodo las condiciones climáticas que se presentaron fueron las siguientes: Una temperatura mínima de 22.6 ° C y una temperatura máxima de 32.2 ° C, una Altura Sobre el Nivel del Mar (A.S.N.M.) de 64 mts. Y el experimento se localizó en las coordenadas 24° 76' 55.24" N y 107° 58' 31.93" W.

Los resultados obtenidos en la tercera fase del experimento que se llevó a cabo en la ciudad de México, D.F. fueron los siguientes: Una temperatura mínima de 14 ° C y una temperatura máxima de 28 ° C con una Altura Sobre el Nivel del Mar (A.S.N.M.) de 2,240 mts. y el experimento se localizó en las coordenadas 19° 38' 30.43" N y 99° 9' 10.29" W.

La dosis utilizada en el caso de tabletas fue de (1) una por cada cubo y/o M3 y en el caso de perdigones de (5) cinco por M3.

Etapa Guadalajara

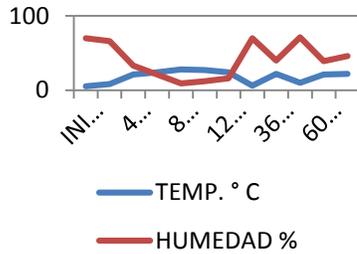


Figura 1 Como se puede observar en la gráfica, cada que disminuía la temperatura se incrementaba la humedad relativa y a la inversa. Y en la realidad este fenómeno se observó en las tres pruebas.

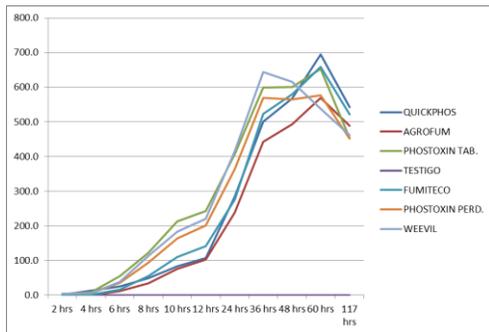


Figura 2 Este cuadro nos representa la media de los diferentes tratamientos ya tomando en consideración las dos repeticiones. Podemos observar en los datos de 60 Hrs. que todos los tratamientos mostraron un incremento constante desde su inicio hasta este momento mostrándose como los mejores tratamientos por acumulación de gas.

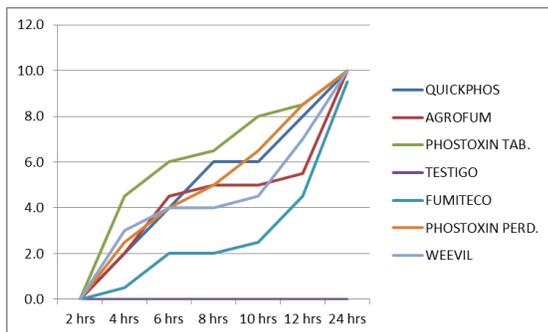


Figura 3 Podemos observar que tanto PHOSTOXIN TABLETAS como WEEVIL iniciaron su descomposición de forma muy rápida sin embargo a las 6 Hrs ya se encontraban en el mismo nivel con QUICKPHOS, AGROFUM y PHOSTOXIN PERDIGON y prácticamente a las 8 horas ya todos se encontraban nivelados a excepción de FUMITECO.

Etapa Culiacan

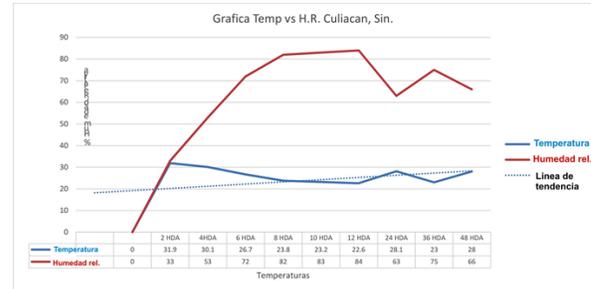


Figura 4 Al igual que en la gráfica de temperaturas y humedades de la ciudad de Guadalajara se puede observar que cada que disminuía la temperatura se incrementaba la humedad relativa y a la inversa. Esto nos da como resultado que si existe una constante entre estos dos factores y que por lo tanto la lógica es de que los datos deben funcionar muy parecido a lo ocurrido en Guadalajara.

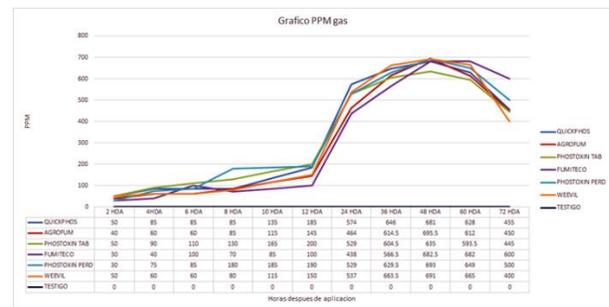


Figura 5 Este cuadro nos representa la media de los diferentes tratamientos ya tomando en consideración las dos repeticiones. Podemos observar en lo datos de 48 Hrs., o sea 12 horas antes de las pruebas de Guadalajara y que todos los tratamientos mostraron un incremento constante desde su inicio hasta este momento mostrándose como los mejores tratamientos por acumulación de gas.

Etapa Mexico D.F.

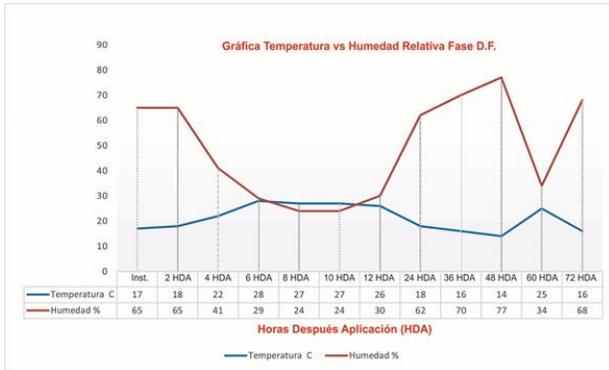


Figura 6 Al igual que en la gráfica de temperaturas y humedades de la ciudad de Guadalajara se puede observar que cada que disminuía la temperatura se incrementaba la humedad relativa y a la inversa. Esto nos da como resultado que si existe una constante entre estos dos factores y que por lo tanto la lógica es de que los datos deben funcionar muy parecido a lo ocurrido en Guadalajara y Culiacán.

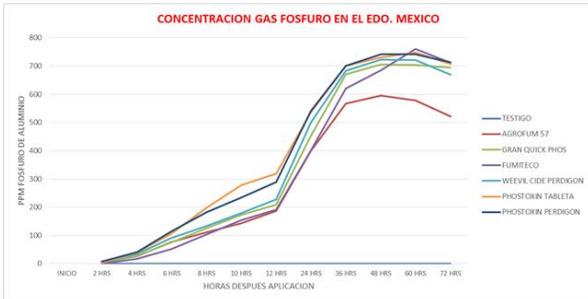


Figura 7 Este cuadro nos representa la media de los diferentes tratamientos ya tomando en consideración las dos repeticiones. Podemos observar en lo datos de 60 Hrs. o sea el mismo tiempo que en Guadalajara y que todos los tratamientos mostraron un incremento constante desde su inicio hasta este momento mostrándose como los mejores tratamientos por acumulación de gas.

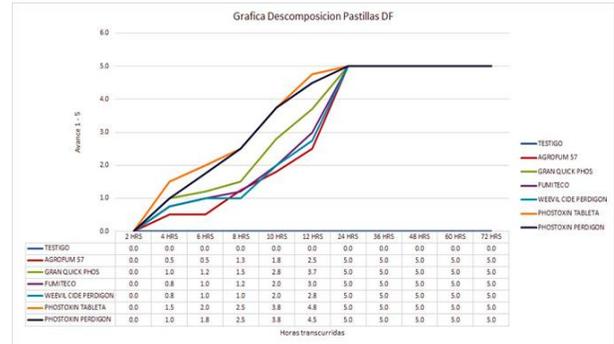


Figura 8 En el caso de la descomposición de la tableta o perdigones se tomó un conteo cualitativo visual en cuanto a avance siendo la escala de 0 a 10, tomando al número 10 como el número máximo y considerando que en un lapso de 24 horas debería de haberse logrado la descomposición a 10 lo que equivaldría al 100 %. Los resultados fueron los anteriores.

**Diseño Experimental:** Para el análisis del experimento se utilizó el programa ARM (Agriculture Research Manager) Vers. 6.0. El diseño experimental utilizado fue un Bloques completos al azar con 7 tratamiento y dos repeticiones en tres parcelas experimentales o localidades.

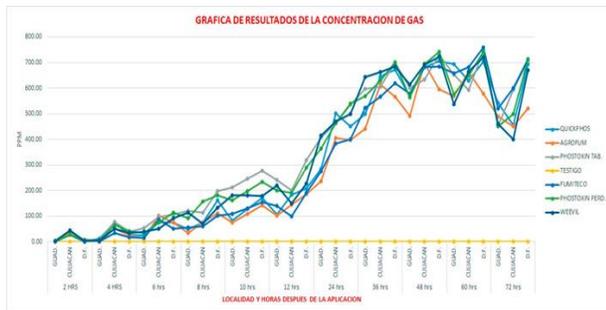
**Variables determinadas:** En lo referente al rubro de mortandad todos los productos mostraron un buen ejercicio al respecto siendo a las 72 horas una totalidad del 100 % a excepción de casos en particular, el testigo que muestra mortandades bajas de 3.30, 15.81 y 17.9% lo cual es explicable debido a que los de mayor mortandad son Guadalajara y DF y esto es atribuible a las bajas temperaturas en comparativa con Culiacán que solo presenta un 3.30 % de mortandad. Sin embargo un caso curioso es el producto WEEVIL que a las 72 horas aun presento insectos vivos al solo lograr el 99.55 % de mortandad en Culiacán y un 99.65 % en el DF, lo cual aun cuando es un numero excepcionalmente aceptable no es el 100 % como nos dio en los otros productos, lo que infiere que bajo ciertas condiciones este producto podría fallar.

**Resultados**

TRATAMIENTO	% muer gdl	% muer cul	% muer DF
QUICKPHOS	100.0	100.00	100.00
AGROFUM	100.0	100.00	100.00
PHOSTOXIN TAB.	100.0	100.00	100.00
TESTIGO	17.9	3.30	15.81
FUMITECO	100.0	100.00	100.00
PHOSTOXIN PERD.	100.0	100.00	100.00
WEEVIL	100.0	99.55	99.65

**Tabla 1**

Lo primero que podemos observar es que durante las primeras horas de transcurso de las pruebas, no existe realmente una diferencia en cuanto a la emanación del gas. Se empieza a notar que la diferenciación en cada uno de los productos inicia a las 36 Hrs después de arrancada la prueba. Aunque en la fase de Culiacán este proceso se observó a las 24 hrs., lo que implica que a mayores temperaturas el proceso de descomposición del gas es más rápido, ya que en Culiacán a las dos horas ya se tenía liberación de gas comparado con las otras localidades donde las temperaturas eran menores.

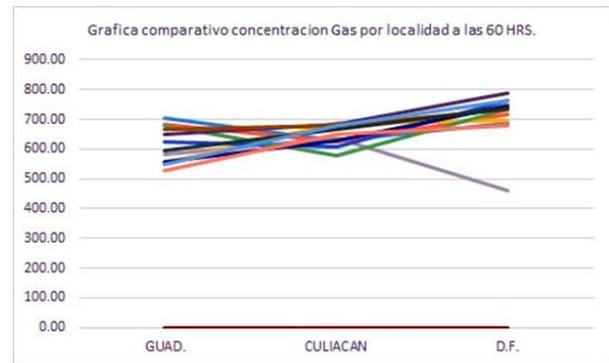


**Figura 9** El máximo valor de la concentración de gas se logró a las 60 horas después de la aplicación y fue en la localidad de mayor altitud sobre el nivel del mar en comparativo con los otros lugares. De ahí inicio el descenso de la concentración de este gas.

Los productos que mostraron un mejor comportamiento por orden de importancia fueron:

1. Phostoxin perdigón
2. Phostoxin Tableta
3. Weevil y
4. Quickphos

En todas las localidades el producto que estuve siempre en competencia con Phostoxin en ambas presentación fue Weevil aunque al final de la prueba en el periodo de 60 – 72 horas se desplomo en todas las localidades y como ya se mencionó anteriormente presento problemas en la mortandad al tener 99.55 y 99.65 % de mortandad.



**Figura 10** Grafica comparativa de concentración de gas por localidad a las 60 Hrs.

**Conclusiones**

1. Los productos phostoxin demostraron tener muy buena efectividad tanto en cuanto a la liberación del gas, la descomposición de la tableta y/o perdigón y la residualidad de la concentración del gas.
2. Demostró funcionar en un forma muy homogénea a cualquier altitud sobre el nivel del mar
3. Demostró ser estable a las diferentes condiciones climáticas (Temperaturas y Humedad relativa) a la que fueron sometidos.

- 4. Aun cuando Weevil demostró ser un producto muy competitivo contra Phostoxin al final se desplomo en cuanto a su estabilidad de la presencia de concentración de fosfina.
- 5. Quickphos será un producto al cual se le deberá estar prestando la debida atención ya que puede ser un producto que cause problemas a Phostoxin, sobre todo en lo que se refiere al tema del precio.



Figura 14 Cubos totalmente armados



Figura 11 Diversos productos utilizados en la prueba.



Figura 15 Toma de datos



Figura 12 Medidor de gas fosfina



Figura 16 Etapa de Mexico, D.F.

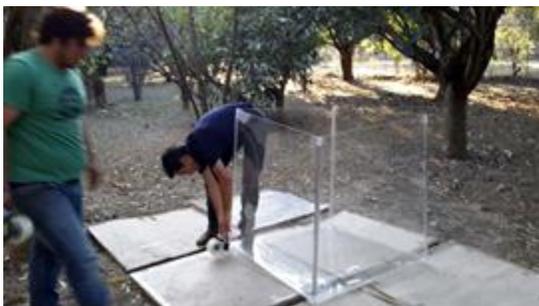


Figura 13 Armado del metodo del cubo



Figura 17 Trabajo de gabinete

**Referencias**

Fax. Fosforo de aluminio. Kilphos Mca.  
Registrada de Fax de Mexico 36 pag.

Universidad Nacional de Tucumán  
FACULTAD DE AGRONOMÍA Y  
ZOOTECNIA. Control de Plagas en Productos  
Almacenados.

## Determinación del potencial nutracéutico de frutos de *Ardisia compressa* K. colectados en Xicotepec de Juárez, Puebla

LÓPEZ-YERENA, Anallely\*†, GUERRA-RAMÍREZ, Diana, VÁZQUEZ-SÁNCHEZ, Alma Y. y GONZÁLEZ-LÓPEZ, Julio

Universidad Tecnológica de Xicotepec de Juárez. Av. Universidad Tecnológica No. 1000, Tierra Negra, 73080 Xicotepec de Juárez, Pue

Recibido Enero 5, 2017; Aceptado Marzo 2, 2017

### Resumen

*Ardisia compressa* K, es un arbusto que crece en las zonas tropicales de México. Es característico del municipio de Xicotepec de Juárez, en la Sierra Norte del estado de Puebla. El objetivo de este trabajo fue determinar el valor nutracéutico de frutos de *A. compressa* K. silvestres y con manejo agronómico. El contenido de fenoles totales (CFT) se determinó por el método de Folin-Ciocalteu; las antocianinas totales se determinaron por el método diferencial de pH. Mientras que la capacidad antioxidante fue evaluada por los ensayos ABTS y FRAP. Todos los métodos se adaptaron a microplacas. Los resultados muestran que los frutos de *A. compressa* K. correspondientes a las accesiones que no fueron fertilizadas (A1 y A2) presentaron el más alto contenido de fenoles totales y capacidad antioxidante. Además, el contenido de antocianinas en los frutos es superior al encontrado en frutos de arándano y zarzamora, los cuales en diversos reportes presentan un considerable contenido de antioxidantes. En conclusión los frutos de *A. compressa* K. son una fuente natural rica en principios bioactivos.

**Myricinaceae, fenoles totales, antocianinas, alimentos funcionales**

### Abstract

*Ardisia compressa* K. is a shrub growing in tropical regions of Mexico, which represent a characteristic crop of Xicotepec de Juárez, in the north zone of the state of Puebla. The main of this article is to determine the nutraceutical value of *A. compressa* K. wild fruits as well agronomic managed fruits collected in Xicotepec de Juárez, Puebla. To determine the content of total phenols (CFT), the Folin-Ciocalteu method was used; the anthocyanins determination was carried out by difference of pH. While the antioxidant activity was determined by the ABTS and FRAP assays. All methods were adapted to microplates. The results show that *A. compressa* K. fruits corresponding to the accessions that were not fertilized (A1 and A2) presented the highest content of total phenols and antioxidant capacity. Also, the anthocyanins determined in fruits were superior to those found in cranberry and blackberry fruits, which, in different reports showed a high antioxidant contend. In conclusion, *A. compressa* K. fruits are a natural source of bioactive principles.

**Myricinaceae total phenols, anthocyanins, functional foods**

**Citación:** LÓPEZ-YERENA, Anallely, GUERRA-RAMÍREZ, Diana, VÁZQUEZ-SÁNCHEZ, Alma Y. y GONZÁLEZ-LÓPEZ, Julio. Determinación del potencial nutracéutico de frutos de *Ardisia compressa* K. colectados en Xicotepec de Juárez, Puebla. Revista de Sistemas Experimentales 2017, 4-10: 49-56

\*Correspondencia al Autor (Correo electrónico: almay54@hotmail.com)

†Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

El reino vegetal representa una fuente de antioxidantes naturales entre los que destacan los compuestos fenólicos, los cuales presentan propiedades antioxidantes (Sarikurkcu *et al.*, 2009). Los radicales libres, como las especies reactivas de oxígeno (iones superóxido, hidroxilo y el peróxido de hidrógeno) son moléculas altamente reactivas que se generan de manera normal durante el metabolismo celular (Saeed, Khan y Shabbir, 2012). Particularmente, un exceso de radicales libres ocasiona daños celulares al unirse covalentemente a ciertas proteínas, lípidos, enzimas y al ADN participando en el desarrollo de diversos desórdenes como el cáncer y enfermedades neurodegenerativas (Halliwell, 2006; Halliwell, 2007). Por lo tanto, los antioxidantes, obtenidos de fuentes naturales, han cobrado gran interés al contrarrestar los efectos producidos por los radicales libres (Gulcin, 2012).

## Justificación

México es un país rico en biodiversidad. Entre sus recursos vegetales se encuentran muchas especies comestibles silvestres cuyas propiedades nutricionales y nutraceuticas no han sido estudiadas. Por lo anterior, es muy importante explorar estos recursos naturales para conocer los beneficios de su consumo y fomentar su propagación.

## Problema

*Ardisia compressa* K. es un arbusto que crece en regiones tropicales y subtropicales del país que produce pequeños frutos de color morado intenso con sabor agridulce (Joaquín-Cruz *et al.*, 2017). Es un arbusto característico del municipio de Xicotepec de Juárez, en la Sierra Norte del estado de Puebla, donde crece de manera silvestre y recibe el nombre común de acachul.

De acuerdo con Bhardwaj *et al.*, (2007) las especies vegetales silvestres son tolerantes tanto al estrés biótico como abiótico y tienen un valor nutricional superior a las especies cultivadas. A pesar de estas ventajas, dichas plantas permanecen sub-utilizadas y sin ser domesticadas (Ginvetti y Ogle, 2000). Particularmente, los frutos de acachul en Xicotepec, son usados solamente para preparar licores, paletas, atoles y mermeladas. Por lo tanto, el objetivo de esta investigación fue determinar las cualidades nutraceuticas de los frutos de acachul colectados en el municipio de Xicotepec de Juárez, Puebla con la finalidad de explorar nuevas alternativas de alimentos funcionales.

## Hipótesis

Los frutos de *A. compressa* K. colectados en el municipio de Xicotepec de Juárez, Puebla tendrán una alta capacidad antioxidante relacionada con su alto contenido fenólico.

## Objetivos

### Objetivo General

El objetivo de esta investigación fue evaluar las propiedades nutraceuticas de los frutos de acachul, silvestres y con manejo agronómico, mediante la cuantificación de fenoles y antocianinas totales, así como de su capacidad antioxidante.

### Objetivos específicos

- Determinar el contenido de fenoles y antocianinas totales en frutos de acachul provenientes de arbustos silvestres y fertilizados
- Correlacionar el contenido fenólico de los frutos de acachul con su capacidad antioxidante.

## Marco Teórico

El género *Ardisia* consta de aproximadamente 500 especies, de las cuales han sido aislados diversos metabolitos de interés alimenticio y farmacológico. Particularmente, *A. compressa* K., ha demostrado ejercer diferentes actividades biológicas (Kobayashi y De Mejía, 2005). Alonso-González *et al.* (2014), demostraron que los extractos acuosos de las hojas de sus hojas poseen actividad hipoglucemiante, además de presentar actividad antioxidante en el hígado, riñón y páncreas de ratas con diabetes tipo 2. Además, contiene compuestos bioactivos con potencial anticancerígeno. Por ejemplo, la administración de una infusión de las hojas ejerció una acción preventiva contra la citotoxicidad y genotoxicidad inducida por benomil en cultivos celulares de hepatocitos de ratas (Ramírez-Mares *et al.*, 1999). Asimismo, se observó que en ratas Wistar expuestas intraperitonealmente a dietilnitrosamina y acetilaminofluoreno, la administración de una infusión de las hojas previno la formación de tumores hepáticos (González De Mejía *et al.*, 2004). También se ha demostrado que los extractos acuosos de las hojas ejercen un efecto citotóxico en líneas celulares de diferentes tipos de cáncer, como el colorrectal en células HT-29 y Caco-2 (González De Mejía *et al.*, 2006) y en el carcinoma hepatocelular en células HepG2 (Newell *et al.*, 2010).

Por otro lado, la ardisina aislada de *A. compressa* K. posee actividad antioxidante y antitumoral en modelos animales (González De Mejía *et al.*, 2002). La preincubación de ardisina con hepatocitos de rata, usado como control epigalocatequina, presentó propiedades antioxidantes que se manifestaron por el incremento de glutatión combinado, la reducción de la actividad enzimática de la glutatión peroxidasa y la formación de malondialdehído (Ramírez-Mares y González De Mejía, 2003).

Adicionalmente, la ardisina también ha mostrado una potente inhibición de la actividad catalítica de las topoisomerasas I y II (Ramírez-Mares *et al.*, 2004).

## Metodología de Investigación

### Tipo de Investigación

Se utilizó un diseño completamente al azar, con 4 replicas experimentales y 3 repeticiones.

### Materiales y Métodos

#### Material Vegetal

Los frutos maduros de acachul fueron colectados al azar, durante el mes de abril de 2017, en el municipio de Xicotepec de Juárez, Puebla. La accesión (A1) fue colectada en la zona centro de la ciudad de Xicotepec (843 msnm), los arbustos se encontraban sin manejo cultural. Otras dos accesiones fueron colectadas en la localidad de Mecatlán (750 msnm) (A2 y A3); las plantas de A2 estaban bajo condiciones de abono inorgánico (dosis 18-12-06).

#### Acondicionamiento de la muestra

Los frutos de acachul fueron trasladados al laboratorio de Productos Naturales de la Universidad Autónoma Chapingo para su análisis. Después se ultracongelaron a -80 °C durante 24 h. Posteriormente, fueron liofilizados (-49 °C, 0.016 mBar por 48 h). La pulpa y cáscara fueron molidas en un nutrebulet hasta obtener un polvo, el cual se conservó en ausencia de luz y humedad hasta su análisis.

#### Obtención de extractos polares

La muestra de los frutos molidos (0.1 g) fue suspendida en 10 mL de una mezcla de metanol/agua (4:1 v/v), el pH se ajustó a 3.0 con ácido clorhídrico (HCl) al 10 %.

La extracción se llevó a cabo por agitación en vortéx (5 min, a 3000 rpm, Vortéx synergy, WVR International), sonicación (15 min) (Ultrasonic Cleaner 8890, Cole Parmer), incubación (30 min, 30 °C) (Orbital Prendo INO-650 M). Finalmente la mezcla fue centrifugada (1277 g, 15 min) (SOLBAT J-600, México) y los sobrenadantes fueron recuperados y aforados a 10 mL con el disolvente empleado para la extracción, conservándose en frascos ámbar y refrigerados (4 °C) para el análisis posterior de fenoles totales y capacidad antioxidante (Wang *et al.*, 2010). Cada muestra se procesó por triplicado.

### Cuantificación de fenoles totales

El contenido de fenoles totales (CFT) fue determinado por el método de Folin-Ciocalteu (Singleton y Rossi, 1965) adaptado a microplacas. En cada pozo de una microplaca se mezclaron: una alícuota de la muestra a analizar (25 µL), agua destilada (125 µL), el reactivo de Folin-Ciocalteu diluido 1:10 con agua destilada (20 µL) y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> al 20 % (30 µL). La mezcla fue agitada y se dejó reposar durante 30 min en ausencia de luz, se leyó a 765 nm en un lector de microplacas multidetector con inyectores Synergy® HT, equipado con el software Gen5 de análisis de datos (Biotek Instruments Inc., Winoosky, VT, USA). La curva de calibración del ácido gálico se preparó en un rango de concentración de 0.001 a 0.01 mg mL<sup>-1</sup>. La ecuación obtenida de la curva fue utilizada para determinar el CFT en las muestras de acachul. Los resultados fueron expresados como miligramos equivalentes de ácido gálico por gramo de muestra en base seca (mg EAG g<sub>bs</sub><sup>-1</sup>).

### Determinación de antocianinas

Se prepararon dos muestras de 0.1 g cada una (por triplicado), de los frutos liofilizados y molidos.

La primera muestra se disolvió en 5 mL de una disolución buffer pH 1; la segunda muestra se disolvió en 5 mL de una disolución buffer pH 4.5 (Lee *et al.*, 2005). Ambas muestras se agitaron en vortéx (15 min) y fueron centrifugadas (15 min, 2500 rpm). Se tomó una alícuota de 100 µL del sobrenadante y se colocó en un pozo de la microplaca, posteriormente se midió la adsorbancia a 510 y 750 nm en un lector de microplacas. La concentración de pigmentos de antocianinas, se expresó como miligramos equivalentes de cianidina 3-glucósido por gramo de muestra en base seca (mgEc-3-G g<sub>bs</sub><sup>-1</sup>), fue calculada como sigue:

Pigmento de antocianina (Equivalentes

$$\begin{aligned} &\text{de cianindina 3 – glucosido, mg } L^{-1} \\ &= (A * PM * FD * 103)(\epsilon \\ &\quad * 0.38) \end{aligned}$$

Dónde:

- $A = (A_{520 \text{ nm}} - A_{700 \text{ nm}}) \text{ pH } 1.0 - (A_{520 \text{ nm}} - A_{700 \text{ nm}}) \text{ pH } 4.5$
- $PM = 449.2 \text{ g mol}^{-1}$  de cianidina 3-glucósido
- $FD =$  Factor de dilución establecido.
- $\epsilon =$  Coeficiente de extinción molar de cianidina 3-glucosido ( $26\,900 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ).
- $10^3 =$  factor de conversión de g a mg
- $0.38 \text{ cm} =$  longitud de trayectoria, factor de corrección por uso de microplacas.

## Determinación de la capacidad antioxidante

### Ensayo ABTS

El ensayo ABTS descrito por Re *et al.* (1999) adaptado a microplacas fue utilizado para medir la capacidad antioxidante en extractos de frutos de acachul. La disolución ABTS<sup>•+</sup> se generó por la reacción de ABTS (7.4 mM) y persulfato de sodio (2.6 mM). Esta disolución se dejó reposar durante 16 h y finalmente fue diluida para obtener una absorbancia entre 0.7 y 1.2, para lo cual se tomaron 600  $\mu\text{L}$  y se aforaron a 10 mL con metanol. Posteriormente, en los pozos de la microplaca se mezclaron 20  $\mu\text{L}$  de muestra o curva patrón y 180  $\mu\text{L}$  de la disolución ABTS<sup>•+</sup>. Como blanco se emplearon 200  $\mu\text{L}$  de la disolución ABTS<sup>•+</sup>. La microplaca se agitó y la mezcla de reacción se dejó reposar durante 10 min protegida de la luz, finalmente la absorbancia fue medida a 734 nm en el lector de microplacas. Las mediciones se hicieron por cuadruplicado. Los resultados se expresaron como micromoles equivalentes de Trolox por gramo de muestra en base seca ( $\mu\text{mol ET g}_{\text{bs}}^{-1}$ ). La ecuación obtenida de la curva de calibración de Trolox fue utilizada para determinar la capacidad antioxidante de las muestras. El intervalo de la curva de calibración de Trolox fue de 4.99 a 59.93  $\mu\text{M}$ .

### Ensayo FRAP

El ensayo FRAP descrito por Benzie y Strain (1996) adaptado a microplacas de 96 pozos, fue utilizado para medir el poder reductor de los extractos de frutos de acachul. Se prepararon las siguientes disoluciones: buffer pH 3.6 (4.624 g de  $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  y 18.2 mL  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ), TPTZ (2, 4, 6 Tripiridil-s-triazina) 10 mM en HCl 40 mM y disolución  $\text{FeCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  20 mM. La disolución FRAP fue preparada al momento de su uso mezclando en proporción 10:1:1 la solución buffer, solución TPTZ y  $\text{FeCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .

En una microplaca se colocaron 20  $\mu\text{L}$  de extracto o de la curva de Trolox, 180  $\mu\text{L}$  de la disolución FRAP y 60  $\mu\text{L}$  de agua destilada, como blanco fueron inyectados 200  $\mu\text{L}$  de la disolución FRAP y 60  $\mu\text{L}$  de agua destilada. Después de 30 s se midió la absorbancia a 600 nm en el lector de microplacas. Las mediciones se realizaron por cuadruplicado. Los resultados se expresaron como micromoles equivalentes de Trolox por gramo de muestra en base seca ( $\mu\text{mol ET g}_{\text{bs}}^{-1}$ ). La ecuación obtenida de la curva de calibración de Trolox fue utilizada para determinar la capacidad antioxidante de las muestras. El intervalo de la curva de calibración de Trolox fue de 3.84 a 46.10  $\mu\text{M}$ .

### Análisis estadístico

Los datos se procesaron mediante un análisis de varianza y comparación de medias de tratamientos (Tukey, 0.05) mediante el paquete estadístico SAS (versión 9.4).

## Resultados

### Cuantificación de Fenoles Totales

Como se observa en Cuadro 1, los frutos de las accesiones A1 y A3, cuyos arbustos no tuvieron manejo agronómico, presentaron el mayor contenido de fenoles totales ( $p \leq 0.05$ ). En un estudio previo de frutos de *A. compressa* K., colectados en San Andrés Tuxtla, Veracruz (Joaquín-Cruz *et al.*, 2015), se encontró un mayor CFT (8025.2 mg EAG 100  $\text{g}_{\text{bs}}^{-1}$ ). Sin embargo las accesiones de acachul presentaron mayor CFT que los frutos de arándano, zarzamora y fresa ( $9.44 \pm 0.22$ ,  $5.58 \pm 0.18$  y  $2.72 \pm 0.18$  mg EAG  $\text{g}_{\text{bs}}^{-1}$ , respectivamente). Por lo tanto, los frutos de acachul presentan mejor potencial nutracéutico que los berries (arándano, mora y fresa) (Ding *et al.*, 2006; Tulipani *et al.*, 2008).

Accesión	Fenoles Totales (mg EAG g <sup>-1</sup> )	Antocianinas (mg cyd g <sup>-1</sup> )	ABTS (μmol ET g <sup>-1</sup> )	FRAP (μmol ET g <sup>-1</sup> )
A1	63.21 a ± 8.6	29.0 a ± 1.47	626.31 a ± 10.6	407.73 a ± 13.5
A2	56.69 b ± 5.7	26.64 a ± 0.69	512.73 b ± 23.2	293.63 c ± 13.4
A3	62.85 a ± 7.5	27.92 a ± 2.05	615.13 a ± 8.1	340.64 b ± 18.7

**Tabla 1** Fenoles totales, antocianinas y capacidad antioxidante de frutos de *A. compressa* K. de Xicotepec, Puebla

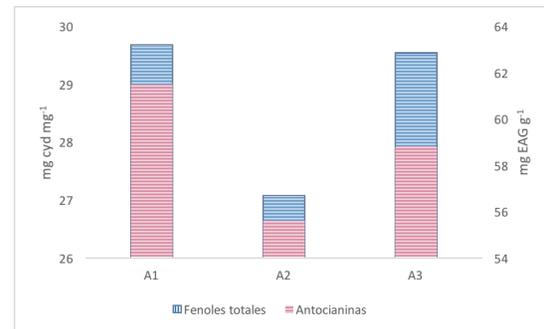
### Determinación de antocianinas totales

Los frutos de las accesiones analizadas no presentaron diferencias significativas en el contenido de antocianinas ( $p \leq 0.05$ ), ver Cuadro 1, además se determinó que las antocianinas representan entre el 15 y 18 % de los fenoles totales (Fig. 1). El contenido de antocianinas totales en frutos de acachul es similar a encontrado en zarzamora, grosella negra y arándano ( $2669.7 \pm 190.7$ ,  $2071.1 \pm 94.9$  y  $2108.1 \pm 177.7$  mg EVC  $100 \text{ g}_{\text{bs}}^{-1}$ , respectivamente) (Lee, *et al*, 2015). Todas las accesiones de acachul presentaron mayor contenido de antocianinas totales en comparación con arándano, zarzamora y fresa ( $24.38 \pm 0.75$ ,  $3.99 \pm 0.08$  y  $1.16 \pm 0.12$  mg EC  $\text{g}_{\text{bs}}^{-1}$ , respectivamente).

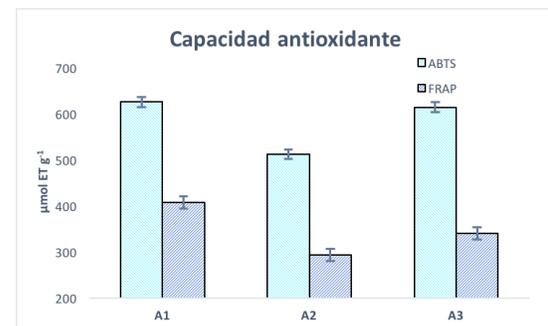
### Capacidad antioxidante

Los resultados obtenidos por el ensayo ABTS indican que los frutos con mayor capacidad antioxidante corresponden a las accesiones A1 y A3, lo cual coincide con su mayor contenido fenólico (Cuadro 1). En el ensayo FRAP se obtuvieron diferencias significativas entre las accesiones analizadas, donde la A1 presentó mayor CA y los frutos A3 la menor. Con los dos métodos empleados para la determinación de la actividad antioxidante de las frutas se mostraron valores altos, lo cual podría estar relacionado con el alto contenido fenólico y de antocianinas (Fig. 2).

Todas las accesiones de acachul analizadas presentaron mayor capacidad antioxidante que arándano, zarzamora y fresa ( $14.98 \pm 0.49$ ,  $11.48 \pm 1.32$  y  $4.44 \pm 0.45$  mmol ET  $100 \text{ g}_{\text{bs}}^{-1}$ , respectivamente) analizadas por el ensayo ABTS (Huang *et al.*, 2012).



**Figura 1** Contenido de fenoles totales y antocianinas en frutos de *A. compressa* K..



**Figura 2** Capacidad antioxidante en frutos de *A. compressa* K. por los ensayos ABTS y FRAP

### Conclusiones

*A. compressa* K. tiene un alto valor nutracéutico ya que sus frutos son una fuente rica de principios bioactivos como las antocianinas y fenoles, por lo que podría ser aprovechado como un ingrediente para obtener alimentos funcionales.

### Agradecimiento

Al Dpto. de Preparatoria Agrícola de la Universidad Autónoma Chapingo, en especial al Dr. Benito Reyes Trejo, responsable del laboratorio de Productos Naturales por la facilidades otorgadas; a la UT de Xicotepec de Juárez, especialmente al M. en A., Leonardo I. Pérez Escamilla, por el tiempo brindado para la realización de este proyecto.

### Referencias

- Benzie, I. F. & Strain, J. J. (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay. *Anal Biochem*, 239(1), 70-76. doi: 10.1006/abio.1996.0292
- Ding, M., Feng, R., Wang, S.Y., Bowman, L., Lu, Y., Qian, Y., Castranova, V., Jiang, B.H. & Shi X., (2006). Cyanidin-3-glucoside, a natural product derived from blackberry, exhibits chemopreventive and chemotherapeutic activity. *J. Biol. Chem.*, 281(25):17359-17368. doi:10.1074/jbc.M600861200.
- González De Mejía, E., Ramírez-Mares M.V. & Nair M.G. (2002). Topoisomerase I and II enzyme inhibitory aqueous extract of *A. compressa* K. and ardisin protect against benomyl oxidation of hepatocytes. *J. Agric. Food Chem.*, 50: 7714-7719.
- González De Mejía, E., Ramírez-Mares M.V., Arce-Popoca E., Wallig M. & Villa-Trevino S., (2004). Inhibition of liver carcinogenesis in Wistar rats by consumption of an aqueous extract from leaves of *A. compressa* K.. *Food Chem. Toxicol.* 42: 509- 516.
- González De Mejía, E., S. Chandra, M.V. Ramírez-Mares & Wang W., (2006). Catalytic inhibition of human DNA topoisomerase by phenolic compounds in *A. compressa* K. extracts and their effect on human colon cancer cells. *Food Chem. Toxicol.* 44: 1191-1203.
- Gulcin I. (2012). Antioxidant activity of food constituents: an overview, *Arch. Toxicol.* 86 345–391.
- Halliwell B. (2007). Oxidative stress and cancer: have we moved forward? *Biochem. J.* 401 1–11.
- Halliwell B. (2006). Oxidative stress and neurodegeneration: where are we now? *J. Neurochem.* 97 1634–1658.
- Huang, W. Y., Zhang, H. C., Liu, W. X., & Li, C. Y. (2012). Survey of antioxidant capacity and phenolic composition of blueberry, blackberry, and strawberry in Nanjing. *Journal of Zhejiang University-Science B*, 13(2), 94-102. doi:10.1631/jzus.B1100137
- Ibarra-Manríquez, G. & Tenorio-Cornejo, G. (2010). Diversidad de frutos de los árboles del bosque tropical perennifolio de México. *Acta Botánica Mexicana*, 90, 51–104.
- Kobayashi, H. & De Mejia E., (2005). The genus *Ardisia*: A novel source of health-promoting compounds and phytopharmaceuticals. *J. Ethnopharmacol.*, 96: 347- 354.
- Lee, S. G., Vance, T. M., Nam, T. G., Kim, D. O., Koo, S. I., & Chun, O. K. (2015). Contribution of Anthocyanin Composition to Total Antioxidant Capacity of Berries. *Plant Foods Hum Nutr*, 70(4), 427-432. doi: 10.1007/s11130-015-0514-5
- Naczek, M., & Shahidi, F. (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A*, 1054(1), 95-111.
- Newell, A.M.B., Yousef, G. G., Lila, M.A., Ramírez-Mares M.A. & González de Mejia E. (2010). Comparative in vitro bioactivities of tea extracts from six species of *Ardisia* and their effect on growth inhibition of HepG2 cells. *Journal of Ethnopharmacology* 130. 536–544

Ramírez-Mares, M.V. & De Mejía E.G, (2003). Comparative study of the antioxidant effect of ardisin and epigallocatechin gallate in rat hepatocytes exposed to benomyl and 1-nitropyrene. *Food Chem. Toxicol.*, 41: 1527-1535.

Ramirez-Mares, M.V., Chandra S. & De Mejía, E.G. (2004). In vitro chemopreventive activity of *Camellia sinensis*, *Ilex paraguariensis* and *A. compressa* K. tea extracts and selected polyphenols. *Mutat. Res.*, 554: 53-65.

Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., & Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic Biol Med*, 26(9-10), 1231-1237.

Saeed, N., Khan, M.R. & Shabbir, M. (2012). Antioxidant activity, total phenolic and total flavonoid contents of whole plant extracts *Torilis leptophylla* L., BMC Complement. Altern. Med. 12) 221.

Sarikurkcü, C., Arisoy, K., Tepe, B., Cakir, A., Abali, G. & Mete, E. (2009). Studies on the antioxidant activity of essential oil and different solvent extracts of *Vitex agnus castus* L. Fruits from Turkey. *Food and Chemical Toxicology* 47 (10), 2479–2483.

Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.

Tulipani, S., Mezzetti, B., Capocasa, F., Bompadre, S., Beekwilder, J., de Vos, C.H.R., Capanoglu, E., Bovy, A. & Battino, M., (2008). Antioxidants, phenolic compounds, and nutritional quality of different strawberry genotypes. *J. Agric. Food Chem.*, 56(3):696-704. doi:10.1021/jf0719959.

Wang, W., Bostic, T. R., & Gu, L. (2010). Antioxidant capacities, procyanidins and pigments in avocados of different strains and cultivars. *Food Chemistry*, 122(4), 1193-1198. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.03.114>

---

## Instrucciones para Autores

---

### [Titulo en Times New Roman y Negritas No.14]

Apellidos en Mayusculas -1er Nombre de Autor †, Apellidos en Mayusculas -2do Nombre de Autor  
*Correo institucional en Times New Roman No.10 y Cursiva*

(Indicar Fecha de Envio:Mes,Dia, Año); Aceptado(Indicar Fecha de Aceptación: Uso Exclusivo de ECORFAN)

---

#### Resumen

Titulo

Objetivos, metodología

Contribución

(150-200 palabras)

#### Abstract

Title

Objectives, methodology

Contribution

(150-200 words)

**Indicar (3-5) palabras clave en Times New Roman y Negritas No.11**

#### Keyword

---

**Cita:** Apellidos en Mayúsculas -1er Nombre de Autor †, Apellidos en Mayusculas -2do Nombre de Autor. Titulo del Paper. Título de la Revista. 2015, 1-1: 1-11 – [Todo en Times New Roman No.10]

---

---

† Investigador contribuyendo como primer autor.

# Instrucciones para Autores

## Introducción

Texto redactado en Times New Roman No.12, espacio sencillo.

Explicación del tema en general y explicar porque es importante.

¿Cuál es su valor agregado respecto de las demás técnicas?

Enfocar claramente cada una de sus características

Explicar con claridad el problema a solucionar y la hipótesis central.

Explicación de las secciones del artículo

## Desarrollo de Secciones y Apartados del Artículo con numeración subsecuente

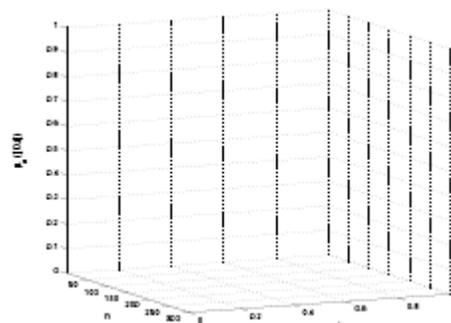
[Título en Times New Roman No.12, espacio sencillo y Negrita]

Desarrollo de Artículos en Times New Roman No.12, espacio sencillo.

## Inclusión de Gráficos, Figuras y Tablas-Editables

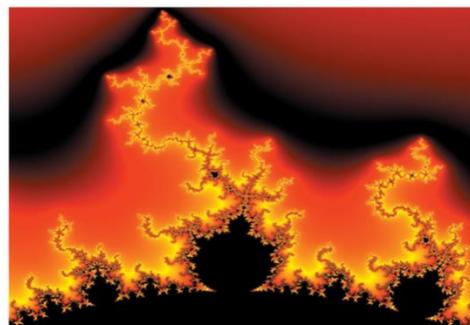
En el *contenido del artículo* todo gráfico, tabla y figura debe ser editable en formatos que permitan modificar tamaño, tipo y número de letra, a efectos de edición, estas deberán estar en alta calidad, no pixeladas y deben ser notables aun reduciendo la imagen a escala.

[Indicando el título en la parte inferior con Times New Roman No.10 y Negrita]



**Gráfico 1** Titulo y Fuente (en cursiva).

No deberán ser imágenes- todo debe ser editable.



**Figura 1** Titulo y Fuente (en cursiva).

No deberán ser imágenes- todo debe ser editable.


**Tabla 1** Titulo y Fuente (en cursiva).

No deberán ser imágenes- todo debe ser editable.

Cada artículo deberá presentar de manera separada en **3 Carpetas**: a) Figuras, b) Gráficos y c) Tablas en formato .JPG, indicando el número en Negrita y el Titulo secuencial.

## Instrucciones para Autores

---

**Para el uso de Ecuaciones, señalar de la siguiente forma:**

$$Y_{ij} = \alpha + \sum_{h=1}^r \beta_h X_{hij} + u_j + e_{ij} \quad (1)$$

Deberán ser editables y con numeración alineada en el extremo derecho.

### Metodología a desarrollar

Dar el significado de las variables en redacción lineal y es importante la comparación de los criterios usados

### Resultados

Los resultados deberán ser por sección del artículo.

### Anexos

Tablas y fuentes adecuadas.

### Agradecimiento

Indicar si fueron financiados por alguna Institución, Universidad o Empresa.

### Conclusiones

Explicar con claridad los resultados obtenidos y las posibilidades de mejora.

### Referencias

Utilizar sistema APA. **No** deben estar numerados, tampoco con viñetas, sin embargo en caso necesario de numerar será porque se hace referencia o mención en alguna parte del artículo.

### Ficha Técnica

Cada artículo deberá presentar un documento Word (.docx):

Nombre de la Revista

Título del Artículo

Abstract

Keywords

Secciones del Artículo, por ejemplo:

1. *Introducción*
2. *Descripción del método*
3. *Análisis a partir de la regresión por curva de demanda*
4. *Resultados*
5. *Agradecimiento*
6. *Conclusiones*
7. *Referencias*

Nombre de Autor (es)

Correo Electrónico de Correspondencia al Autor

Referencia

**Formato de Originalidad**



Sucre, Chuquisaca \_\_\_\_ de \_\_\_\_ del 20 \_\_\_\_

Entiendo y acepto que los resultados de la dictaminación son inapelables por lo que deberán firmar los autores antes de iniciar el proceso de revisión por pares con la reivindicación de ORIGINALIDAD de la siguiente Obra.

Artículo (Article):

---

Firma (Signature):

---

Nombre (Name)

**Formato de Autorización**



Sucre, Chuquisaca \_\_\_\_ de \_\_\_\_ del 20 \_\_\_\_

Entiendo y acepto que los resultados de la dictaminación son inapelables. En caso de ser aceptado para su publicación, autorizo a ECORFAN-Bolivia a difundir mi trabajo en las redes electrónicas, reimpresiones, colecciones de artículos, antologías y cualquier otro medio utilizado por él para alcanzar un mayor auditorio.

I understand and accept that the results of evaluation are inappealable. If my article is accepted for publication, I authorize ECORFAN-Bolivia to reproduce it in electronic data bases, reprints, anthologies or any other media in order to reach a wider audience.

Artículo (Article):

\_\_\_\_\_  
Firma (Signature)

\_\_\_\_\_  
Nombre (Name)

# Revista de Sistemas Experimentales

“Evaluación de la estabilidad del color en el teñido de lana y algodón con extracto de cebolla morada (*Allium cepa*)”

**ARROYO-FIGUEROA, Gabriela, ÁLVAREZ-CANELO, Jesús Guadalupe, MEDINA-SAAVEDRA, Tarsicio y DZUL-CAUIH, Jorge**  
*Universidad de Guanajuato*

“Efecto de la adición del promotor  $\text{La}_2\text{O}_3$  en las propiedades texturales y morfológicas del catalizador para isomerización”

**LUGO-DEL ÁNGEL, Fabiola Erika, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MONTOYA-DE LA FUENTE, José Ascensión y CRUZ-NETRO, Liz del Carmen**  
*Universidad Politécnica de Altamira.*

“Síntesis y caracterización de materiales catalíticos  $\text{ZrO}_2\text{-SO}_4$  y  $\text{ZrO}_2\text{-Na}$  para el proceso de transesterificación”

**CRUZ-NETRO, Liz del Carmen, SILVA-RODRIGO, Rebeca, MELO-BANDA, José Aarón, GARCIA-ALAMILLA, Ricardo, NAVARRETE-BOLAÑOS, Juan y LUGO-DEL ÁNGEL, Erika**  
*Instituto Tecnológico de Ciudad Madero*

“Estandarización de la producción de una bebida tradicional a base de maíz (Sende)”

**HERNÁNDEZ-DOMÍNGUEZ, María del Rosario, ROJO-BURGOS, Maricela, VENTURA-SECUNDINO, Monzerrat y SOLÓRZANO-BENÍTEZ, Alfredo**  
*Universidad Tecnológica del Sur del Estado de México*

“Evaluación del potencial de generación de estiércol como materia prima para la producción de biogás en la Zona Altamira, Tamaulipas”

**PÉREZ-BRAVO, Sheila Genoveva, BAUTISTA-VARGAS, María Esther, HERNÁNDEZ-SÁNCHEZ, Adán y ENRIQUEZ-PADILLA, Jonathan Uriel**  
*Universidad Politécnica de Altamira*

“Estudio comparativo de la liberación de gas de fosforo de aluminio bajo el método del cubo en tres diferentes altitudes sobre el nivel del mar”

**SANTILLAN-SANTANA, Jaime, DE LA PAZ-GUTIERREZ, Salvador A., SANTILLAN-SANTANA, José Jaime y LEPE-GARCÍA, José de Jesús**  
*Universidad de Guadalajara*

“Determinación del potencial nutraceutico de frutos de *Ardisia compressa* K. colectados en Xicotepec de Juárez, Puebla”

**LÓPEZ-YERENA, Anallely, GUERRA-RAMÍREZ, Diana, VÁZQUEZ-SÁNCHEZ, Alma Y. y GONZÁLEZ-LÓPEZ, Julio**  
*Universidad Tecnológica de Xicotepec de Juárez*

