

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



“Obtención del ácido eugenoxiácetico por síntesis orgánica a partir de eugenol”

TESIS

PRESENTADA POR:

Héctor Raúl Mamani Pinto

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

PUNO - PERÚ

2016

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA****ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“Obtención del ácido eugenoxiacético por síntesis orgánica a
partir de eugenol”**

TESIS PRESENTADA POR:

Héctor Raúl Mamani Pinto

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE: INGENIERO QUÍMICO

FECHA DE SUSTENTACIÓN: 23 DE AGOSTO DEL 2016

APROBADA POR EL JURADO REVISOR CONFORMADO POR:

PRESIDENTE

:


.....
M. Sc. Roger Huanqui Pérez

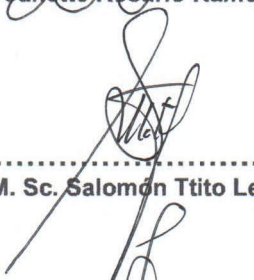
PRIMER MIEMBRO

:


.....
M. Sc. Janette Rosario Ramos Pineda

SEGUNDO MIEMBRO

:


.....
M. Sc. Salomón Ttito León

DIRECTOR DE TESIS

:


.....
M. Sc. German Quille Calizaya

AREA: PROCESOS INDUSTRIALES

TEMA: OBTENCION DE PROCESOS INDUSTRIALES

LINEA: TECNOLOGIA INDUSTRIAL

DEDICATORIA

A mis queridos padres Dámaso e Isabel por su cariño, y por su incondicional apoyo perfectamente mantenido a través del tiempo.



Donde hay voluntad, hay camino

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a todas las personas e instituciones que, en la forma de orientación, ayuda y estímulo fueron fundamentales para la realización de este trabajo. Especialmente a:

Mis padres, por el apoyo incondicional, la cual me ha permitido lograr mis objetivos tan anhelados. A mis hermanos por comprenderme y apoyarme en los momentos más difíciles.

A la Universidad Nacional del Altiplano y Facultad de Ingeniería Química por la formación profesional brindada



ÍNDICE GENERAL

PAG.

RESÚMEN
INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO I

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES, OBJETIVOS Y
JUSTIFICACION

1.1.	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	12
1.2.	ANTECEDENTES	14
1.3.	OBJETIVOS DEL ESTUDIO.....	19
1.3.1.	OBJETIVO GENERAL	19
1.3.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
1.4.	JUSTIFICACIÓN	19

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS

2.1.	PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL EUGENOL	21
2.2.	EUGENOL.....	21
2.3.	SÍNTESIS ORGÁNICA	22
2.4.	DISEÑO DE SÍNTESIS ORGÁNICA	24
2.5.	FENOLES QUE EXISTEN EN FORMA NATURAL	26
2.6.	SÍNTESIS DE LOS FENOLES	27
2.7.	OBTENCIÓN Y PURIFICACIÓN DE SUSTANCIAS ORGÁNICAS	28
2.8.	CLAVO DE OLOR	30
2.9.	ACEITES ESENCIALES.....	31
2.10.	ROTAVAPOR	36
2.11.	ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO	38
2.12.	SÍNTESIS DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO	39
2.13.	RENDIMIENTO TEÓRICO Y PORCENTAJE DE RENDIMIENTO	40
2.14.	MARCO CONCEPTUAL.....	41
2.15.	HIPÓTESIS	43
2.15.1.	HIPÓTESIS GENERAL.....	43
2.15.2.	HIPÓTESIS ESPECÍFICA.....	43

CAPÍTULO III**METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN**

3.1.	EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS.....	44
3.1.1.	EQUIPOS Y MATERIALES.....	44
3.1.2.	REACTIVOS.....	45
3.2.	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	45
3.2.1.	EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL (EUGENOL) DE CLAVO DE OLOR MEDIANTE DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR.....	45
3.2.2.	SÍNTESIS ORGÁNICA DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO.....	46
3.2.3.	PURIFICACIÓN POR CRISTALIZACIÓN DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO.....	47
3.3.	DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS.....	49
3.3.1.	DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN.....	49
3.3.2.	PRUEBAS DE SOLUBILIDAD DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO.....	49
3.3.3.	DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN.....	50
3.3.4.	DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD.....	50
3.4.	DISEÑO FACTORIAL CENTRADO ROTACIONAL.....	51
3.5.	VARIABLES Y OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES.....	53

CAPÍTULO IV**RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

4.1.	PRUEBAS EXPERIMENTALES DE OBTENCIÓN DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO.....	56
4.2.	CÁLCULO DE RENDIMIENTO DE REACCIÓN TEÓRICA.....	56
4.3.	RESULTADOS DE RENDIMIENTO DE REACCIÓN.....	62
4.4.	TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DEL DISEÑO FACTORIAL.....	65
4.5.	ANÁLISIS DE VARIANZA.....	66
4.6.	ESTIMACIÓN DE EFECTOS Y MODELO MATEMÁTICO.....	68
4.7.	OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA.....	69
4.8.	DIAGRAMA DE PARETO.....	70
4.9.	SUPERFICIE DE RESPUESTA ESTIMADA.....	72
4.10.	CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO.....	74
	CONCLUSIONES.....	78
	RECOMENDACIONES.....	79
	BIBLIOGRAFÍA.....	80
	ANEXOS.....	83

ÍNDICE DE CUADROS

	PÁG.
CUADRO 1: INSTRUMENTO DE RECOGIDA DE DATOS	51
CUADRO 2: OPERACIONALIZACION DE LAS VARIABLES	54
CUADRO 3: NIVELES MÁXIMOS Y MÍNIMOS	54
CUADRO 4: MATRIZ DE DISEÑO FRACCIONAL CENTRADO ROTACIONAL.....	55
CUADRO 5: REACTANTES Y PRODUCTO.....	62
CUADRO 6: CALCULO DE RENDIMIENTO DE REACCIÓN	63
CUADRO 7: RESULTADOS DE RENDIMIENTO EN DISEÑO EXPERIMENTAL.....	64
CUADRO 8: EFECTOS ESTIMADOS PARA RENDIMIENTO DE REACCIÓN	65
CUADRO 9: ANÁLISIS DE VARIANZA PARA RENDIMIENTO DE REACCIÓN.....	66
CUADRO 10: COEFICIENTES DE REGRESIÓN PARA RENDIMIENTO DE REACCIÓN	68
CUADRO 11: RESPUESTA DE OPTIMIZACIÓN	69
CUADRO 12: RESULTADOS ESTIMADOS PARA RENDIMIENTO DE REACCIÓN.....	73

ÍNDICE DE FIGURAS

	PÁG.
FIGURA 1: DIAGRAMA DE BLOQUE DE SÍNTESIS ORGÁNICA DEL ÁCIDO EUGENOXIACETICO	48
FIGURA 2: DISEÑO FACTORIAL - CENTRADO ROTACIONAL	52
FIGURA 3: DIAGRAMA DE PARETO ESTANDARIZADO.....	70
FIGURA 4: EFECTOS PRINCIPALES PARA RENDIMIENTO DE REACCIÓN	71
FIGURA 5: SUPERFICIE DE RESPUESTA.....	72
FIGURA 6: ESPECTRO INFRARROJO DE LA MUESTRA OBTENIDA	76

RESÚMEN

El presente trabajo de investigación titulado “obtención del ácido eugenoxiacético por síntesis orgánica a partir de eugenol”, tiene por objetivo evaluar el rendimiento de reacción, así como la determinación de pH, temperatura óptima y caracterización del producto obtenido. La síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético se realizó en el Laboratorio de control de calidad de la Facultad de Ingeniería Química. El mismo que fue obtenido a partir de reactivo eugenol, en el proceso se ha acondicionado baño maría con aceite y con agitación magnética; durante el proceso de la síntesis orgánica se controló la temperatura y el pH; las condiciones de operación que presentaron mejores resultados en la síntesis orgánica fueron: pH 10.4; temperatura de reacción 95°C. El rendimiento de reacción en la obtención del ácido eugenoxiacético fue de 85%. De acuerdo al diseño experimental centrado rotacional se han ejecutado 13 pruebas con 5 réplicas en el centro. Las propiedades físicas del producto son: Punto de fusión 72°C, índice de refracción 1.3634 y densidad 1.3031 g/cm³ y es insoluble en agua destilada, soluble en etanol y metanol. Se ha caracterizado el producto por espectroscopía infrarroja y presenta como grupo funcional principal el ácido carboxílico. Los materiales experimentales utilizados en la síntesis orgánica fueron: reactivo eugenol, ácido monocloroacético, hidróxido de sodio, carbonato de sodio, ácido clorhídrico, un agitador magnético, estufa, equipo de filtración. De acuerdo a los resultados obtenidos se considera que la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético es de mucha importancia y tiene usos en la elaboración de mermeladas y jugos de frutas por ser un antioxidante.

Palabras claves: ácido eugenoxiacético, eugenol, síntesis orgánica.

ABSTRACT

The present research work entitled "Obtaining eugenoxycetic acid by organic synthesis from eugenol", aims to evaluate the reaction yield as well as the determination of pH, optimum temperature and characterization of the product obtained. The organic synthesis of eugenoxycetic acid was performed in the Quality Control Laboratory of the Faculty of Chemical Engineering. The same one that was obtained from eugenol reagent, in the process has been conditioned water bath with oil and magnetic stirring; during the process of the organic synthesis the temperature and the pH were controlled; the operating conditions that presented better results in the organic synthesis were: pH 10.4; Reaction temperature 95 ° C. The reaction yield in the preparation of eugenoxycetic acid was 85%. According to the rotational-centered experimental design, 13 tests were performed with 5 replicates in the center. The physical properties of the product are: Melting point 72 ° C, refractive index 1.3634 and density 1.3031 g / cm³ and insoluble in distilled water, soluble in ethanol and methanol. The product has been characterized by infrared spectroscopy and has the carboxylic acid as its main functional group. The experimental materials used in the organic synthesis were: eugenol reagent, monochloroacetic acid, sodium hydroxide, sodium carbonate, hydrochloric acid, magnetic stirrer, stove, Filtration equipment. According to the results obtained it is considered that the organic synthesis of eugenoxiacetic acid is of great importance and has uses in the elaboration of jams and fruit juices for being an antioxidant.

Keywords: eugenoxycetic acid, eugenol, organic synthesis.

INTRODUCCIÓN

El eugenol es el componente principal de clavo de olor y se obtiene por destilación con arrastre de vapor, el eugenol es un compuesto fenólico. El ácido eugenoxiacético ha sido obtenido a partir de eugenol por síntesis orgánica en medio alcalino y a altas temperaturas.

El ácido eugenoxiacético es un producto orgánico, cuyas propiedades antivirales y antibacteriales permite utilizar como preservante y antioxidante en la industria de los alimentos, como en la elaboración de bebidas de frutas (Nguyen et al, 2014).

La síntesis del ácido eugenoxiacético consiste primero en disolver hidróxido de sodio en agua destilada y añadir reactivo eugenol, calentar en baño maría a temperatura de 85°C aproximadamente, simultáneamente preparar solución de ácido monocloroacético agregando carbonato de sodio hasta pH básico (Nguyen et al, 2014).

En la segunda etapa de la síntesis se mezclan las dos soluciones y se mantiene la agitación a 90-95°C durante 60 minutos. Terminado la reacción de síntesis se enfría la mezcla de reacción hasta temperatura ambiente, luego se acidifica la mezcla con solución de ácido clorhídrico. Finalmente se solidifica el producto de la mezcla agregando hielo, se filtra y se seca (Nguyen et al, 2014).

El presente trabajo de investigación titulado "OBTENCIÓN DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO POR SÍNTESIS ORGÁNICA A PARTIR DE EUGENOL" se realizó con el objetivo de obtener un nuevo producto el ácido eugenoxiacético a partir de eugenol. El producto orgánico obtenido se ha caracterizado por

espectroscopia infrarrojo. También fueron caracterizadas sus propiedades físicas como punto de fusión, índice de refracción, densidad y solubilidad.

Las variables a determinar son las siguientes: pH, temperatura de reacción, porcentaje de rendimiento de reacción, y las condiciones climáticas a las que se realizan la síntesis orgánica.

Las pruebas de síntesis orgánica se realizaron en el laboratorio de Control de Calidad de la Facultad de Ingeniería Química. El reactivo eugenol fue adquirido de la empresa Merck por otro lado el eugenol fue obtenido también a partir de clavo de olor mediante la destilación por arrastre de vapor en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química. Las pruebas realizadas con eugenol de clavo de olor se obtuvieron el ácido eugenoxiacético tan igual que el producto adquirido. El eugenol obtenido tiene las mismas características del producto adquirido. Los materiales experimentales utilizados fueron: Equipo de baño maría, estufa eléctrica, plancha de calentamiento, agitador magnético, reactivo eugenol, hidróxido de sodio, carbonato de sodio, ácido clorhídrico y hielo. De acuerdo al diseño experimental se realizaron 13 pruebas experimentales con 5 réplicas en el centro.

CAPÍTULO I

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES, OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN

1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El presente trabajo pretende sentar las bases experimentales para la investigación de un nuevo método sintético que conduzca a la obtención del ácido eugenoxiacético y que puede ser extendida a compuestos derivados.

En la industria química los compuestos orgánicos son de gran utilidad, hoy en día se usan para preparar componentes de mezclas saborizantes, colorantes, antioxidantes, etc. cuyos procesos sintéticos requieren del conocimiento relacionado con los mecanismos de reacción, de interacción entre diferentes especies químicas en disolventes orgánicos de complejación selectiva y de reacciones de transferencia de fase sólido-líquido (Agudelo, 2011).

El ácido eugenoxiacético ha mostrado propiedades antivirales y antibacterianas, por lo que es utilizado como un preservante y antioxidante en la industria de los alimentos. Recientemente se ha descubierto que el ácido eugenoxiacético y sus derivados de tipo éster tienen la capacidad de inhibir el aumento de lípidos, por lo que se lleva a su potencial aplicación en el tratamiento de la hiperlipidemia humana. Adicionalmente, el ácido

eugenoxiacético actúa como un promisorio promotor del crecimiento vegetal debido a las características estructurales de su auxina (Nguyen et al, 2014).

Las propiedades amigables hacia la naturaleza y los organismos vivientes del ácido eugenoxiacético son el resultado de la combinación de una función ácido, la cual está presente en el vinagre, y de la parte eugenol, que es el constituyente principal del aceite esencial de clavo de olor.

El clavo de olor es una planta aromática de la familia Lamiaceae nativa de áreas tropicales y cuyo cultivo está muy extendido hoy en día, los mismos que son utilizados para muchos propósitos en medicina tradicional, sin efectos adversos.

En la investigación se propone obtener por síntesis orgánica el ácido eugenoxiacético a partir de eugenol contenido en aceite esencial de clavo de olor.

FORMULACIÓN DEL PROBLEMA GENERAL

¿Cuál será el rendimiento de reacción en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético a partir de eugenol?

FORMULACIÓN DE LOS PROBLEMAS ESPECÍFICOS

¿Cuál será el pH adecuado en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético a partir de eugenol?

¿Cuál será la temperatura adecuada en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético a partir de eugenol?

¿Cuáles serán las características físico químicas del ácido eugenoxiacético obtenido?

¿Cómo se determinará el rendimiento de reacción en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético?

1.2. ANTECEDENTES

Wengiang *et al* (2007), la extracción de aceite esencial de clavo de olor mediante el fluido supercrítico con CO₂ fue explorado. El efecto de los diferentes parámetros, como la temperatura (30°C, 40°C y 50°C), la presión (10 MPa, 20 MPa y 30 MPa) y tamaño de partícula (índice de grado tres), en el rendimiento de extracción y el contenido de eugenol en los extractos se investigó mediante el diseño matriz ortogonal de tres niveles. Los resultados experimentales muestran que la temperatura tiene el efecto más significativo sobre el contenido eugenol de los extractos y tamaño de partícula en el rendimiento de aceite. El aceite esencial de 19.56% de rendimiento, en el que el contenido máximo de eugenol en los extractos es 58.77%, se puede extraer a partir de yemas de clavo de olor a presión de 10 MPa y la temperatura de 50°C. Los aceites esenciales de clavo de olor obtenidos por los métodos de extracción supercrítica, hidrodestilación, destilación al vapor y extracción soxhlet, se analizaron por espectrometría de masas y cromatografía de gases para comparar los métodos de extracción. Veintitrés compuestos en los aceites de clavo de olor se han identificado, mostrando que la composición del aceite de clavo de olor extraído por diferentes métodos es en su mayoría similares, mientras que la concentración relativa de los compuestos identificados es aparentemente diferente. La extracción supercrítica se considera como el proceso óptimo entre los cuatro procesos para la obtención de aceite de clavo con alta calidad.

Kyong *et al* (2014), indica que el eugenol es un fenilpropanoides con muchas actividades farmacológicas, pero su actividad anti-hiperglucémico no está todavía completamente explorado.

Para el estudio *in vitro*, se utilizaron células HepG2 y hepatocitos primarios de rata, y la producción de glucosa se indujo mediante la adición de 100 nM de glucagón en presencia de sustratos gluconeogénicos. En estudio en animales, la hiperglucemia fue inducida por la dieta alta en grasa (HFD) en machos C57BL / 6J y eugenol se administró por vía oral a 20 o 40 mg por kg (E20, E40) durante 15 semanas. Eugenol inhibió significativamente la producción de glucosa inducida por glucagón y AMPK fosforilado en el HepG2 y hepatocitos primarios de rata, y estos efectos se invierte en presencia de compuesto C (un inhibidor de la AMPK) o STO-609 (un inhibidor de CaMKK). Además, la proteína y la expresión de genes niveles de CREB, CRTC2 complejo CREB, PGC-1 α , PEPCK y G6Pasa fueron todos suprimidos significativamente. En el estudio animal, la glucosa en plasma y los niveles de insulina del grupo E40 se redujeron en 31% y 63%, respectivamente, en comparación con los de control de HFD. En pruebas de tolerancia a piruvato, excursiones de la glucosa inducida piruvato-disminuyeron, lo que indica que la actividad anti-hiperglucémico de eugenol se debe principalmente a la supresión de la gluconeogénesis hepática. En resumen, eugenol aminora eficazmente la hiperglucemia través de la inhibición de la gluconeogénesis hepática. El eugenol que contienen plantas medicinales podría representar un agente terapéutico prometedor para prevenir la diabetes tipo 2.

Rojo *et al* (2008), señala que el eugenol posee propiedades analgésicas y anti-inflamatorias con la capacidad para aliviar el dolor de diente irritada o

enfermo, por lo tanto, la incorporación de polímeros con restos de eugenol en cementos dentales es atractivo. Un derivado de acrílico de metacrilato de eugenilo (Egma) se copolimeriza con ácido acrílico (AA) usando un iniciador de radicales, para producir un copolímero soluble en agua de ácido acrílico y metacrilato de eugenilo {p (AA-co-Egma)}, que a continuación se aplicó en la formulación de cementos de ionómero de vidrio para su aplicación potencial como cementos dentales. Tres concentraciones de la p (AA-co-Egma) copolímero en agua fueron estudiados por, 30% en peso, 40% en peso y 50% en peso. La cinética de ajuste mostraron que tanto la concentración del copolímero y el polvo: relación de líquido influyó en los tiempos de trabajo y de ajuste. Por lo tanto, se utilizaron formulaciones seleccionadas para su posterior caracterización de sus propiedades mecánicas, la absorción de agua y la liberación de fluoruro, para optimizar la formulación de cemento dental.

E. Chaieb *et al* (2005), El efecto de eugenol (EUG) y su derivado acetileugenol (AcEug) extraída de la uña de giroflor en la corrosión del acero en ácido clorhídrico molar se ha estudiado el uso de mediciones de pérdida de peso, la polarización electroquímica y métodos de EIS. La forma natural sustancias reducen la velocidad de corrosión. Se encontró que la eficiencia de inhibición a aumentar con acetileugenol contenido para alcanzar 91% a 0.1737 g/L. Compuestos de eugenol actúan como inhibidores de tipo mixto. El efecto de la temperatura sobre el comportamiento de corrosión del acero indica que la eficiencia de la inhibición de los aumentos de sustancias naturales con el aumento de la temperatura. La adsorción de producto natural en el acero se encuentra para seguir la isoterma de adsorción de Langmuir.

Belarmino *et al* (2015), sintetizaron una nueva serie de glucósidos eugenol 1,2,3-triazol. Las nuevas estructuras de compuestos fueron confirmados por ^1H NMR y ^{13}C NMR. Todos los compuestos sintetizados fueron seleccionados para la actividad antimicrobiana y citotóxica. Cinco compuestos ejercen una actividad significativa contra las bacterias Gram-negativas *Salmonella*, y siete compuestos son activos contra las bacterias Gram-positivas *Micrococcus luteus*. En la citotoxicidad *in vitro* en células de bazo de ratón también se evaluó. Un compuesto que lleva un sustituyente fenilo en el anillo de triazol mostró buena actividad frente a *Salmonella typhimurium* y baja toxicidad para las células normales. Por lo tanto, los compuestos de la presente invención pueden ser considerados para la modificación adicional para mejorar su actividad antibacteriana o la obtención de nuevos candidatos a fármacos antibacterianos.

Yoshimura *et al* (2015), Alil-eterificados eugenol (AEG) se sintetizó por la reacción de eugenol y bromuro de alilo en presencia de hidróxido de sodio. 1,3-dialil-4-aliloxi-5-metoxibenceno (DAEG) también fue sintetizado por una reacción de alil-eterificación similar de 2,4-dialil-6-metoxifenol (rAEG) que fue producido por la transposición de Claisen de AEG. Tiol-eno fotopolimerización de AEG o DAEG con sede en pentaeritritol tetrathiol primaria (pS4P), basado en pentaeritritol tetrathiol secundaria (S4P) o isocianurato basado tritio secundario (S3I) en alilo / SH 1/1 resinas foto-curado producidos (AEG- pS4P, AEG-S4P, AEG-S3I, DAEG-pS4P, DAEG-S4P o DAEG-S3I). La temperatura de transición de cada resina foto-curado estaba en el intervalo de 4 a 9 ° C. AEG-pS4P y DAEG-pS4P muestran 5% de pérdida de peso temperaturas más altas (378.3 y 367.9 ° C, respectivamente) que las otras resinas curadas (351-

344 ° C). DAEG-pS4P, AEG-pS4P y AEG-S3I muestran el más alto módulo de tracción (32.9 MPa), fuerza (0.98 MPa) y el alargamiento a la rotura (58.7%) entre todas las películas foto-curado, respectivamente.

Naz *et al* (2012), sintetizó el caprilato eugenol usando lipozyme como biocatalizador para la reacción. Utilizó el diseño experimental Plackett-Burman de dos niveles para encontrar los parámetros de reacción significativas. La metodología de superficie de respuesta con una y cinco de nivel de tres factores de diseño compuesto central rotatorio fue empleado más para estudiar y optimizar las condiciones de reacción. Una buena correlación entre las respuestas predichas y reales mostró que el modelo generado podría predecir adecuadamente el rendimiento de conversión. El rendimiento de conversión máxima fue de 72.2% bajo las condiciones óptimas de 65°C, 250 rpm, 259 min, 100 mg de la enzima, y 2:1 M proporción de eugenol/ácido caprílico en el sistema libre de disolvente.

Habib *et al* (2010), la capacidad de una lipasa inmovilizada *Staphylococcus aureus* no comercial para catalizar la esterificación de eugenol con ácido benzoico se comprobó y se evaluó el poder antioxidante del éster formado. Se utilizó la metodología de superficie de respuesta basada en cuatro variables, la temperatura de reacción, la cantidad de lipasa, la relación molar ácido benzoico/eugenol y el volumen de disolvente, para optimizar las condiciones experimentales de la síntesis de benzoato de eugenol.

1.3. OBJETIVOS DEL ESTUDIO

1.3.1. OBJETIVO GENERAL

Evaluar el rendimiento de reacción en la obtención del ácido eugenoxiacético por síntesis orgánica a partir de eugenol bajo las condiciones ambientales de la ciudad de Puno.

1.3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar el pH adecuado en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético.
- Determinar la temperatura óptima en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético.
- Caracterizar el producto ácido eugenoxiacético
- Calcular el rendimiento teórico y práctico.

1.4. JUSTIFICACIÓN

Justificación técnica

La síntesis de nuevos materiales orgánicos permite reemplazar a productos tradicionales con mejores propiedades y características, generando transferencia de tecnología cada vez más limpia y amigable al medio ambiente.

El producto ácido eugenoxiacético no ha sido sintetizado a nivel industrial y no se encuentra en el mercado, motivo por lo que se pretende obtener mediante síntesis orgánica a partir de eugenol, bajo las condiciones ambientales del altiplano. Los beneficios que nos brindará el producto en el

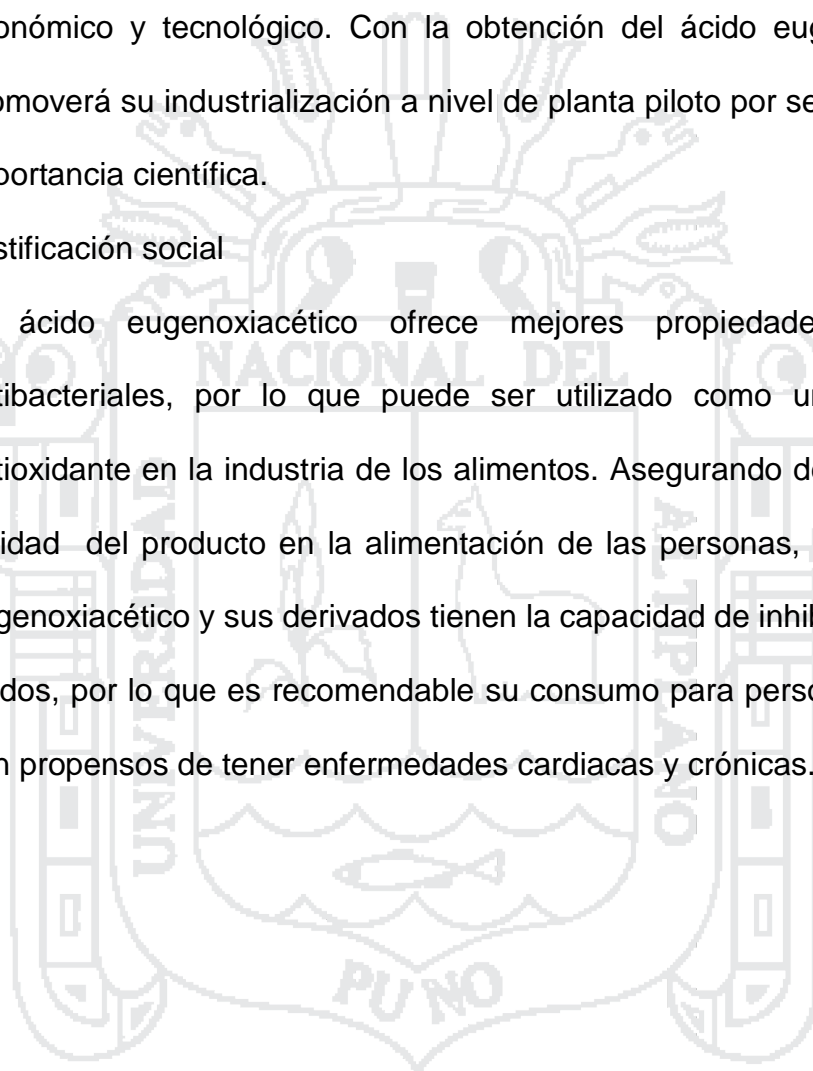
futuro, es su aplicación en la industria alimentaria como preservante y antioxidante.

Justificación económica

La obtención del nuevo producto es justificable desde el punto de vista económico y tecnológico. Con la obtención del ácido eugenoxiacético se promoverá su industrialización a nivel de planta piloto por ser un producto de importancia científica.

Justificación social

El ácido eugenoxiacético ofrece mejores propiedades antivirales y antibacteriales, por lo que puede ser utilizado como un preservante y antioxidante en la industria de los alimentos. Asegurando de esta manera la calidad del producto en la alimentación de las personas, además el ácido eugenoxiacético y sus derivados tienen la capacidad de inhibir el aumento de lípidos, por lo que es recomendable su consumo para personas obesas que son propensos de tener enfermedades cardiacas y crónicas.



CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS

2.1. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL EUGENOL

A continuación se indican las propiedades más importantes del eugenol (Especificaciones técnicas del Reactivo Eugenol Manual Merck).

Nombre del compuesto	: Eugenol (4-Alil-2-metoxifenol)
Masa molar	: 164.2 g/mol
Fórmula empírica	: $C_{10}H_{12}O_2$
Solubilidad en agua	: 2.46 g/L (25°C)
Punto de fusión	: -9.2°C
Densidad	: 1.07 g/cm ³
Punto de ebullición	: 252°C
Presión de vapor	: < -0.1hPa (25°C)
Punto inflamación	: >110°C
Índice de refracción	: 1.5405 (20°C, 589 nm)

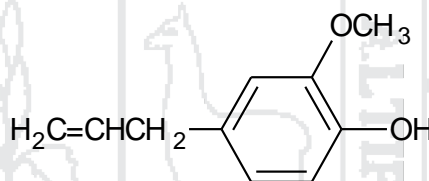
2.2. EUGENOL

Eugenol ($C_{10}H_{12}O_2$) es guaiacol con una cadena alil sustituida. 2 metoxi-4-(2-propenil) fenol. El eugenol es un miembro de los compuestos de la clase

alilbencenos. Es un líquido oleoso de color amarillo pálido extraído de ciertos aceites esenciales, especialmente del clavo de olor, la nuez moscada, y la canela. Es difícilmente soluble en agua y soluble en solventes orgánicos. Tiene un agradable olor a clavo (Nguyen et al, 2014).

Experimentalmente se puede obtener eugenol realizando una mezcla de alcohol etílico y de clavos de olor (*Syzygium aromaticum*) y posterior destilación.

El eugenol, que es el constituyente principal del aceite esencial de clavo de olor. Cuya estructura química se muestra a continuación (Nguyen et al, 2014).



Estructura química del eugenol

2.3. SÍNTESIS ORGÁNICA

Una síntesis total es la síntesis química de moléculas orgánicas complejas partiendo de moléculas simples comercialmente asequibles, habitualmente derivadas del petróleo. En una síntesis lineal existen una serie de pasos que se llevan a cabo uno tras otro hasta que se obtiene la molécula objetivo. Esto es a menudo adecuado para una estructura simple. A los compuestos químicos producidos en cada paso se les denomina intermedios sintéticos. Para moléculas más complejas una síntesis convergente es con frecuencia preferible. Esto es así cuando varias "piezas" (intermedios clave) del producto

final son sintetizadas separadamente y a continuación unidas, a menudo cerca del final del proceso de síntesis. Cada paso de una síntesis supone una reacción química. Los reactivos y condiciones que cada una de estas reacciones necesitan han de ser considerados para dar un buen rendimiento y un producto puro, con el menor trabajo posible. Un método o métodos para los primeros intermedios de la síntesis pueden ya existir descritos en la literatura química. Sin embargo muchos intermedios son compuestos que nunca han sido sintetizados antes. Estos serán producidos normalmente usando métodos generales de síntesis. Para ser útiles estos métodos han de dar un rendimiento alto y ser aplicables a un amplio rango de sustratos, (Agudelo, 2011).

La investigación científica de nuevos métodos sintéticos implica tres etapas: descubrimiento, optimización y estudios de ámbito de aplicación y limitaciones. El descubrimiento puede ser producto de la casualidad o bien producto de un diseño previo. En la optimización, donde se trabaja sólo con uno o dos compuestos de partida, se prueban una amplia variedad de condiciones de temperatura, solvente, tiempo de reacción, etc., hasta que se encuentran las condiciones óptimas de rendimiento y pureza. Para comprobar el ámbito de aplicación y sus limitaciones a continuación el investigador prueba a ensayar el método con un extenso rango de sustratos de partida diferentes, se determinan los productos secundarios (si existen), el efecto sobre otros grupos funcionales y se realizan estudios del mecanismo de reacción. Si las investigaciones anteriores muestran que puede ser un método de aplicación general, grupos de investigación más grandes pueden entonces

llevar a cabo una síntesis total para demostrar su valor en una aplicación real (Agudelo, 2011).

2.4. DISEÑO DE SÍNTESIS ORGÁNICA

El diseño de una síntesis se basa en el análisis retrosintético, que es un enfoque del diseño de síntesis aportado por el químico estadounidense Elias James Corey. Con esta técnica el diseño de la síntesis se planifica hacia atrás partiendo desde el producto final hasta llegar a unos compuestos de partida asequibles, mediante una secuencia de pasos lógicos donde cada vez las estructuras precursoras son más sencillas (Warren, 1983).

El control en síntesis orgánica es una operación sintética que puede englobar o considerar también a los aspectos de simetría y selectividad. Sin embargo este término se ha reducido en la química orgánica, más a una serie de operaciones, que demandan del químico, ciertas habilidades cognitivas y destrezas similares a las artísticas, para la construcción de las moléculas orgánicas.

El constructor civil, hace de sus materiales de construcción edificaciones que maravillan a la humanidad. El químico hace de las moléculas y los átomos (materiales de partida), moléculas (polímeros, fármacos, piezas para sustituir órganos en el cuerpo humanos, etc.) que también maravillan al mundo (Warren, 1983).

En principio, uno debe conocer y familiarizarse con todo los detalles estructurales de la molécula objetivo. Cuando se trata de una sustancia natural, es necesario disponer de toda la información posible, sobre los

antecedentes químicos de la molécula y en consecuencia deducir sus probables propiedades, como también es imprescindible conocer sus propiedades físicas.

La "regla de oro" para elaborar un plan de síntesis, es proceder en sentido inverso al que en la práctica se seguirá en el laboratorio químico. Se empieza con la molécula objetivo y se hace una "degradación mental" de su estructura, lo que genera una secuencia de moléculas precursoras que también son sometidos a similar análisis, hasta llegar a los materiales de partida, que a su vez deben ser simples y fácilmente asequibles, (Warren, 1983).

En el diseño de una síntesis de una molécula con varios grupos funcionales, es muy común que un reactivo que produce una transformación sobre un grupo funcional afecte también a otro grupo en otra parte de la molécula. En los casos en que no se puede lograr una quimioselectividad adecuada, el grupo que debe permanecer inalterado se protege convirtiéndolo temporalmente en una funcionalidad inerte a las condiciones de la reacción.

La operación de protección, requiere del siguiente procedimiento:

Proteger el grupo o los grupos funcionales más reactivos.

Efectuar la reacción sobre el grupo funcional requerido.

Desproteger el grupo funcional, sometido a protección

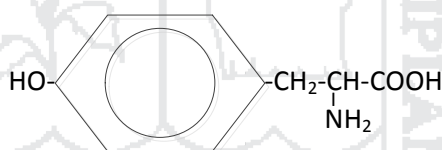
Esa protección debe satisfacer los siguientes requisitos básicos:

La reacción debe tener buen rendimiento y ser quimioselectiva.

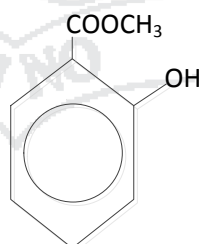
El nuevo grupo funcional debe ser estable en las condiciones de la reacción del grupo que reaccionará. La funcionalidad introducida no debe agregar centros quirales a la molécula que puedan generar diastéromeros. El grupo funcional original debe poder regenerarse con buen rendimiento y sin afectar al resto de la molécula, (Warren, 1983).

2.5. FENOLES QUE EXISTEN EN FORMA NATURAL

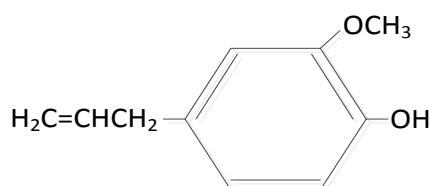
Los fenoles y sus compuestos correspondientes se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza. La tirosina es un aminoácido que se encuentra en las proteínas. El salicilato de metilo se halla en el aceite de gaulthena, el eugenol es parte de aceite de los clavos y el timol se encuentra en el tomillo, (Solomons, 2006).



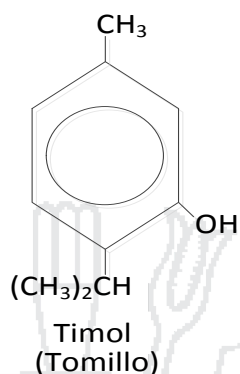
Tirosina



Salicilato de metilo
(Aceite de gaulthena)

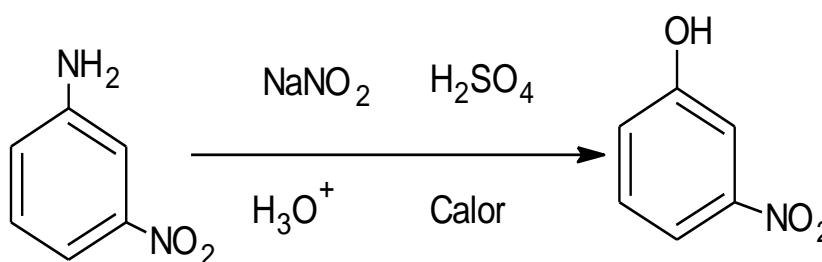
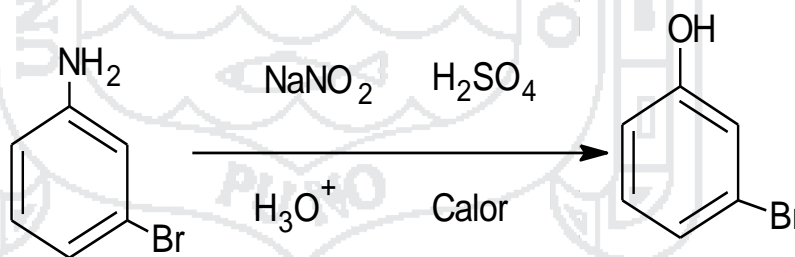


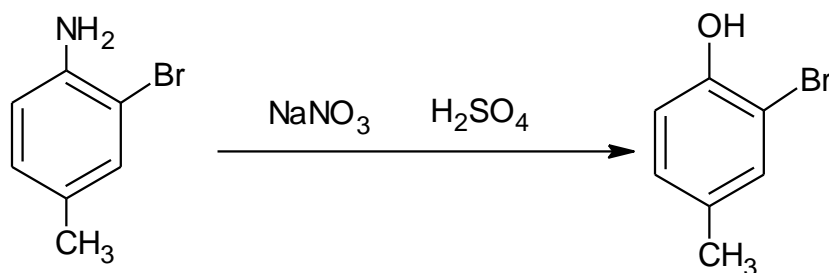
Eugenol (Aceite de clavo de olor)



2.6. SÍNTESIS DE LOS FENOLES

La síntesis de laboratorio más importante del fenol es por hidrólisis de los sales de aren diazonio. Este método es muy versátil y las condiciones necesarias para el paso de diazotación y el paso de hidrólisis son suaves. Esto significa que es un poco probable que se afecten otros grupos presentes en el anillo, (Solomons, 2006).





2.7. OBTENCIÓN Y PURIFICACIÓN DE SUSTANCIAS ORGÁNICAS

Separación por disolución

La mezcla se trata por un disolvente que disuelve solamente una de las sustancias o algunas de ellas. Los disolventes empleados son muy distintos (alcohol, éter, cloroformo, tricloroetano, acetona, etc.).

En los laboratorios se procede por el método de agotamiento continuo mediante el extractor o digestor de soxhlet. La sustancia se pone en un cartucho de celulosa y se extrae utilizando un solvente orgánico que sea soluble con el soluto (G. Devore, 1982).

Cristalización fraccionada

El método de fraccionamiento y de purificación por cristalización es muy empleado en química orgánica y los químicos se esfuerzan por recurrir a él cuándo no es directamente aplicable (caso de los líquidos con puntos de congelación demasiado bajos), transformando la sustancia que se trata de separar o purificar en un derivado cristalino a la temperatura ordinaria.

Los aldehídos y cetonas líquidos pueden separarse bajo la forma de derivados cristalizados, como fenil hidrazonas, (por acción de fenil hidrazina), que generan los productos iniciales por hidrólisis ácida. Así, el benzaldehído líquido da una fenil hidrazona, cuyo punto de fusión es de 156°C. El derivado

cristalizado puede ser utilizado, en general, en la diagnosis del aldehído o de la cetona por determinación del punto de fusión.

La separación de alcanos normales a partir de una mezcla es posible por acción de la urea o la tiourea.

Podemos citar igualmente la separación de un hidrocarburo aromático en forma de sulfanato alcalino.

El empleo de este método no está exento de inconvenientes, ya que la sustancia que se separa por cristalización puede arrastrar una impureza incristalizable, con lo que la formación de un tipo único de cristales no siempre es un criterio seguro de pureza. Por otra parte comparando con la destilación fraccionada, la cristalización fraccionada presenta el inconveniente de no permitir fraccionamiento y purificación “en continuo”, y la separación de los cristales por decantación de las aguas madres es imperfecta, aunque se puede, en ciertos casos, remediar en parte este inconveniente, combinando la fusión fraccionada con la cristalización, (G. Devore, 1982).

Destilación fraccionada

La destilación fraccionada es un proceso físico utilizado en química para separar mezclas (generalmente homogéneas) de líquidos mediante el calor, y con un amplio intercambio calorífico entre vapores y líquidos. Se emplea cuando es necesario separar soluciones de sustancias con puntos de ebullición distintos pero cercanos. Algunos de los ejemplos más comunes son el petróleo, y la producción de etanol.

Se coloca la mezcla en un matraz de vidrio. Al calentarse, la sustancia de menor punto de ebullición se evaporará primero, y parte de la otra sustancia se evaporarán también. la primera sustancia se enfría y se condensa de nuevo

en el frasco. Este líquido se calienta luego gradualmente por los otros vapores ascendentes hasta vaporizarse de nuevo. Sin embargo, la composición de este nuevo vapor no es la misma que en el vapor inicial, es más concentrada en el componente más volátil. Debido a las sucesivas condensaciones y evaporaciones que sufre la sustancia más volátil, al alcanzar el condensador ésta se condensará primero casi totalmente.

La columna fraccionadora que se usa con más frecuencia es la llamada torre de burbujeo, en la que las placas están dispuestas horizontalmente, separadas unos centímetros, y los vapores ascendentes suben por unas cápsulas de burbujeo a cada placa, donde burbujean a través del líquido. Las placas están escalonadas de forma que el líquido fluye de izquierda a derecha en una placa, luego cae a la placa de abajo y allí fluye de derecha a izquierda.

La interacción entre el líquido y el vapor puede ser incompleta debido a que se puede producir espuma y arrastre de forma que parte del líquido sea transportado por el vapor a la placa superior. En este caso, pueden ser necesarias cinco placas para hacer el trabajo de cuatro placas teóricas, que realizan cuatro destilaciones. Un equivalente barato de la torre de burbujeo es la llamada columna apilada, en la que el líquido fluye hacia abajo sobre una pila de anillos de barro o trocitos de tuberías de vidrio (G. Devore, 1982).

2.8. CLAVO DE OLOR

El clavo de olor es una planta aromática de la familia Lamiaceae nativa de áreas tropicales, se cosecha principalmente sin abrir los botones florales, que se secan para producir brotes de clavo de olor enteros. Los otros productos de clavo de olor son clavo de olor molido, aceites volátiles producidos a partir

de brotes de clavo de olor, el tallo o la hoja. El aceite volátil del clavo de olor contiene eugenol hasta 95% y otros como eugenol acetilo, β -cariofileno, salicilato de metilo, pineno y vainillina. La mayoría de los dientes son utilizados por los fabricantes de cigarrillos en Indonesia y sólo alrededor del 10% para otros fines, tales como la medicina popular, saborizante de alimentos, conservantes de alimentos y productos farmacéuticos. Debido a que algunos estudios han indicado que el aceite de clavo de olor se puede utilizar como un antibacteriano, antifúngido y antiséptico, la utilización de clavo y aceite de clavo se espera que aumente en línea con la tendencia “volver a la naturaleza” que fomentan una preferencia por los productos naturales (*Nurdjannah y Bermawie, 2012*).

2.9. ACEITES ESENCIALES

Bruneton (2001), menciona que de acuerdo a lo estipulado en la Farmacopea Francesa de 1965, los aceites esenciales (esencias=aceites volátiles) son definidos como productos de composición generalmente muy compleja, los cuales contienen principios volátiles que se encuentran en los vegetales. Continúa el autor citando a la Norma AFNOR NF T 75-006, de 1998, en la cual se define a los aceites esenciales como “productos obtenidos a partir de una materia prima vegetal, ya sea por arrastre de vapor o bien por procedimientos mecánicos a partir del epicarpio de los frutos del género citrus, o por destilación en seco”, sin embargo, el autor menciona que esta definición por procedimiento es restrictiva ya que excluye a los productos que se obtienen por extracción con disolventes así como los que se obtienen por otros procedimientos como el de gas a presión, entre otros. Además agrega que los

aceites esenciales son líquidos a temperatura ambiente, son volátiles y raramente coloreados; su densidad es inferior a la del agua, su índice de refracción es elevado y la mayoría desvía la luz polarizada, son liposolubles y solventes en los disolventes orgánicos habituales tales como éter, alcohol, cloroformo, entre otros.

El término aceite esencial engloba a sustancias muy diversas, que se obtienen de recursos naturales como plantas de aspecto aceitoso. En este caso, el aceite esencial del clavo es una mezcla sencilla en comparación con otras, siendo el eugenol su componente principal. Estas sustancias suelen ser inmiscibles con el agua.

El eugenol se emplea en perfumería y también como analgésico dental. Para una mayor comprensión del fundamento teórico y en virtud de la claridad de esta práctica, lo estructuraremos en varias partes, explicándose las restantes en el procedimiento operatorio.

Extracción de aceite esencial por arrastre de vapor de agua

Sobre este método se dice que la carga del material se sostiene en una malla y luego se agrega agua por debajo del nivel del material vegetal. Esta técnica de destilación es usada para destilar compuestos de punto de ebullición altos que se descomponen en o cerca de sus puntos de ebullición. Estos compuestos pueden destilarse con vapor de agua a una temperatura lo suficientemente baja para evitar su descomposición, este hecho constituye una ventaja sobre otros métodos de destilación. Dado que la corriente de vapor de agua es un proceso eficaz y barato (sólo se requiere agua y calor), se usa con frecuencia para aislar y purificar aceites naturales a partir de sus

fuentes biológicas. Cuando se destilan con vapor pequeñas cantidades de material, resulta eficaz suspender la materia prima de los aceites en agua en matraz de destilación, tal y como hemos hecho nosotros. Cuando se calienta esta mezcla, el vapor que se genera en el interior inicia el proceso de arrastre (Kuma, 2000).

La consecuencia de esta técnica para la química orgánica práctica es que un componente de punto de ebullición elevado, con una presión de vapor relativamente pequeña, puede obtenerse por destilación con un líquido inmisible. Así, como los aceites esenciales tienen un punto de ebullición alto pueden aislarse y purificarse combinándolos en un proceso de destilación con algún líquido inmisible de punto de ebullición inferior. En nuestro caso, el aceite que queremos destilar tiene un punto de ebullición cercano a 253.5°C. En realidad, 252°C es la temperatura de ebullición del eugenol, pero ya que este va acompañado de otras sustancias minoritarias formando parte del aceite esencial, el punto de ebullición de esta mezcla, diferirá de esta temperatura. El líquido inmisible que hemos usado ha sido el agua, que como todos sabemos alcanza la ebullición a los 100°C a presión atmosférica normal. El agua tiene varias características que favorecen su elección: se dispone de ella, es barata y de peso molecular bajo. Debido a su bajo peso molecular pueden destilarse gran número de moles de agua sin que representen un gran volumen. Gracias a este procedimiento se comienza a destilar a una temperatura de 98°C, ya que la temperatura de ebullición de una mezcla de dos líquidos inmiscibles es inferior a la temperatura de ebullición de cualquiera de ellos por separado. Como podemos observar esta temperatura es cercana

a la temperatura del disolvente, ya que el vapor que se genera al comenzar el arrastre es más rico en el componente más volátil, es decir, en agua.

Cuando en contacto con la atmósfera coexisten dos disoluciones, ambas contribuyen a la presión de vapor parcial sobre la superficie de los dos líquidos. Al aumentar la temperatura, la presión de vapor sobre la superficie del líquido aumentará. Debemos recordar que en cualquier proceso de ebullición, lo que cuenta es que la presión de vapor de la disolución alcance la presión atmosférica que se ejerce sobre ella, y sólo en este punto se inicia la ebullición y por consiguiente la destilación. La condensación de la fase vapor dará una mezcla de dos fases con componentes acuoso y orgánico (aceite esencial) (Kuma, 2000).

Al ser los dos líquidos inmiscibles, sus moléculas no interactúan entre sí y se vaporizan y condensan de forma independiente. En el equilibrio, cada componente se comporta como una sustancia pura. En consecuencia, la presión parcial de equilibrio será igual a la presión de vapor de cada componente.

$$P_{\text{aceite}} = P_{\text{aceite}}^{\circ} \quad P_{\text{agua}} = P_{\text{agua}}^{\circ}$$

En la mezcla aceite esencial-agua, cada uno ejerce su propia presión de vapor característica independientemente del otro. Por tanto la presión de vapor total es:

$$P_{\text{Total}}^{\circ} = P_{\text{Aceite}}^{\circ} + P_{\text{Agua}}^{\circ}$$

El punto de ebullición de la mezcla será aquella temperatura a la que se alcance la presión de vapor de 760 mm de Hg (presión atmosférica).

Ahora bien, por la ley de Raoult, la relación de las presiones de vapor de dos

$$\frac{P_{Aceite}^o}{P_{Agua}^o} = \left(\frac{n_{Aceite}}{n_{Agua}} \right)_{vapor}$$

líquidos es directamente proporcional a las fracciones molares de ambas sustancias en la fase gaseosa:

$$P_1 = X_1 P$$

Donde P es la presión de vapor de cada componente puro en cuestión y n representa el número de moles de cada sustancia en la fase gaseosa.

La relación de pesos en el vapor no sólo dependerá de la relación de moles, sino también de sus pesos moleculares. Es decir, Siendo W el peso referido a cada sustancia y M la masa molar en cuestión.

Expresando en palabras esta última ecuación se puede decir que la destilación de una mezcla de dos líquidos no miscibles, las cantidades relativas en peso de los dos líquidos que se recogen en el colector son directamente proporcionales a:

$$\frac{W_{Aceite}}{W_{Agua}} = \frac{(M \cdot n)_{Aceite}}{(M \cdot n)_{Agua}} = \frac{(M \cdot P)_{Aceite}}{(M \cdot P)_{Agua}}$$

- a) las presiones de vapor de los líquidos a la temperatura de destilación correspondiente
- b) a sus pesos moleculares

Estos hechos constituyen la base de la purificación y separación de las sustancias por arrastre de vapor (*Barluenga, 1987*).

En la destilación por arrastre con vapor de agua, la muestra vegetal generalmente fresca y cortada en trozos pequeños, se coloca en un recipiente cerrado y sometida a una corriente de vapor de agua, la esencia así arrastrada

es posteriormente condensada, recolectada y separada de la fracción acuosa. Esta técnica es muy utilizada especialmente para esencias muy volátiles, por ejemplo las utilizadas para perfumería. Se utiliza a nivel industrial debido a su alto rendimiento, a la pureza del aceite obtenido y porque no requiere tecnología sofisticada (Cerpa, 2007).

La destilación por arrastre con vapor que se emplea para extraer la mayoría de los aceites esenciales es una destilación de mezcla de dos líquidos inmiscibles y consiste en una vaporización a temperaturas inferiores a las de ebullición de cada uno de los componentes volátiles por efecto de una corriente directa de vapor de agua, el cual ejerce la doble función de calentar la mezcla hasta su punto de ebullición y adicionar tensión de vapor a la de los componentes volátiles del aceite esencial; los vapores que salen de la cámara extractora se enfrían en un condensador donde regresan a la fase líquida, los dos productos inmiscibles, agua y aceite finalmente se separan en un dispositivo decantador o vaso florentino (Cerpa, 2007).

2.10. ROTAVAPOR

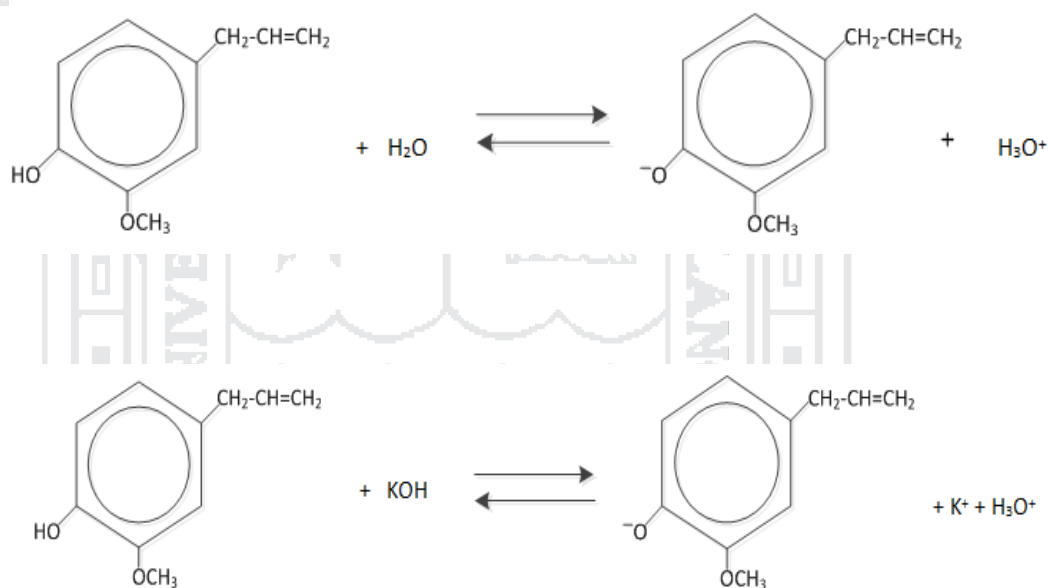
Se trata de un dispositivo conectado a una bomba de vacío en el cual evaporamos un disolvente a presión reducida. Si hacemos vacío, reducimos la temperatura de ebullición del disolvente que impregna un soluto no volátil. De este modo aceleramos la evaporación y evitamos trabajar con temperaturas elevadas (Kuma, 2000).

La práctica comienza con la destilación por arrastre de vapor del clavo y el agua. Una vez que observamos que no pasa ninguna gota de aceite por la columna de refrigeración, paramos el proceso. Tras la destilación, se obtiene

una disolución acuosa que contiene el aceite esencial del clavo. Como hemos expuesto anteriormente, el componente principal de este aceite es el eugenol.

Al realizar la primera extracción con diclorometano, pretendemos pasar el eugenol a una fase orgánica. Seguidamente lo volveremos a pasar a una fase acuosa en forma de sal potásica.

El eugenol como alcohol que es, tiene cierto carácter ácido, por lo que la presencia de una base fuerte, como pueda ser en nuestro caso una disolución de KOH al 5%, puede arrancar el hidrógeno del grupo funcional hidroxilo en forma de protón. De forma que:



Volvemos a hacer un lavado con diclorometano para arrastrar en la fase orgánica todos aquellos productos que acompañaban al eugenol, formando parte del aceite esencial. Esto ocurre porque las otras sustancias que no han pasado a sales potásicas y por tanto no son solubles en el agua.

Tomamos la fase acuosa y la acidulamos con HCl al 10%. De este modo recuperamos el eugenol, ya que el HCl es un ácido más fuerte que el eugenol, (Nguyen et al, 2014).

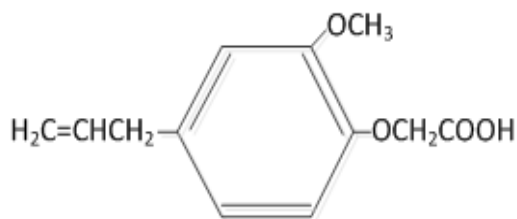


Una vez recuperado el eugenol, lo pasamos nuevamente a una fase orgánica por medio de una extracción en diclorometano. Lavamos con agua y con una disolución saturada de cloruro sódico, con esta última tratamos de retirar agua de la fase orgánica. Añadimos el desecante y realizamos un filtrado por gravedad para asegurarnos que no pasa sulfato sódico a la disolución. Por último evaporamos en el rotavapor el diclorometano, obteniéndose el eugenol prácticamente puro.

2.11. ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

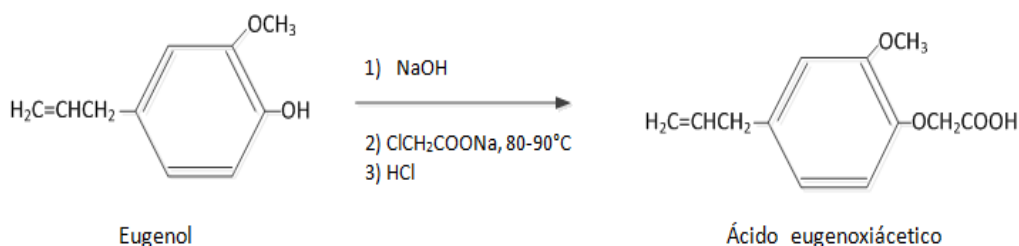
El ácido eugenoxiacético (nombre IUPAC: ácido 2-metoxi-4-(2-propenil) fenoxiacético) es un compuesto inodoro, amarillo pálido y no tóxico.

Las propiedades “amigables” hacia la naturaleza y los organismos vivientes del ácido eugenoxiacético son el resultado de la combinación de una función ácido, la cual está presente en el vinagre, y de la parte eugenol, que es el constituyente principal del aceite esencial de clavo de olor (Nguyen et al, 2014).



Ácido eugenoxiácetico

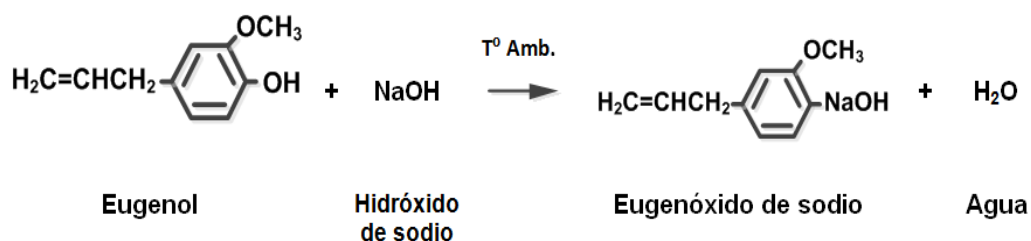
El clavo de olor es una planta aromática de la familia *Lamiaceae* nativa de áreas tropicales y cuyo cultivo está muy extendido hoy en día. En Vietnam, hay dos especies de clavo: *Ocimum sanctum* L. y *Ocimum gratissimum* L., que han sido utilizados para muchos propósitos en medicina tradicional, sin efectos adversos.



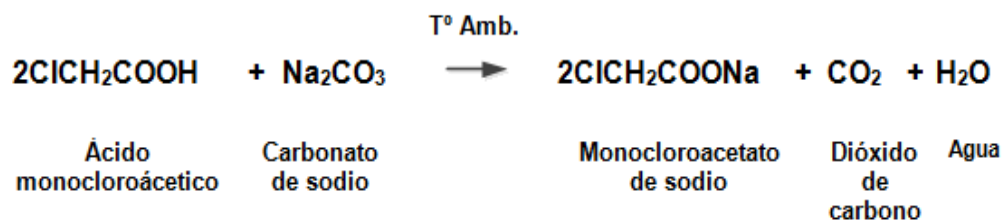
2.12. SÍNTESIS DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

En este problema práctico, el ácido eugenoxiacético será sintetizado a partir de eugenol de acuerdo a las reacciones siguientes (Nguyen et al, 2014).

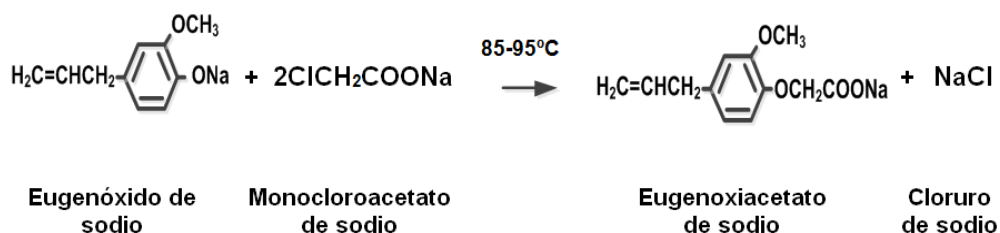
Etapa 1



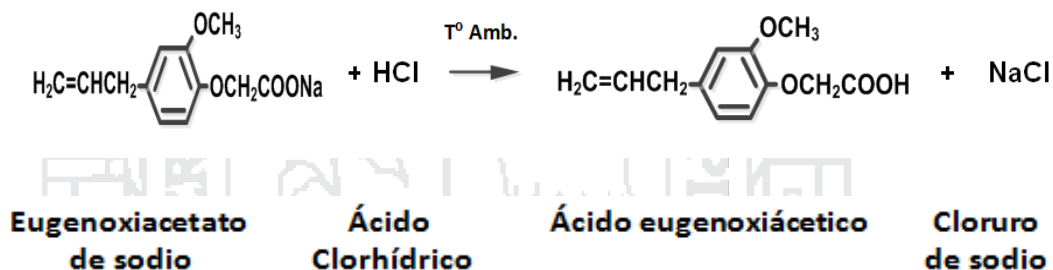
Etapa 2



Etapa 3



Etapa 4



2.13. RENDIMIENTO TEÓRICO Y PORCENTAJE DE RENDIMIENTO

En una reacción química existen dos factores que limitan el rendimiento de los productos: La cantidad inicial de reactantes y el % de rendimiento de la reacción. Muchas condiciones experimentales como por ejemplo, temperatura y presión, pueden ajustarse para incrementar el rendimiento de la reacción, pero los reactivos químicos están de acuerdo a la relación de moles y solamente una cantidad limitada de producto puede formarse a partir de una cantidad inicial de reactante. El reactivo que limita la cantidad de producto en la reacción, se llama reactivo limitante, por tener la menor relación de mol a coeficiente. Esta relación se obtiene dividiendo el número de moles del

reactivo por el coeficiente de tal especie, en una ecuación química balanceada. El rendimiento teórico de un producto dado es el máximo rendimiento que puede obtenerse si los reactantes dan solamente el producto.

La cantidad real de reactivo limitante se usa en cálculos estequiométricos de rendimientos teóricos (o cantidades teóricas de otros reactivos consumidos). La cantidad de producto obtenido en esta forma es el rendimiento teórico. El porcentaje de rendimiento es la medida de eficiencia de la reacción y se define como (Armas, 1987):

$$\% \text{ rendimiento} = \text{Rendimiento real} / \text{Rendimiento teórico} \times 100$$

2.14. MARCO CONCEPTUAL

EUGENOL

Es un compuesto orgánico en estado líquido oleoso de color amarillo pálido extraído de aceites esenciales principalmente del clavo de olor (Nguyen et al, 2014).

ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

Es un compuesto orgánico en estado sólido incoloro e inodoro obtenido por síntesis orgánica del eugenol (Nguyen et al, 2014).

SÍNTESIS ORGÁNICA

La síntesis orgánica es la construcción planificada de moléculas orgánicas mediante reacciones químicas (Agudelo, 2011).

RENDIMIENTO DE REACCIÓN

Es la cantidad de producto obtenido en una reacción química (Armas, 1987).

RENDIMIENTO PORCENTUAL

El rendimiento porcentual o rendimiento fraccional mide la efectividad de un procedimiento de síntesis, es calculado al dividir la cantidad de producto obtenido en gramos por el rendimiento teórico en gramos (Armas, 1987).

CRISTALIZACIÓN

La cristalización es un proceso por el cual a partir de un líquido o una disolución, los átomos o moléculas establecen enlaces hasta formar una red cristalina, la unidad básica de un cristal. Esta técnica se emplea bastante en química orgánica para purificar una sustancia sólida (G. Devore, 1982).

DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR

La destilación por arrastre de vapor es uno de los principales procesos utilizados para la extracción de aceites esenciales. Esta técnica consiste en separar sustancias orgánicas insolubles en agua y ligeramente volátiles, de otras no volátiles que se encuentra en la mezcla.

REACTIVO LIMITANTE

El reactivo limitante es el reactivo que en una reacción química determinada, da a conocer o limita, la cantidad de producto formado, y provoca una concentración específica o limitante (Armas, 1987).

CARACTERÍSTICAS ORGANOLÉPTICAS

Se refiere al conjunto de estímulos que interactúan con los receptores del analizador (órganos de los sentidos) donde se producen las diferentes sensaciones de color, forma, tamaño, aroma y sabor.

ÍNDICE DE REFRACCIÓN

Se denomina índice de refracción al cociente de la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en el medio cuyo índice se determina. Es una propiedad física de las sustancias

2.15. HIPÓTESIS

2.15.1. HIPÓTESIS GENERAL

El rendimiento de reacción en la obtención del ácido eugenoxiacético por síntesis orgánica depende de la concentración de eugenol, temperatura, pH y las condiciones ambientales de la ciudad de Puno.

2.15.2. HIPÓTESIS ESPECÍFICA

- La síntesis del ácido eugenoxiacético se realiza a pH alcalino.
- La síntesis del ácido eugenoxiacético se realiza a temperaturas de 90 a 95°C.
- El ácido eugenoxiacético se caracteriza por sus propiedades físicas como el punto de fusión, índice de refracción, solubilidad, densidad y características organolépticas.
- El mayor rendimiento de reacción se obtiene a temperaturas mayores a 90°C y pH alcalino.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

3.1.1. EQUIPOS Y MATERIALES

- Refractómetro
- Picnómetro de 25 mL
- Plancha de calentamiento con agitación magnética
- Balanza analítica Metler Toledo
- Equipo destilador por arrastre de vapor
- Estufa marca “Mettmert”
- pH metro
- Magneto
- Recipiente para baño maría de aceite (vidrio pírex)
- Embudo de vidrio pirex
- Kitasato y bomba de vacío
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Vaso precipitado de 250 mL
- Pipeta graduada de 10 mL
- Bagueta
- Espátula

- Recipiente de hielo
- Luna de reloj
- Tubo capila

3.1.2. REACTIVOS

- Eugenol
- Ácido monocloroacético 98% P.A. "Scharlau"
- Clavo de olor (Mercado Laykakota)
- NaOH P. A. 99%, "Scharlau"
- Na₂CO₃ P.A. 98% "Scharlau"
- HCl P.A. 37% "Riedel"
- Solución de HCl 2N
- Agua destilada
- Hielo molido

3.2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.2.1. EXTRACCIÓN DE ACEITE ESENCIAL (EUGENOL) DE CLAVO DE OLOR MEDIANTE DESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR

Se monta el aparato de destilación por arrastre de vapor de acuerdo a las indicaciones de manual de operación del equipo. Se verifica la correcta conexión del sistema. Se selecciona la materia prima (clavo de olor) y se ha cargado media libra en el recipiente reactor de arrastre. Se humedece la muestra clavo de olor con agua. Una vez terminado el montaje se prende los botones de arranque y empieza fluir corriente de vapor a través de la muestra, en donde se realiza extracción sólido-líquido, se controla el flujo de vapor y la temperatura de arrastre a 86°C (menor a la de ebullición del agua) del aparato

de destilación por arrastre de vapor, la presión de trabajo es la presión local. Se recolecta el destilado de aceite esencial en una pera de decantación que cae gota a gota, el tiempo de extracción por arrastre de vapor fue de 2 horas. Una vez terminado el tiempo de extracción se apaga el equipo y se deja enfriar. Se descarga el residuo clavo de olor y se mide la cantidad de aceite esencial obtenido.

Resultado

De media libra de clavo de olor se ha obtenido 20 mL de aceite esencial (eugenol) con las mismas características de reactivo eugenol adquirido de la Empresa Merck.

3.2.2. SÍNTESIS ORGÁNICA DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

Metodología para medición de pH

- Disolver 0.6 g de NaOH en 3.0 mL de agua destilada en un matraz de 50 mL y añadir 2.0 mL de reactivo eugenol. Mantener el matraz en un baño de agua a 85- 95°C, con una agitación constante durante 5 min. (Solución B)
- Disolver cuidadosamente 1.0 g de ácido monocloroacético en 5.0 mL de agua destilada en un vaso precipitado de 50 mL. Agitar la solución con una bagueta. Añadir lentamente Na_2CO_3 sólo hasta alcanzar un pH básico (solución A). La medición de pH se realiza utilizando pH metro en el rango de pH 9.5 a 10.5.

Metodología para medición de temperatura

- Añadir lentamente la solución A al contenido del matraz que contiene eugenol y mantener la agitación a 90 – 95°C por 60 minutos. La

medición de temperatura se realiza durante el proceso de la síntesis orgánica.

- Enfriar la mezcla de reacción hasta alcanzar la temperatura ambiente utilizando un baño de agua y acidifique la mezcla con HCl 1:1 hasta alcanzar un pH ácido (solución A y B).
- Añadir una pequeña cantidad de hielo molido (5-10 g) a la solución B y agite hasta que el líquido amarillo se convierta en un sólido. Aíse el sólido por filtración en un embudo de vidrio. Lavar el sólido con agua para obtener un producto sólido de color amarillo pálido (Nguyen et al, 20014).

3.2.3. PURIFICACIÓN POR CRISTALIZACIÓN DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

- Purificar el producto como se indica a continuación: Transferir el producto crudo en un vaso de precipitado de 250 mL, añada 80 a 100 ml de agua caliente (aproximadamente a 90°C) y hierva por 5-10 minutos. Enfriar la solución a temperatura ambiente primero con un baño de agua y luego con un baño de agua helada.
- Separar el producto por filtración en un embudo de vidrio sinterizado y lavar los cristales con agua repetidas veces. Secar el sólido en una estufa por 60 minutos. Pese el producto obtenido (Nguyen et al, 2014).
- Caracterizar el producto obtenido.

DIAGRAMA DE BLOQUE DE SÍNTESIS ORGÁNICA PARA OBTENCIÓN DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

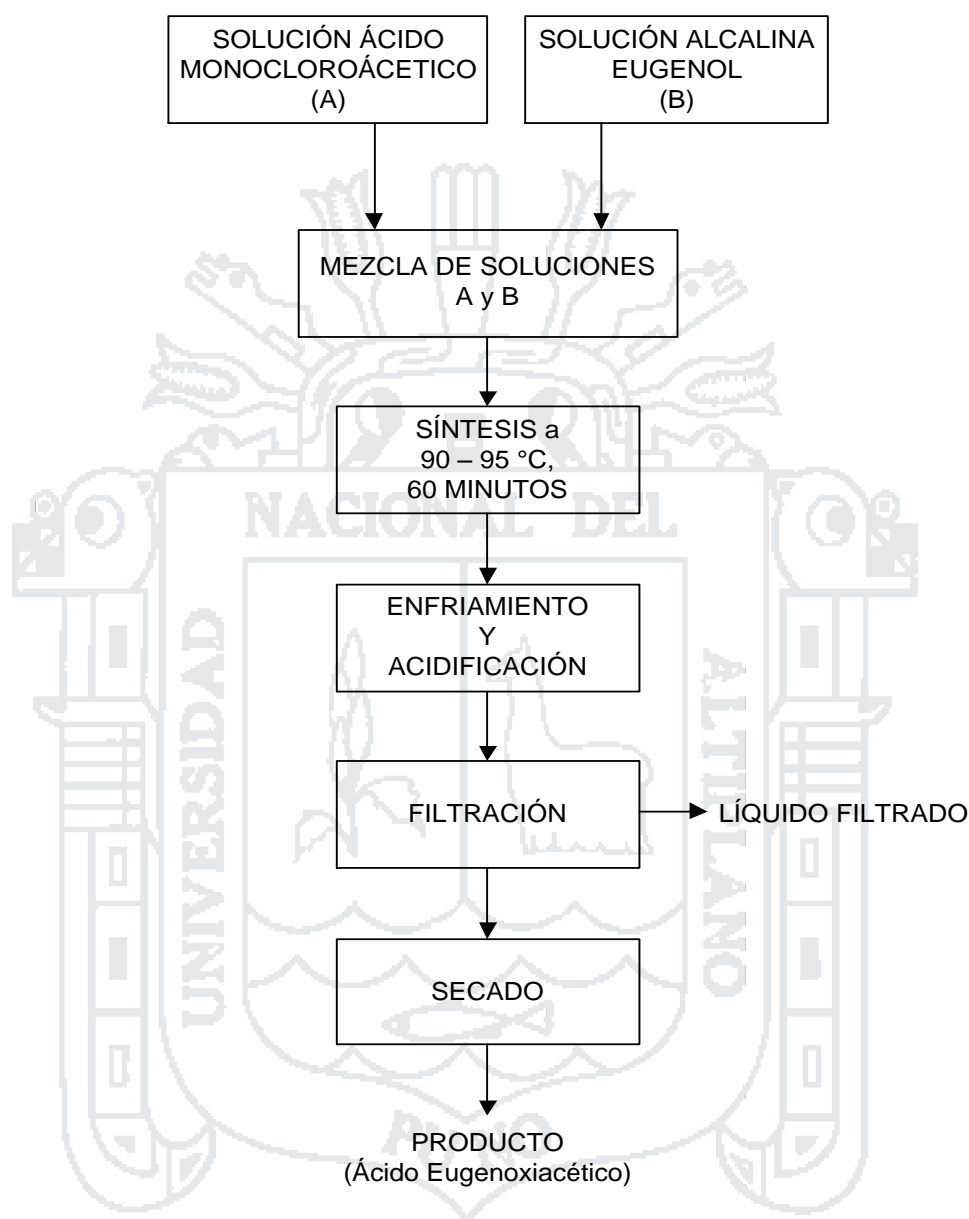


Figura 1: Diagrama de bloque de síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético

Fuente: (Elaboración propia)

3.3. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

3.3.1. DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN

- Colocar aproximadamente 0.5 g de la muestra en un mortero y proceder a molerla finamente.
- Introducir una pequeña cantidad de esta muestra en el tubo capilar, hasta una altura de 1 mm aproximadamente.
- Atar el capilar con la muestra a un termómetro a la mitad del bulbo del termómetro.
- Instalar el termómetro en el soporte con el tubo capilar, cuidando que el extremo abierto del capilar no quede sumergido en el aceite o parafina.
- Calentar lentamente el baño de aceite, observar constantemente la muestra, cuando esta empiece a fundirse, leer y registrar la temperatura del punto de fusión.
- Repetir la determinación con otro capilar que contenga muestra nueva. (Breña *et al*, 2009).

3.3.2. PRUEBAS DE SOLUBILIDAD DEL ÁCIDO EUGENOXIÁCETICO

Solubilidad en agua destilada

En un tubo de ensayo se coloca aproximadamente 0.1 g de muestra y se agrega 1 mL de agua destilada, luego se agita y se anota el resultado.

Solubilidad en etanol

En un tubo de ensayo se coloca aproximadamente 0.1 g de muestra y se agrega 1 mL de etanol, luego se agita y se observa la solubilidad.

Solubilidad en acetona

En un tubo de ensayo se coloca aproximadamente 0.1 g de muestra y se agrega 1 mL de acetona, luego se agita y se observa la solubilidad.

Solubilidad en metanol

En un tubo de ensayo se coloca aproximadamente 0.1 g de muestra y se agrega 1 mL de metanol, luego se agita y se anota el resultado.

3.3.3. DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN

- Preparar solución de ácido eugenoxicético
- Encender el equipo refractómetro digital
- Abrir el prisma, frotar la cara del prisma con hisopo de algodón humedecido con agua destilada.
- Una vez limpia y seca, se coloca dos gotas de solución muestra en la cara del prisma.
- Cerrar el prisma del refractómetro
- Efectuar la lectura del índice de refracción
- Limpiar la cara del prisma con hisopo y cerrar.

3.3.4. DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD

- Lavar el picnómetro con detergente enjuagando luego con agua destilada, secar en la estufa y enfriar en desecador
- Pesar el picnómetro vacío y anotar
- Pesar la muestra sólido (W)
- Llenar el picnómetro con agua destilada y se pesa (W1)
- Pesar el picnómetro + muestra + agua destilada (W2)

La densidad de la muestra sólida se determina utilizando la fórmula (Cárdenas, 1999).

$$D = \frac{W}{(W + W1) - W2}$$

METODOLOGÍA PARA RENDIMIENTO DE REACCIÓN

$$\% \text{ Rendimiento de reacción} = \frac{\text{masa experimental}}{\text{masa teórica}} \times 100$$

Cuadro 1: Instrumento de recogida de datos

1.	Ubicación geográfica : Puno-Perú
2.	Laboratorio: Control de Calidad Facultad de Ingeniería Química
3.	Número de ensayo : 13
4.	Medición de temperatura: 85-95°C
5.	Medición de pH: 10-11
6.	Medición de tiempo de reacción: 60 min
7.	Cantidad de eugenol utilizado: 2 mL
8.	Cantidad de reactivo monocloroacético: 1.0 g
9.	Cantidad de producto obtenido: 1.9987 g
10.	Punto de fusión del producto obtenido: 72°C
11.	Solubilidad del producto obtenido: Insoluble en agua destilada
12.	Índice de refracción del producto obtenido: 1.3634
13.	Densidad del producto obtenido: 1.3031 g/cm ³
14.	Características organolépticas: sólido, color amarillo pálido
15.	Observaciones:

Fuente: Elaboración propia

3.4. DISEÑO FACTORIAL CENTRADO ROTACIONAL

El diseño factorial 2^k centrado rotacional es el más completo dentro de los diseños 2^k , ya que permite evaluar directamente la curvatura de un modelo y a partir de ella optimizar el diseño factorial. Viene a ser una segunda

modificación del diseño factorial, ya que la primera es el adicionar puntos centrales, se le conoce también diseño central compuesto o Diseño Factorial Centrado Rotacional.

Para poder llevar a cabo esta modificación es necesario adicionar a los puntos factoriales además de los puntos centrales unos puntos llamados axiales, Puntos que permiten que el diseño “rote” sobre su eje 45° . Entonces un diseño 2^2 que inicialmente tiene 4 puntos factoriales al adicionarse los puntos axiales tendrá 8 alrededor del punto central y si se adicionan los 5 puntos centrales se tendrá un total de 13 puntos.

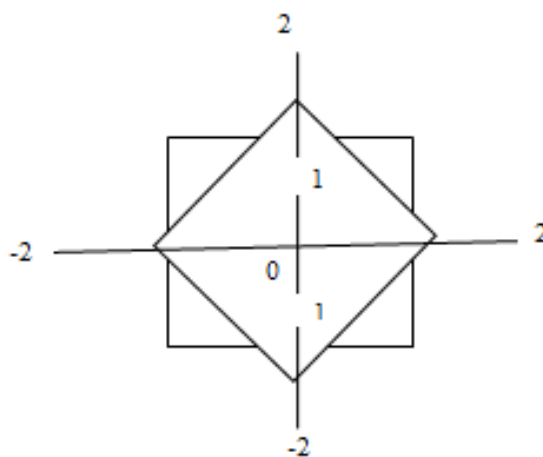


Figura 2: Diseño Factorial - Centrado Rotacional

En la figura 2 las distancias entre puntos factoriales son las mismas que entre puntos axiales entonces la distancia es igual a 2 y viene a ser la hipotenusa del triángulo, los catetos del mismo son iguales y se denominan lados “a”. Estos lados, a, corresponden a la distancia del centro del diseño a los puntos axiales (Montgomery, 2002).

$$h^2 = a^2 + a^2$$

$$a = (2)^{1/2} = 1.414$$

Elaborar una ecuación estadística – matemática que permita controlar la obtención del ácido eugenoxiacético por síntesis orgánica en función de las variables más importantes.

El modelo matemático de la ecuación es:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_1^2 + b_4X_2^2 + b_5X_1X_2$$

Dónde:

Y = Variable respuesta

X₁ = pH

X₂ = Temperatura de reacción

b₀, b₁, b₂, b₃, b₄ y b₅ coeficientes de correlación

3.5. VARIABLES Y OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES

VARIABLE INDEPENDIENTE (VI)

Las variables independientes consideradas en el presente estudio son:

- pH.
- Temperatura de reacción

VARIABLE DEPENDIENTE (VD)

- Rendimiento del ácido eugenoxiacético

VARIABLES INTERVINIENTES

- Tiempo
- Temperatura ambiental
- Presión atmosférica loca

Cuadro 2: Operacionalización de las variables

VARIABLES	INDICADORES	ÍNDICE
Variable Independiente <ul style="list-style-type: none"> pH de la reacción Temperatura de reacción 	<ul style="list-style-type: none"> pH de la reacción Temperatura de reacción 	<ul style="list-style-type: none"> Escala 1-14 85 - 95°C
Variable dependiente <ul style="list-style-type: none"> Ácido eugenoxicético 	<ul style="list-style-type: none"> Rendimiento de reacción 	<ul style="list-style-type: none"> %
Variables intervinientes <ul style="list-style-type: none"> Tiempo Temperatura ambiental Presión atmosférica Monocloroacético 	<ul style="list-style-type: none"> Tiempo Temperatura ambiental Presión atmosférica Monocloroacético 	<ul style="list-style-type: none"> min °C atm g

Fuente: Elaboración propia en base a operacionalización de variables

Cuadro 3: Niveles máximos y mínimos

Código	Factor	Unidad escala	Mínimo	Máximo
A	pH	escala	10	11
B	Temperatura	°C	85	95

Fuente: Elaboración propia en base a niveles máximos y mínimos.

Cuadro 4: Matriz de diseño fraccional centrado rotacional

N°	X1	X2	Recuperación
1	-1	-1	Y1
2	-1	+1	Y2
3	+1	-1	Y3
4	+1	+1	Y4
5	-1.414	0	Y5
6	+1.414	0	Y6
7	0	-1.414	Y7
8	0	+1.414	Y8
9	0	0	Y9
10	0	0	Y10
11	0	0	Y11
12	0	0	Y12
13	0	0	Y13

Fuente: Elaboración propia en base a diseño centrado rotacional

Ecuación de regresión

El modelo de la ecuación es:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_1^2 + b_4X_2^2 + b_5X_1X_2$$

Donde:

Y = Variable respuesta

X₁ = pH

X₂ = Temperatura de reacción

b₀, b₁, b₂, b₃, b₄ y b₅ coeficientes de correlación.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. PRUEBAS EXPERIMENTALES DE OBTENCIÓN DEL ÁCIDO

EUGENOXIACÉTICO

Condiciones de Operación

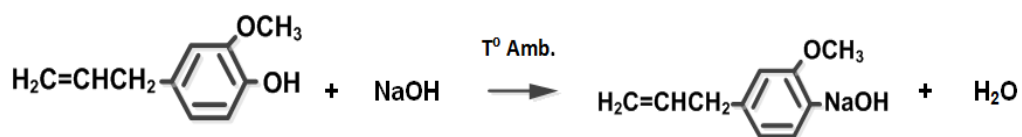
Cantidad de eugenol	: 2 mL
Cantidad de ácido monocloroacético	: 1.0 g
pH	: 10 – 11
Temperatura (de síntesis)	: 85°C a 95°C
Presión local (Puno)	: 486 mm de Hg
Temperatura ambiental	: 15°C

4.2. CÁLCULO DE RENDIMIENTO DE REACCIÓN TEÓRICA

Cantidad de sustancias reaccionantes.

Eugenol	: 2 mL
Densidad de eugenol	: 1.07 g/ cm ³ (Manual Merck)
Masa de eugenol	: 1.07g/mL x 2 mL= 2.14 g
Hidróxido de sodio	: 0.6 g

Etapa 1



Eugenol	Hidróxido de sodio		Eugenóxido de sodio	Agua
164.2g/mol	40g/mol	→	186.2g/mol	18g/mol
1mol	1mol	→	1mol	1mol
164.2g	40g	→	186.2g	18g
204.2g		=	204.2g	
A	+	B	→	C
				+
				D

Determinación de reactivo limitante de la reacción.

$$\frac{2.14}{164.2} = 0.013 \qquad \frac{0.6}{40} = 0.015$$

El reactivo limitante es eugenol por tener menor fracción

Cálculo de masa teórica de C

$$\frac{186.2 \text{ g C}}{164.2 \text{ g A}} \times 2.14 \text{ g A} = 2.43 \text{ g C}$$

A = Eugenol

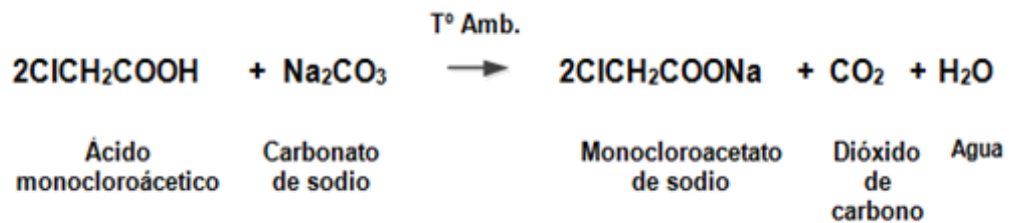
D = Hidróxido de sodio

C = Eugenóxido de sodio

D = Agua

Etapa 2

Ácido monocloroacético : 1 g



94.5g/mol 106g/mol → 116.5g/mol 44g/mol 18g/mol

2mol 1mol → 2mol 1mol 1mol

189g 106g → 233g 44g 18g

295g = 295g

2 E + F → 2 G + H + K

Cálculo de masa de F (carbonato de sodio)

$$\frac{106 \text{ g F}}{189 \text{ g E}} \times 1 \text{ g E} = 0.56 \text{ g F}$$

Determinación de reactivo limitante

$$\frac{1 \text{ g}}{189 \text{ g}} = 0.00529 \qquad \frac{0.56 \text{ g}}{106 \text{ g}} = 0.00528$$

Se considera reactivo limitante el carbonato de sodio

Cálculo de masa teórica de G (monocloroacetato de sodio)

$$\frac{233 \text{ g G}}{106 \text{ g F}} \times 0.56 \text{ g F} = 1.23 \text{ g G}$$

E = Ácido monocloroacético

F = Carbonato de sodio

G = monocloroacetato de sodio

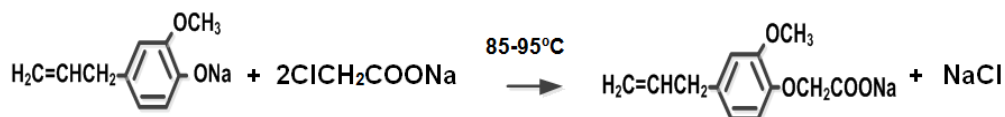
H = Dióxido de carbono

K = Cloruro de sodio

Etapa 3

Eugenóxido de sodio : 2.43 g

Monocloroacetato de sodio: 1.23 g



Eugenóxido de sodio	Monocloroacetato de sodio	→	Eugenoxiacetato de sodio	Cloruro de sodio
---------------------	---------------------------	---	--------------------------	------------------

186.2 g/mol	116.5 g/mol	→	244.2 g/mol	58.45g/mol
-------------	-------------	---	-------------	------------

1mol	1mol	→	1mol	1mol
------	------	---	------	------

186.2g	116.5g	→	244.2g	58.45g
--------	--------	---	--------	--------

302.7g	=	302.7g
--------	---	--------

C	+	G	→	J	+	K
---	---	---	---	---	---	---

Determinación de reactivo limitante de la reacción

$$\frac{2.43 \text{ g}}{186.2 \text{ g}} = 0,013 \qquad \frac{1.23 \text{ g}}{116.5 \text{ g}} = 0.011$$

El reactivo limitante es el G (monocloroacetato de sodio)

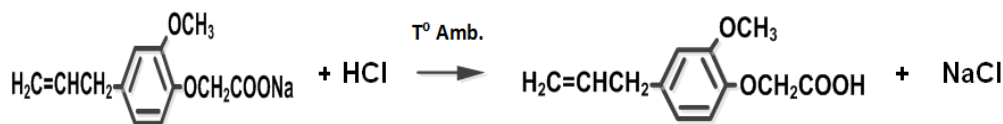
Cálculo de masa teórica de J (Eugenoxiacetato de sodio)

$$\frac{244.2 \text{ g J}}{116.5 \text{ g G}} \times 1.23 \text{ g G} = 2.58 \text{ g J}$$

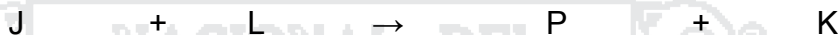
J = Eugenoxiacetato de sodio

Etapa 4

Eugenoxiacetato de sodio : 2.58 g



Eugenoxiacetato de sodio	Ácido clorhídrico	→	Ácido eugenóxiacético	Cloruro de sodio
244.2 g/mol	36.45 g/mol	→	222.2 g/mol	58.45g/mol
1mol	1mol	→	1mol	1mol
244.2g	36.45g	→	222.2g	58.45g
280.65g		=	280.65g	



Cálculo de la sustancia L (ácido clorhídrico)

$$\frac{36.45 \text{ g L}}{244.2 \text{ g J}} \times 2.58 \text{ g J} = 0.39 \text{ g L}$$

Determinación de reactivo limitante en la reacción

$$\frac{2.58 \text{ g}}{244.2 \text{ g}} = 0.0106 \qquad \frac{0.39 \text{ g}}{36.45 \text{ g}} = 0.0107$$

El reactivo limitante es el J (eugenoxiacetato de sodio)

Cálculo de masa teórica de P (ácido eugenoxiacético)

$$\frac{222.2 \text{ g P}}{244.2 \text{ g J}} \times 2.58 \text{ g J} = 2.35 \text{ g P}$$

Por lo tanto la masa teórica calculada del ácido eugenoxiacético es 2.35 g

$$\% \text{ Rendimiento de reacción} = \frac{\text{masa experimental}}{\text{masa teórica}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento de reacción} = \frac{\text{masa experimental}}{2.35 \text{ g}} \times 100$$

Cálculo de rendimiento de reacción

Ensayo 1

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.880}{2.35} \times 100 = 80.0\%$$

Ensayo 2

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9975}{2.35} \times 100 = 85.0\%$$

Ensayo 3

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9035}{2.35} \times 100 = 81.0\%$$

Ensayo 4

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9740}{2.35} \times 100 = 84.0\%$$

Ensayo 5

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9153}{2.35} \times 100 = 81.5\%$$

Ensayo 6

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9270}{2.35} \times 100 = 82.0\%$$

Ensayo 7

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.8565}{2.35} \times 100 = 79.0\%$$

Ensayo 8

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9975}{2.35} \times 100 = 85.0\%$$

Ensayo 9

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9905}{2.35} \times 100 = 84.7\%$$

Ensayo 10

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9787}{2.35} \times 100 = 84.2\%$$

Ensayo 11

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9928}{2.35} \times 100 = 84.8\%$$

Ensayo 12

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9717}{2.35} \times 100 = 83.9\%$$

Ensayo 13

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{1.9811}{2.35} \times 100 = 84.3\%$$

4.3. RESULTADOS DE RENDIMIENTO DE REACCIÓN

Cuadro 5: Reactantes y Producto

N° de ensayo	REACTANTES			PRODUCTO
	Eugenol (g)	Hidróxido de sodio (g)	Ácido monocloroacético (g)	Ácido eugenoxiacético obtenido (g)
1	2.14	0.6001	1.0001	1.8800
2	2.14	0.6001	1.0	1.9975
3	2.14	0.6	1.0001	1.9035
4	2.14	0.6001	1.0001	1.9740
5	2.14	0.6	1.0001	1.9153
6	2.14	0.6001	1.0	1.9270
7	2.14	0.6	1.0	1.8565
8	2.14	0.6	1.0001	1.9975
9	2.14	0.6001	1.0001	1.9905
10	2.14	0.6	1.0001	1.9787
11	2.14	0.6001	1.0001	1.9928
12	2.14	0.6	1.0	1.9717
13	2.14	0.6	1.0	1.9811

Fuente: Elaboración propia en base a cantidades de reactantes utilizados

Cuadro 6: Calculo de rendimiento de reacción

N°	X1	X2	Masa teórica (g)	Masa experimental (g)	%Rendimiento
1	-1	-1	2.35	1.8800	80.0
2	-1	+1	2.35	1.9975	85.0
3	+1	-1	2.35	1.9035	81.0
4	+1	+1	2.35	1.9740	84.0
5	-1.414	0	2.35	1.9153	81.5
6	+1.414	0	2.35	1.9270	82.0
7	0	-1.414	2.35	1.8565	79.0
8	0	+1.414	2.35	1.9975	85.0
9	0	0	2.35	1.9905	84.7
10	0	0	2.35	1.9787	84.2
11	0	0	2.35	1.9928	84.8
12	0	0	2.35	1.9717	83.9
13	0	0	2.35	1.9811	84.3

Fuente: Elaboración propia en base a Diseño Rotacional

En el cuadro 6, muestra el matriz de diseño con las variables codificadas -1 y +1 de X1 y X2. Teniendo en cuenta que los puntos centrales se ubican en el punto cero, que es el punto que se encuentra entre -1 y +1. El valor codificado -1 representa al mínimo y el valor +1 representa al máximo. Además nos muestra el rendimiento de reacción el mismo que ha sido calculado en base a la masa teórica calculada y masa experimental obtenida.

Cuadro 7: Resultados de rendimiento en diseño experimental

N°	X1	X2	pH	Temperatura	%Rendimiento
1	-1	-1	10	85	80.0
2	-1	+1	10	95	85.0
3	+1	-1	11	85	81.0
4	+1	+1	11	95	84.0
5	-1.414	0	9.8	90	81.5
6	+1.414	0	11.2	90	82.0
7	0	-1.414	10.5	83	79.0
8	0	+1.414	10.5	97	85.0
9	0	0	10.5	90	84.7
10	0	0	10.5	90	84.2
11	0	0	10.5	90	84.8
12	0	0	10.5	90	83.9
13	0	0	10.5	90	84.3

Fuente: Elaboración propia en base a diseño centrado rotacional

En el cuadro 7, muestra el matriz de diseño con las variables codificadas y variables naturales (variables decodificadas) de X1 y X2. Donde X1 es la variable pH (10 y 11) y X2 es la variable temperatura (85 y 95°C). Además nos muestra el rendimiento de reacción para las 13 pruebas experimentales de acuerdo al diseño centrado rotacional

4.4. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DEL DISEÑO FACTORIAL

Cuadro 8: efectos estimados para rendimiento de reacción

Efecto	Estimado	Error Estd.	V.I.F.
promedio	84.38	0.201506	
A:pH	0.176755	0.318609	1.0
B:Temperatura	4.12131	0.318607	1.0
AA	-2.31751	0.341671	1.01731
AB	-1.0	0.45058	1.0
BB	-2.06749	0.341667	1.01731

Fuente: Efectos estimados por programa STATGRAPHICS

En el cuadro 8 muestra las estimaciones para cada uno de los efectos puros de A y B estimados y las interacciones AA, AB y BB. También se muestra el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo. Note también que el factor de inflación de varianza (V.I.F.) más grande, es igual a 1.01731. Para un diseño perfectamente ortogonal, todos los factores serían igual a 1. Factores de 10 o más normalmente se interpretan como indicativos de confusión seria entre los efectos.

4.5. ANÁLISIS DE VARIANZA

Cuadro 9: Análisis de varianza para rendimiento de reacción

Fuente	Suma de Cuadrados	G l	Cuadrado Medio	Razón -F	Valor-P
A:pH	0.0624846	1	0.0624846	0.31	0.5963
B:Temperatura	33.9706	1	33.9706	167.32	0.0000
AA	9.34056	1	9.34056	46.01	0.0003
AB	1.0	1	1.0	4.93	0.0619
BB	7.43402	1	7.43402	36.62	0.0005
Error total	1.42116	7	0.203022		
Total (corr.)	51.3077	1 2			

Fuente: ANOVA estimado por programa STATGRAPHICS

En el cuadro 9, nos muestra los resultados de análisis de varianza. El valor P viene ser la probabilidad, si el valor de P es menor que 0.05 la variable es significativo y si es mayor que 0.05 la variable no es significativo. En el cuadro nos muestra que la variable significativa es la temperatura por tener un valor menor a 0.05; seguido de la interacción AA.

R-cuadrada = 97.2301 porciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 95.2517 porciento

Error estándar del est. = 0.45058

Error absoluto medio = 0.306153

Estadístico Durbin-Watson = 1.82903 (P=0.6368)

Autocorrelación residual de Lag 1 = 0.0472055

En el cuadro 9 ANOVA particiona la variabilidad de rendimiento de reacción en bloques separadas para cada uno de los efectos. Entonces prueba la significancia estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, 3 efectos tienen un valor-P menor que 0.05, indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95.0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 97.2301% de la variabilidad en Rendimiento de reacción. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 95.2517%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0,45058. El error medio absoluto (MAE) de 0.306153 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5.0%, no hay indicación de autocorrelación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5.0%.

4.6. ESTIMACIÓN DE EFECTOS Y MODELO MATEMÁTICO

Cuadro 10: Coeficientes de regresión para rendimiento de reacción

Coeficiente	Estimado
Constante	-989.512
A:pH	115.512
B:Temperatura	9.95508
AA	-4.63503
AB	-0.2
BB	-0.0413497

Fuente: Coeficientes estimados por programa STATGRAPHICS

La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Rendimiento de reacción} = -989.512 + 115.512 \cdot \text{pH} + 9.95508 \cdot \text{Temperatura} - 4.63503 \cdot \text{pH}^2 - 0.2 \cdot \text{pH} \cdot \text{Temperatura} - 0.0413497 \cdot \text{Temperatura}^2$$

En donde los valores de las variables están especificados en sus unidades originales.

4.7. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA

Meta: maximizar rendimiento de reacción

Valor óptimo = 85.4452

Cuadro 11: Respuesta de optimización

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
pH	9.79289	11.2071	10.4068
Temperatura (°C)	82.9289	97.0711	95.2055

Fuente: Optimización estimado por programa STATGRAPHICS

En el cuadro 11 muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza Rendimiento de reacción sobre la región indicada. También muestra la combinación de factores a la cual se alcanza el óptimo. La máxima optimización alcanzada en el rendimiento de reacción es de 85.4452%. Así mismo muestra las variables óptimas de pH 10.4068; la temperatura de reacción 95°C.

4.8. DIAGRAMA DE PARETO

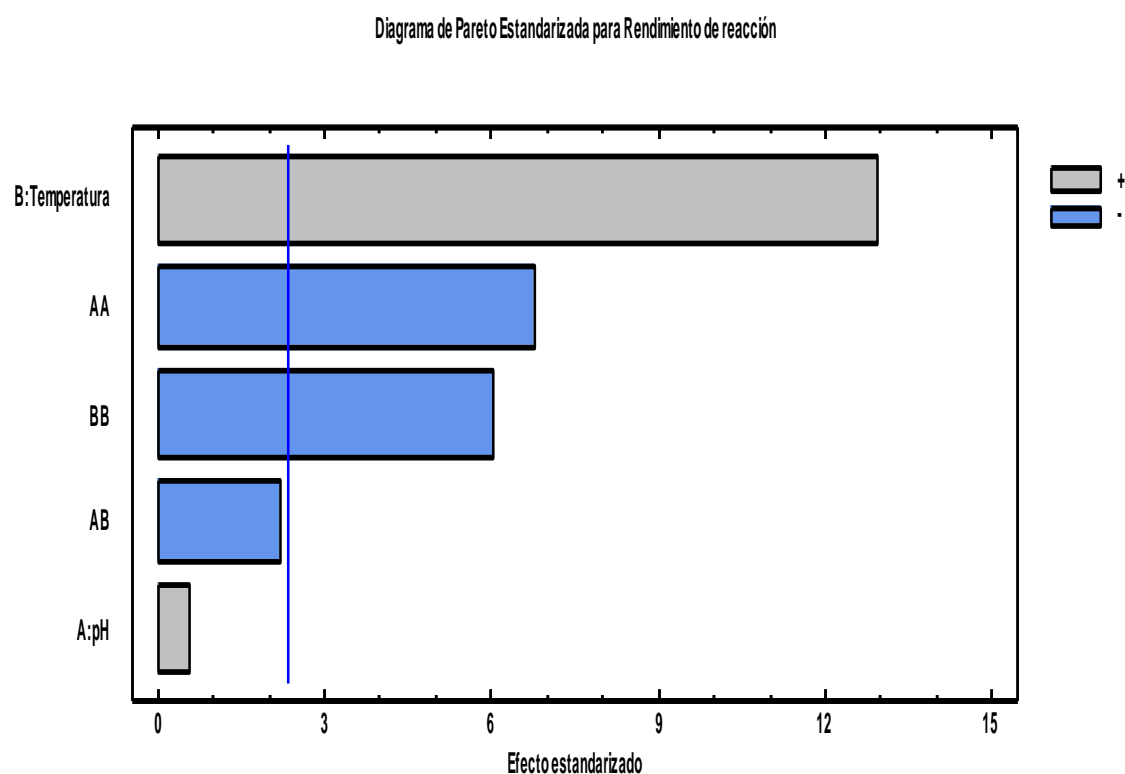


Figura 3: Diagrama de Pareto estandarizado

En la figura 3 nos muestra los efectos de los factores en el rendimiento de reacción. El factor B (temperatura de reacción) tiene mayor efecto en el rendimiento de reacción. Las interacciones AA y BB tienen mayor significancia y el factor A puro (pH) tiene menor significancia en el rendimiento de reacción.

Gráfica de Efectos Principales para Rendimiento de reacción

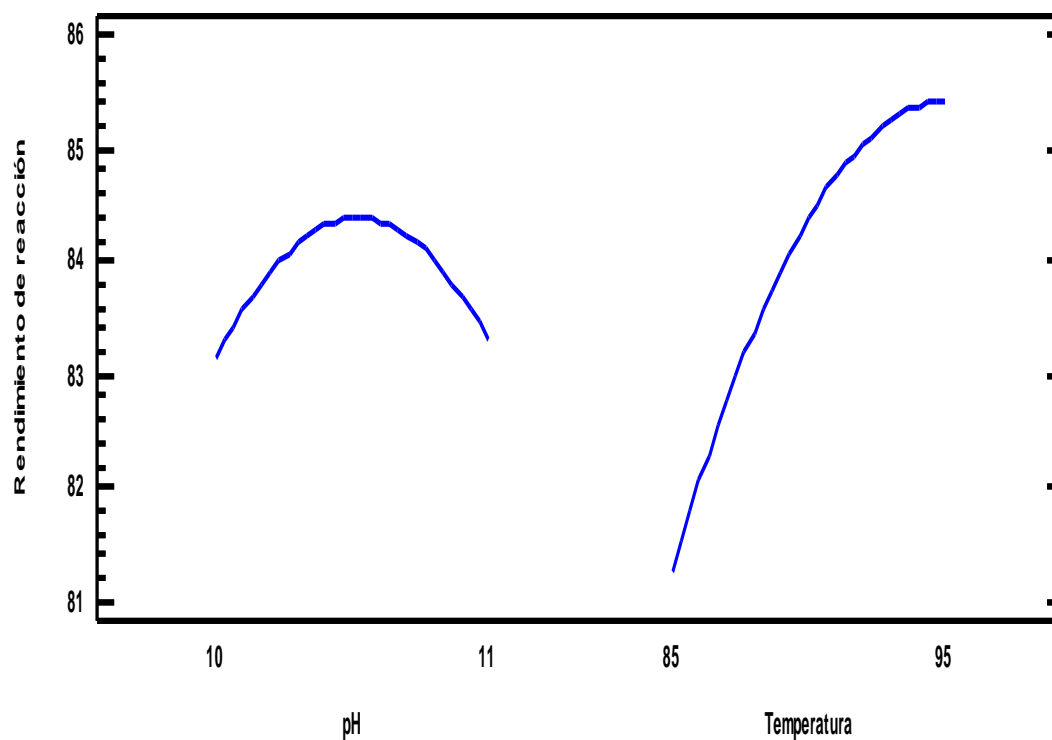


Figura 4: Efectos principales para rendimiento de reacción

En la figura 4, se puede apreciar que la variable pH aumenta de 10 hasta 10.5 y luego disminuye en función de rendimiento de reacción. En cuanto a la temperatura de reacción aumenta linealmente hasta temperatura de 95°C, con rendimiento de reacción aproximadamente 85%:

4.9. SUPERFICIE DE RESPUESTA ESTIMADA

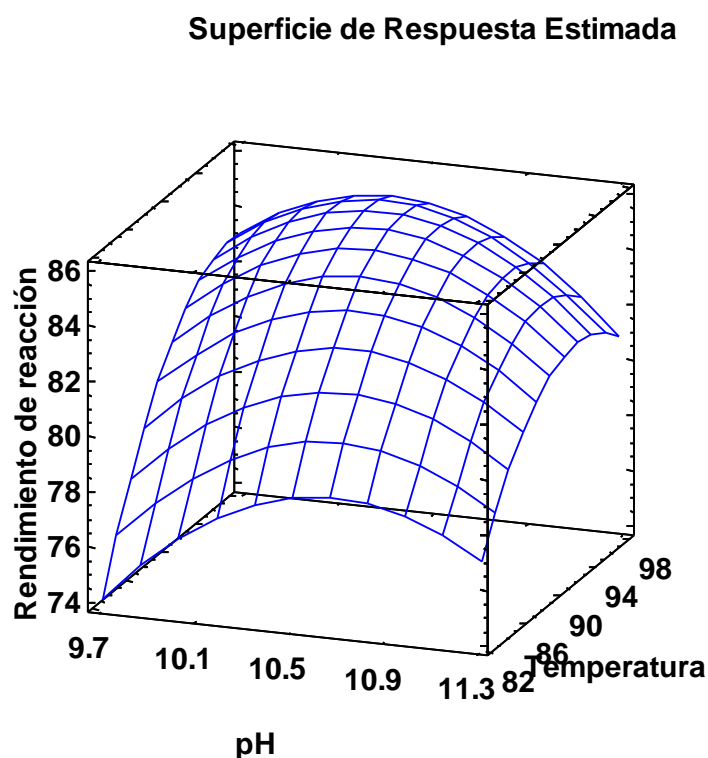


Figura 5: Superficie de respuesta

La figura 5 nos muestra la superficie de respuesta para el rendimiento de reacción. El rendimiento de reacción es aproximadamente el 86% en función de pH (10.5) y temperatura de reacción (95°C).

Cuadro 12: Resultados estimados para rendimiento de reacción

	Observados	Ajustados	Inferior 95.0%	Superior 95.0%
Fila	Valores	Valores	para Media	para Media
1	84.7	84.38	83.9035	84.8565
2	79.0	79.3983	78.556	80.2406
3	85.0	84.6598	83.8175	85.5021
4	80.0	79.5385	78.6962	80.3808
5	85.0	85.2267	84.3844	86.069
6	82.0	82.1875	81.3452	83.0298
7	84.2	84.38	83.9035	84.8565
8	84.0	83.8365	82.9942	84.6789
9	81.0	80.7152	79.8729	81.5575
10	84.8	84.38	83.9035	84.8565
11	81.5	81.9375	81.0952	82.7798
12	83.9	84.38	83.9035	84.8565
13	84.3	84.38	83.9035	84.8565

Fuente: Efectos estimados por programa STATGRAPHICS

Este cuadro contiene información acerca de los valores de rendimiento de reacción generados usando el modelo ajustado. En el cuadro incluye:

- (1) los valores observados de rendimiento de reacción (si alguno)
- (2) el valor predicho de rendimiento de reacción usando el modelo ajustado
- (3) intervalos de confianza del 95.0% para la respuesta media

Cada ítem corresponde a los valores de los factores experimentales en una fila específica de su archivo de datos. Para generar pronósticos para las

combinaciones adiciones de los factores, agregue filas al final su archivo de datos. En cada nueva fila, introduzca valores para los factores experimentales pero deje vacía la celda para la respuesta. Cuando regrese a esta ventana, se habrán agregado pronósticos a la tabla para las nuevas filas pero el modelo no se verá afectado.

CÁLCULO DE LA DENSIDAD DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

Peso de ácido eugenoxiacético (W) = 0.4020 g

Peso de picnómetro más agua destilada (W1) = 51.1712 g

Peso del picnómetro + muestra + agua destilada (W2) = 51.2647 g

La densidad de la muestra sólida se determina utilizando la fórmula (Cárdenas, 1999).

$$D = \frac{W}{(W + W1) - W2}$$

$$D = 1.3031 \text{ g/cm}^3$$

4.10. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

Características organolépticas

Aspecto	: Sólido
Color	: Amarillo pálido
Olor	: Característico del producto

Características físicas

Índice de refracción	: 1.3634
Densidad	: 1.3031 g/cm ³

Temperatura de fusión	: 72°C
Solubilidad en agua	: insoluble
Solubilidad en etanol	: soluble
Solubilidad en metanol	: Soluble
Solubilidad en acetona	: Soluble

UTILIDAD DEL PRODUCTO ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO

Debido a sus propiedades antibacterianas y antioxidantes en el futuro tendría usos y aplicaciones en:

- Jugos
- Bebidas refrescantes
- Néctares
- Yogurt
- Margarinas
- Mermeladas
- Conservas
- Salsas

PRUEBA DE ENSAYO ANTIBACTERIANA EN JUGO DE NARANJA

Cantidad de jugo de naranja : 100 mL

Cantidad de ácido eugenoxiacético : 0.1 g

Resultado: Según las pruebas preliminares en la muestra de jugo de naranja con ácido eugenoxiacético no se observó fermentación alguna, en comparación con jugo de naranja sin ácido eugenoxiacético se observó inicio de la fermentación (blanco).

Cabe señalar que el uso del ácido eugenoxiacético en alimentos amerita otra investigación para realizar pruebas antioxidantes y antibacterianas.

CARACTERIZACIÓN ESPECTRAL DE INFRARROJO

ANEXO

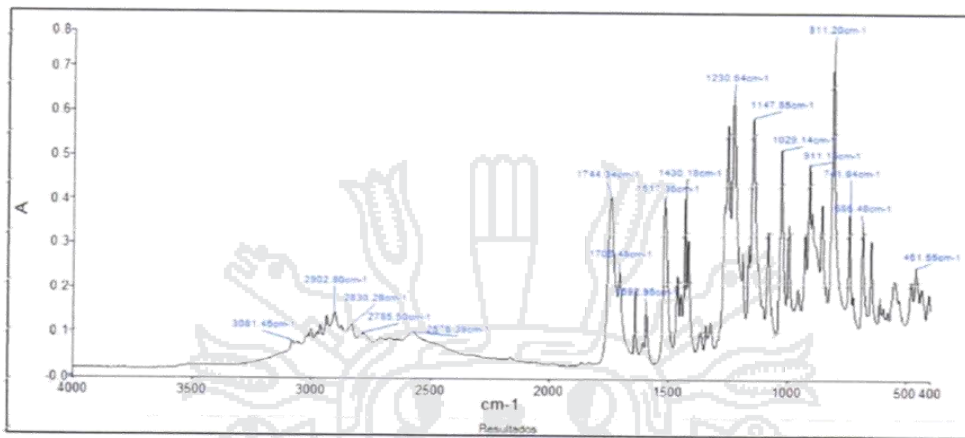


Figura N° 1: Espectro infrarrojo de la muestra sólida a partir de eugenol. La muestra sólida corresponde al ácido eugenoxicético.

TABLA N°1. Asignación de los picos en el espectro de la muestra sólida.

PICOS (cm ⁻¹)	VIBRACIÓN	ESTRUCTURA
1744.34	C=O	
1230.64	C-O-C	
1147.85		
1592.95	C=C	
1517.36		
1430.18		

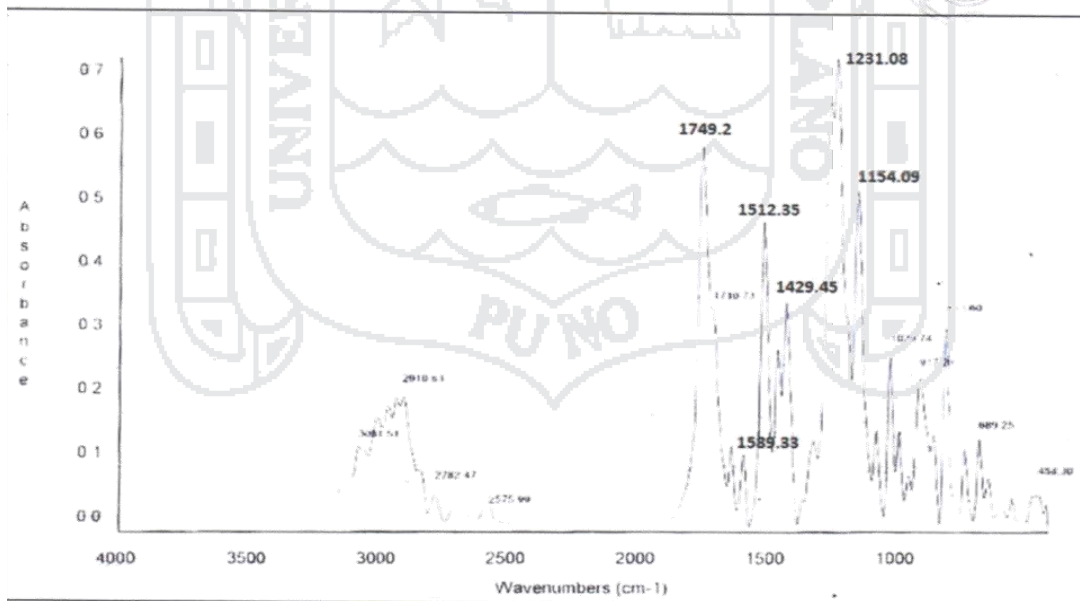
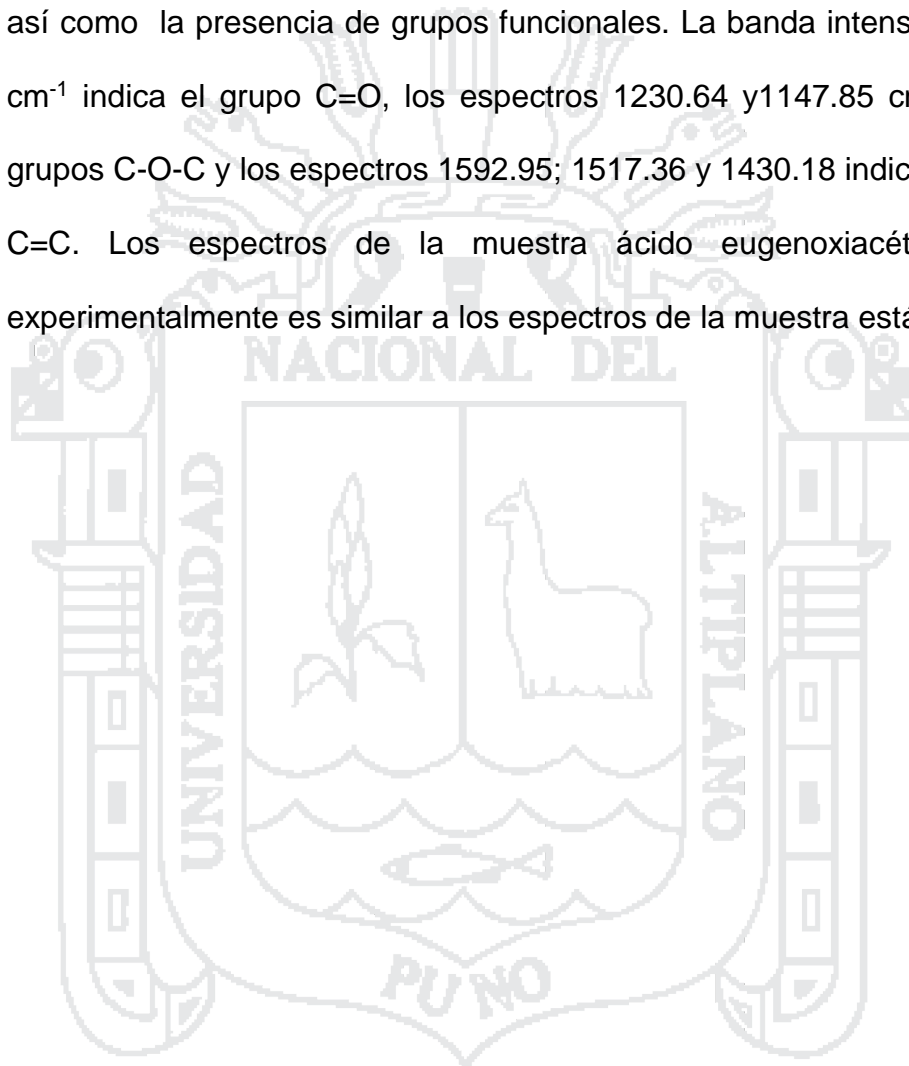


Figura N° 2: Espectro infrarrojo del estándar del ácido eugenoxicético.

Figura 6: Espectro infrarrojo de la muestra obtenida

En la figura 6 se muestra los picos infrarrojo de la muestra obtenida, el mismo que ha sido graficado absorbancia (A) en función de número de onda (cm^{-1}).

El espectro infrarrojo ha permitido identificar la estructura del compuesto así como la presencia de grupos funcionales. La banda intensa en 1744.34 cm^{-1} indica el grupo C=O, los espectros 1230.64 y 1147.85 cm^{-1} indica los grupos C-O-C y los espectros 1592.95 ; 1517.36 y 1430.18 indican los grupos C=C. Los espectros de la muestra ácido eugenoxiacético obtenido experimentalmente es similar a los espectros de la muestra estándar.

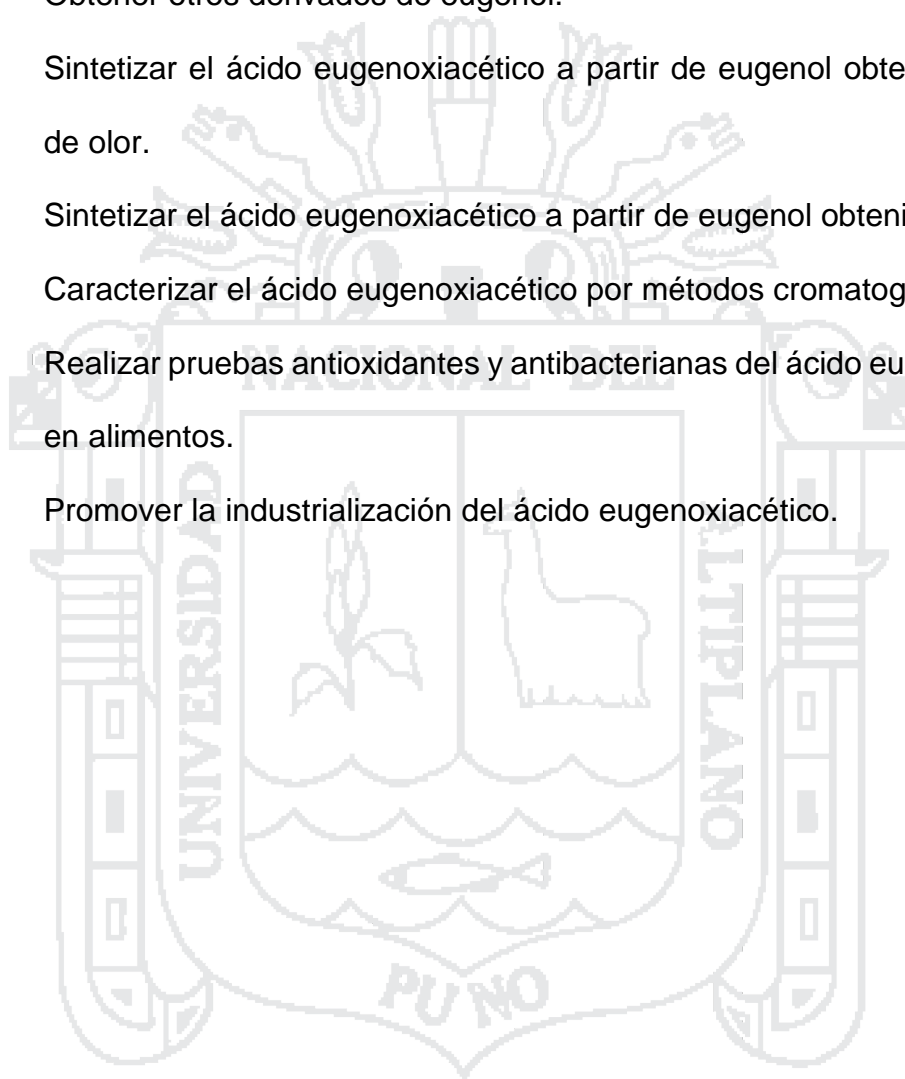


CONCLUSIONES

1. El pH es una de las variables importantes en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético, la reacción ocurre en condiciones alcalinas, siendo el pH óptimo de 10.4.
2. La síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético se realiza a altas temperaturas, siendo la temperatura de reacción óptima de 95°C.
3. El producto obtenido presenta las características físicas siguientes:
Índice de refracción : 1.3634
Densidad : 1.3031 g/cm³
Temperatura de fusión : 72°C
4. Según las pruebas de solubilidad realizadas el ácido eugenoxiacético es insoluble en agua destilada y es soluble en solventes orgánicos como etanol, metanol y acetona.
5. El rendimiento de reacción en la síntesis orgánica del ácido eugenoxiacético fue de 85.0%. Según los resultados optimizados por diseño experimental.
6. El modelo matemático que permite optimizar el rendimiento de reacción es:
Rendimiento de reacción = - 989.512 + 115.512*pH +
9.95508*Temperatura - 4.63503*pH² - 0.2*pH*Temperatura -
0.0413497*Temperatura².

RECOMENDACIONES

1. Obtener el eugenol a partir de canela cultivada en el Departamento de Madre de Dios.
2. Obtener otros derivados de eugenol.
3. Sintetizar el ácido eugenoxicético a partir de eugenol obtenido de clavo de olor.
4. Sintetizar el ácido eugenoxicético a partir de eugenol obtenido de canela.
5. Caracterizar el ácido eugenoxicético por métodos cromatográficos.
6. Realizar pruebas antioxidantes y antibacterianas del ácido eugenoxicético en alimentos.
7. Promover la industrialización del ácido eugenoxicético.



BIBLIOGRAFÍA

1. Armas, R., C., Camacho, J. (1987). Química general. Editorial Libertad EIRL, Trujillo-Perú.
2. Agudelo, A., F. (2011). Síntesis Orgánica. Editorial Ediciones Elizcom, Armenia.
3. Bruneton J. (2001) "Fitoquímica plantas Medicinales" Editorial Acribia, S.A. segunda edición Zaragoza (España)
4. Belarmino, T. Otavio, P. Fernandes, S. Maira, T. (2015). Synthesis and antimicrobial activity of 6-triazolo-6-deoxy eugenol glucosides. Carbohydrate research, 410, 1-8.
5. Barluenga, M. J. (1987). Manual de Química Orgánica. Editorial Reverté, Barcelona-España.
6. Breña, J. Neira, E. Visa, C. Hermoza, E. Tuesta, T. Bullón, O. (2009). Laboratorio de Química Orgánica I. Primera edición, Editorial Universitaria. Lima-Perú.
7. Cárdenas, J. (1999). Guía de Laboratorio Fisicoquímica, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima-Perú.
8. Cerpa Chavez Manuel G. (2007), Hidrodestilación de Aceites Esenciales Modelo y caracterización, Tesis Doctoral Valladolid.
9. Geankoplis, Christie J. (2009), "Procesos de Transporte y Principios de Procesos de Separación" Cuarta edición, Grupo editorial patria S.A. de C.V. México.
10. Habib Horchani, Nadia Ben Salem, Zied Zarai, Adel Sayari, Youssef Gargouri, Moncef Chaabouni. (2010). Enzymatic synthesis of eugenol benzoate by immobilized Staphylococcus aureus lipase: Optimization using

- response surface methodology and determination of antioxidant activity. *Bioresource Technology*, 101, 2809-2817.
11. H.D. Durst, G.W. Gokel. (1985). *Química Orgánica Experimental*. Editorial, Reverté.
 12. E. Chaieb, A. Bouyanzer, B. Hammouti, M. Benkaddour. (2005). Inhibition of the corrosion of steel in 1M HCl by eugenol derivatives. *Applied Surface Science*. 246, 199-206.
 13. G. Devore. (1982). *Química orgánica*. Décima segunda edición, Publicaciones Cultural, S.A. México.
 14. Kuma, E. (2000). Destilación de aceites esenciales. *Cadena alimentaria*. Revista para el procesamiento de alimentos a pequeña escala. National Lottery Charities Board. ITDG. 5, 8-11.
 15. Kyong Ju Jeong, Do Yeon Kim, Hai-Yan, Hee Kyung Jo, Go Woon Kim, Sung Hyun Chung. (2014). Effects of eugenol on hepatic glucose production and AMPK signaling pathway in hepatocytes and C57BL/6J mice. *Fitoterapia*. 93, 150-162.
 16. McCabe Warren L., Smith Julian C., Harriott P. (1991). *Operaciones unitarias en Ingeniería Química*, Cuarta edición. McGraw-Hill España
 17. Montgomery, Douglas. (2002). *Diseño y análisis de experimentos*. Editorial Limusa, México.
 18. Naz chaibakhsh, Mahiran Basri, Syaidatul hani Mohamed Anuar, mohd Basyaruddin Abdul Rahman, malahat Rezayee. (2012). Optimization of enzymatic synthesis of eugenol ester using statistical approaches. *Biotechnology*, 1, 226-231.

19. Nguyen, Tien Thoa, Nguyen Minh Hai, Nguyen Van Noi, Truong Thanh Yu. (2014). Chemistry: To flavor of life, 46th ICho, Editorial Bearol, Vietnam.
20. Solomons T.W.G. (2006). Química Orgânica. Edit. Limusa. México.
21. Perry Robert H. y Don W. Green (2001) "Manual del Ingeniero Químico" séptima edición Impreso en España. McGRAW-HILL, Inter Americana de España, S.A.H.
22. Rojo, L. Vásquez, B. San Román, J. Beb, S. (2008). Eugenol functionalized poly(acrylic acid) derivatives in the formation of glassionomer cements. Dental Materials. 24, 1709-1716.
20. Warren S. (1983). Diseño de Síntesis Orgánica. Introducción programada al método del Sintón. Edit. Alambra
21. R.Q. Brewster, C.A. Vander Werf, W.E. McEwen. (1965). Curso Práctico de Química Orgánica: Editorial Alhambra.
22. Wengiang Guan, Shufen Li, Ruixiang Yan, Shaokun Tang, Can Quan, (2007). Comparison of essential oils of clove buds extracted with supercritical carbon dioxide and other three traditional extraction methods. Food Chemistry, 101, 1558-1564.
23. Yoshimura, T. Shimasaki, T. Teramoto, N. Shibata, M. (2015). Bio-based polymer networks by thiol-ene photopolymerization of allyl-etherified eugenol derivatives. European Polymer Journal, 67, 397-408.



UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA
 FACULTAD DE CIENCIAS
LABICER (Laboratorio N° 12)
ANÁLISIS QUÍMICO, CONSULTORÍA E INVESTIGACIÓN



INFORME TÉCNICO N° 1039 – 16 – LAB. 12

1. **DATOS DEL SOLICITANTE**
 - 1.1 NOMBRE DEL SOLICITANTE : HÉCTOR RAÚL MAMANI PINTO
 - 1.2 DNI : 42444181
2. **CRONOGRAMAS DE FECHAS**
 - 2.1 FECHA RECEPCIÓN : 27 / 06 / 2016
 - 2.2 FECHA DE ENSAYO : 09 / 07 / 2016
 - 2.3 FECHA DE EMISIÓN : 12 / 07 / 2016
3. **ANÁLISIS SOLICITADO** : ANÁLISIS POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
4. **DATOS REFERENCIALES DE LA MUESTRA SEGÚN EL CLIENTE**
 - 4.1 DESCRIPCIÓN DE LA MUESTRA : MUESTRA SÓLIDA SINTETIZADA A PARTIR DE EUGENOL (ACEITE ESENCIAL DEL CLAVO DE OLOR)
5. **LUGAR DE RECEPCIÓN** : LABORATORIO N°12 - FACULTAD DE CIENCIAS
6. **CONDICIONES AMBIENTALES** : **ANEXOS** Temperatura: 20.9 °C; Humedad relativa: 75%
7. **EQUIPO UTILIZADO** : Espectrofotómetro Infrarrojo PERKIN ELMER ,FRONTIER
8. **RESULTADOS**

MUESTRA	ANÁLISIS	RESULTADO	MÉTODO
M1	Identificación del perfil espectrográfico de infrarrojo en comparación de muestra patrón	El perfil espectrográfico del infrarrojo coincide con espectro infrarrojo del ÁCIDO EUGENOXIACÉTICO	Espectroscopia Infrarroja

**Ver espectros de la muestra y el estándar en anexo.*

9. **VALIDEZ DEL INFORME TÉCNICO**
 Los resultados de este Informe técnico son válido solo para la muestra proporcionada por el solicitante del servicio en las condiciones indicadas del presente informe técnico.

Quím. Julio R. Barrios LI.
 Analista Químico
 LABICER - UNI

M.Sc. Otilia Acha de la Cruz
 Responsable del análisis
 Jefe de Laboratorio
 CQP 202

(*) El Laboratorio no se responsabiliza del muestreo ni de la procedencia de la muestra.

ANEXO

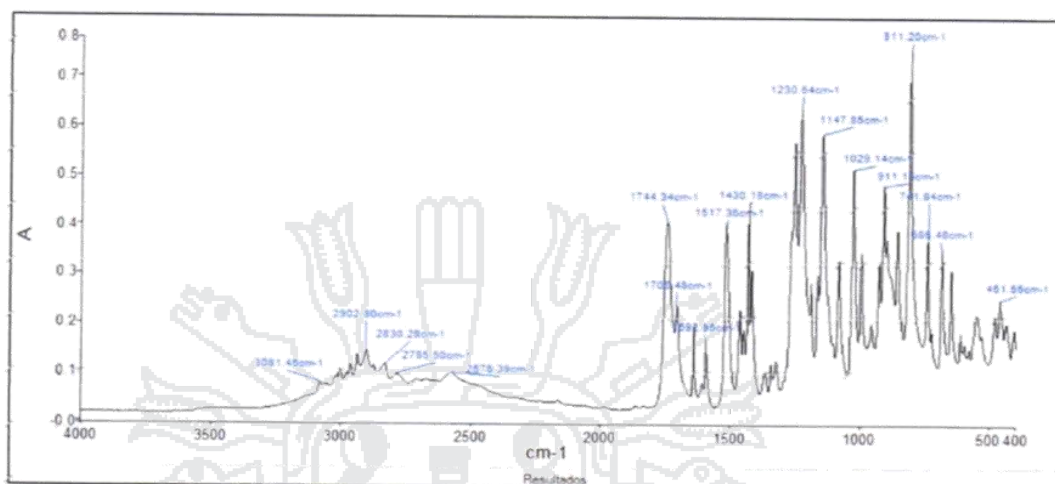


Figura N° 1: Espectro infrarrojo de la muestra sólida a partir de eugenol. La muestra sólida corresponde al ácido eugenoxicético.

TABLA N°1. Asignación de los picos en el espectro de la muestra sólida.

PICOS (cm ⁻¹)	VIBRACIÓN	ESTRUCTURA
1744.34	C=O	
1230.64	C-O-C	
1147.85	C-O-C	
1592.95	C=C	
1517.36	C=C	
1430.18	C=C	

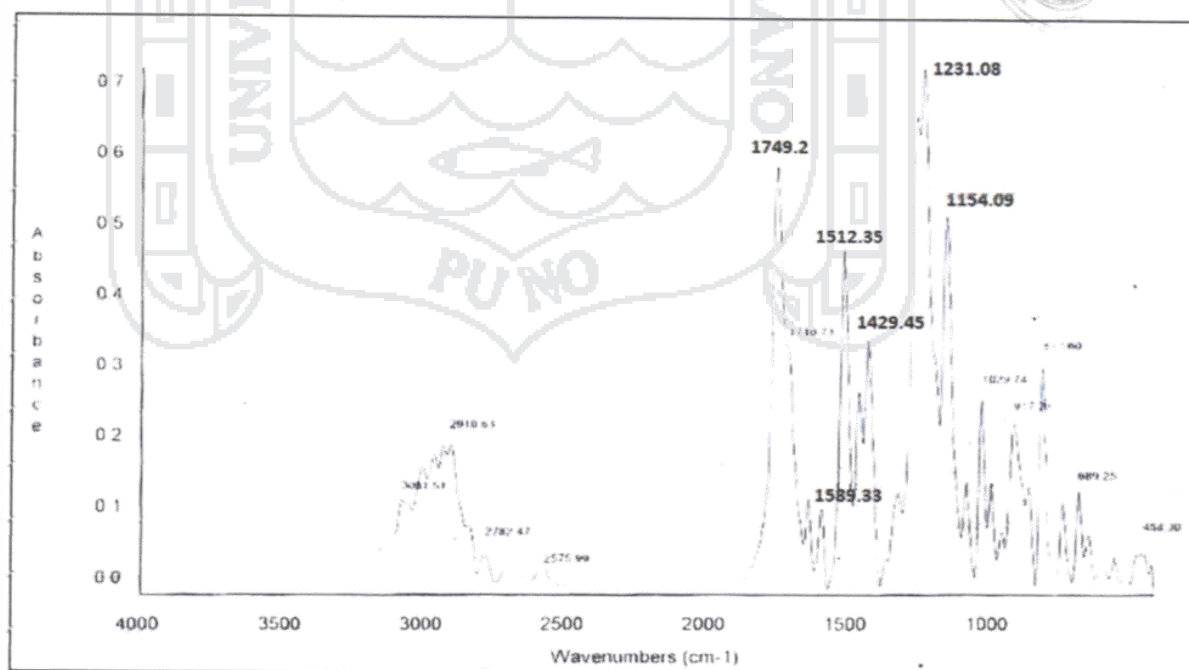


Figura N° 2: Espectro infrarrojo del estándar del ácido eugenoxicético.

Panel de fotos



Figura N° 1 (Eugenol)



Figura Nº 2 (Hidróxido de Sodio)

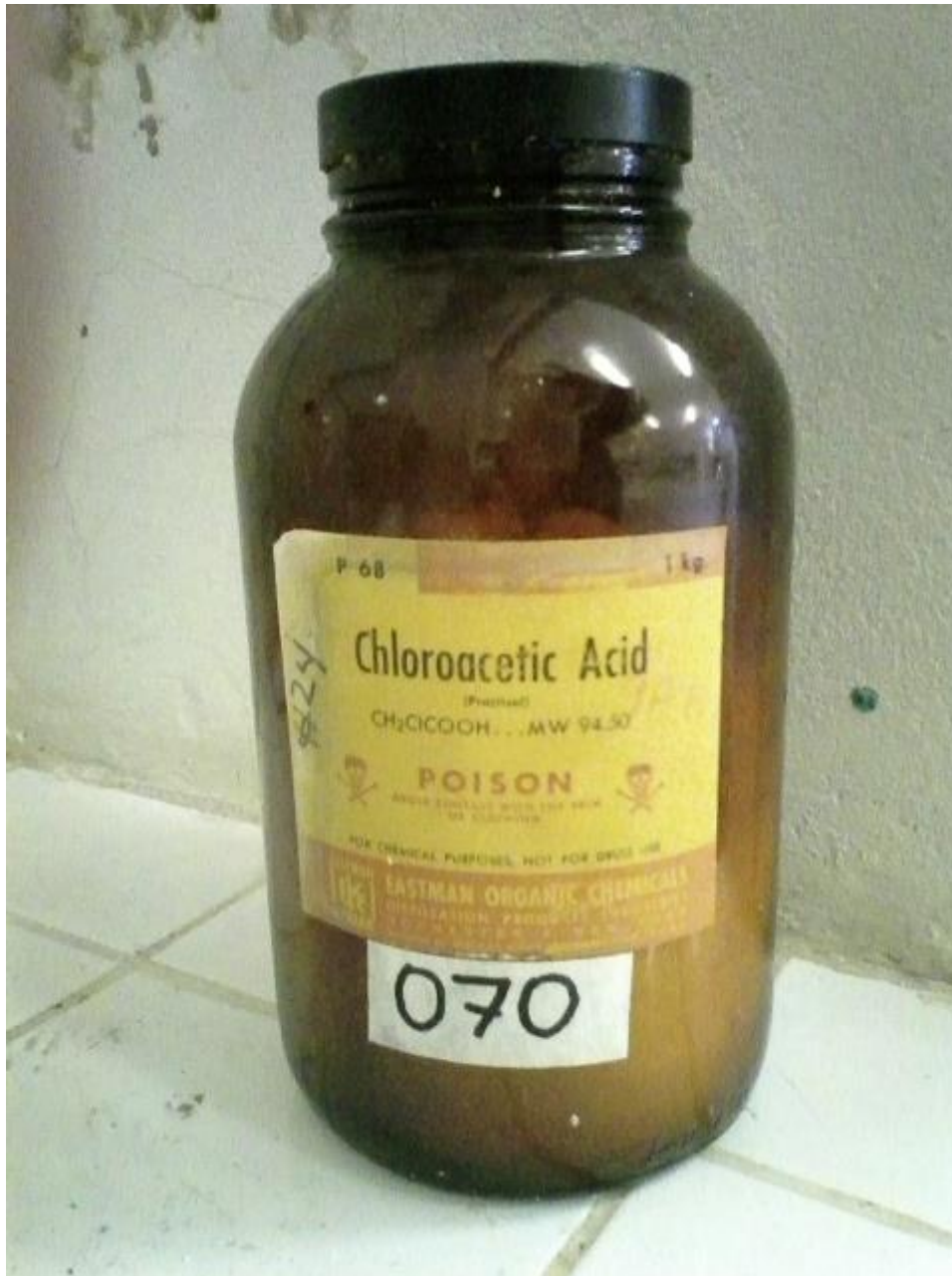


Figura Nº 3 (Acido Cloro Acético)



Figura N° 4 (Carbonato de Sodio)



Figura Nº 5 (Síntesis Orgánica)



Figura Nº 6 (Medición de la Temperatura)



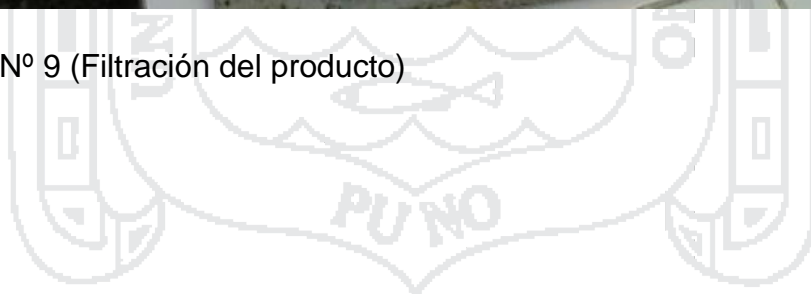
Figura N° 7 (Medición del pH)



Figura N° 8 (Producto obtenido)



Figura N° 9 (Filtración del producto)



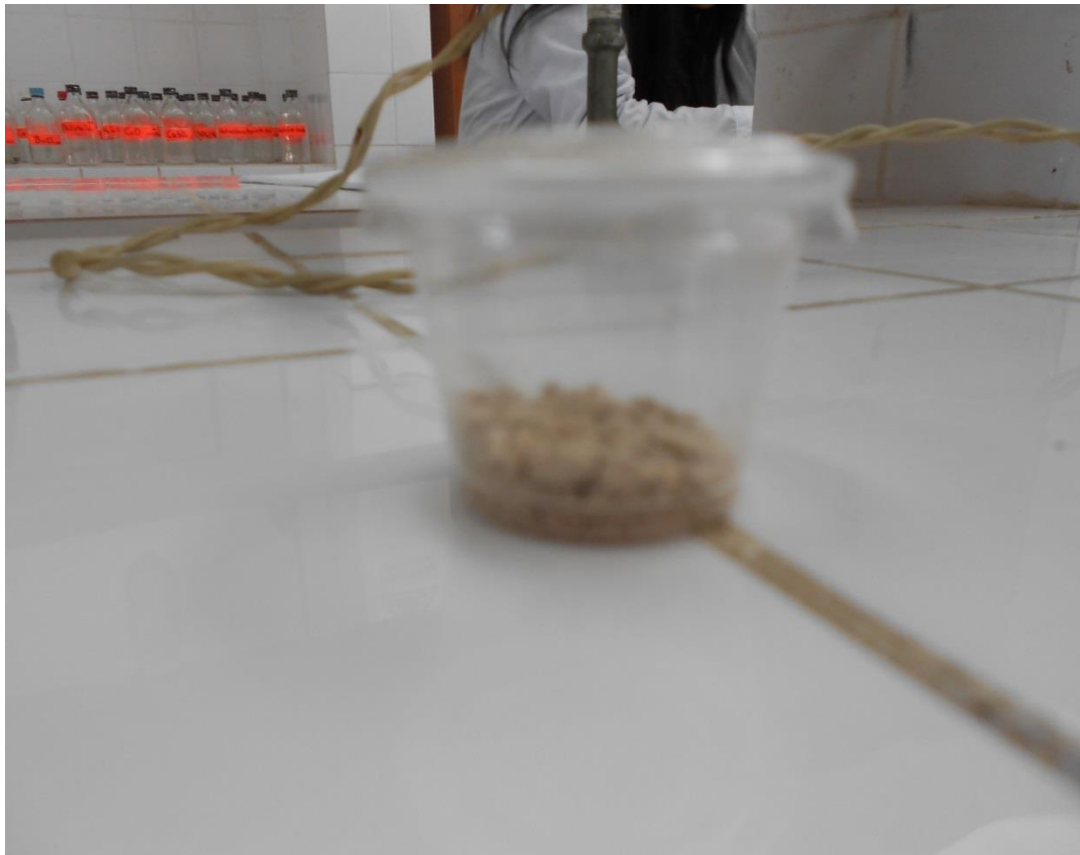


Figura N° 10 (Ácido Eugenoxiacético)

