

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DEL BROMURO 1-HEXIL-PIRIDINIO: LÍQUIDO IÓNICO CON POSIBILIDADES DE UTILIZARLO EN LA EXTRACCIÓN DE METALES DE TRANSICIÓN.

Jazmín Daniel L., Leticia E. Hernández C., Ana Ma. Herrera G.
Centro de Investigaciones en Materiales y Metalurgia, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.
Carretera Pachuca – Tulancingo Km. 4.5, C. P. 42074, Pachuca, Hgo. Email:
jazdaniel_0@yahoo.com.mx.

RESUMEN

En este trabajo se estudiaron las condiciones para la síntesis y caracterización del Bromuro 1-Hexil-Piridinio, mediante reacciones de sustitución nucleofílica bimolecular con la finalidad de utilizarlo posteriormente como solvente limpio en la extracción de metales de transición. El compuesto obtenido fue caracterizado por RMN de ^1H y ^{13}C , IR y análisis elemental encontrando señales características que confirmaron la obtención del producto. También se determinó la viscosidad, la densidad y la solubilidad.

INTRODUCCIÓN

En el mundo el respeto medioambiental debiera ser fundamental, sin embargo sigue siendo normal el uso generalizado y masivo, de procesos industriales que utilizan disolventes orgánicos volátiles y tóxicos. Estos disolventes originan no solo grandes gastos, sino una gran contaminación ambiental a gran escala. Más de la tercera parte de los disolventes que utiliza la industria en todo el mundo "se pierden en el aire".

Se reconoce extensamente que hay una necesidad creciente para desarrollar procesos ambientalmente más aceptables en la industria química. Esa tendencia ha llegado a ser conocida como la "Química Verde" o "Tecnología Sostenible" la cual necesita un cambio en los conceptos tradicionales de la eficiencia del proceso, que se enfoca en gran parte al rendimiento químico, se hace énfasis en evitar el uso de sustancias tóxicas y peligrosas.

En la actualidad una de las áreas más activas, es la relacionada al diseño de disolventes limpios y sistemas sin disolventes. Dentro de los disolventes limpios destacan los líquidos iónicos, que son disolventes atractivos ya que tienen una presión de vapor despreciable y son una alternativa ecológica para el uso de los disolventes orgánicos volátiles, además de ser fácilmente reciclables [1-4].

Una ventaja específica de los líquidos iónicos se debe a la posibilidad de diseñar una molécula que reúna las propiedades necesarias para una aplicación específica: es posible diseñar el disolvente de acuerdo a las necesidades del proceso. Con la elección del tipo de catión y del anión se dispone de una primera aproximación a las principales propiedades buscadas y variando la longitud y ramificación de los grupos alquilo incorporados en el catión se consiguen las modificaciones apropiadas [1].

Los primeros trabajos de investigación realizados han demostrado que, los líquidos iónicos son compuestos que al intervenir en diversas reacciones orgánicas catalizadas los resultados obtenidos son

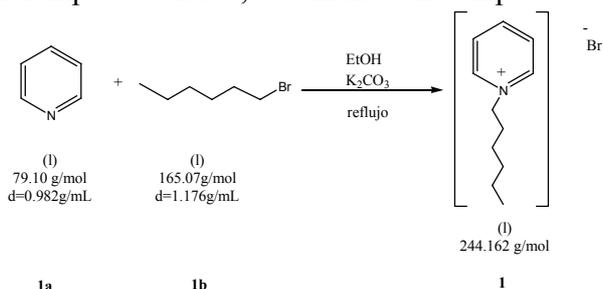
satisfactorios, es decir, reduciendo el tiempo de reacción y aumentando el rendimiento con un producto más puro y homogéneo. Además se han estudiado los líquidos iónicos en procesos de separación, como agentes extractantes en la extracción líquido-líquido de metales de transición.

Razón por la cuál en este trabajo se estudió la síntesis y caracterización del bromuro 1-hexil-piridinio con la finalidad de utilizarlo a futuro como solvente limpio en la extracción de metales de transición.

MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Síntesis del bromuro 1-hexil-piridinio

La síntesis del bromuro 1-hexil-piridinio (1) (Esquema 1) se obtuvo a través de una sustitución nucleofílica al hacer reaccionar piridina (1a) y 1-bromo-hexano (1b) con una relación estequiométrica 1:1.25 respectivamente. En 100 mL de etanol anhidro se colocaron 0.05 mol de piridina y 0.08 mol de K_2CO_3 como catalizador. La mezcla de reacción se mantuvo a reflujo 3 horas, posteriormente se agregó lentamente 0.04 mol de 1-bromo-hexano y se dejó 24 horas a reflujo con agitación constante. Al término de la reacción la mezcla se filtró a vacío para quitar el catalizador, después se evaporó el disolvente. La purificación del producto 1 se llevó a cabo por cromatografía en columna de sílica gel, usando como fase móvil etanol (EtOH). Una vez obtenido el producto 1, se secó a vacío a una temperatura de $40^\circ C$ por un tiempo de 5 horas, obteniendo un compuesto café muy viscoso.



Esquema 1. Ruta de síntesis del bromuro 1-hexil-piridinio

Este compuesto y todos los sintetizados en esta investigación se caracterizaron por propiedades físicas (pruebas de solubilidad), técnicas espectroscópicas de RMN 1H y ^{13}C , IR y análisis elemental.

Determinación de la Densidad

La densidad se determinó a partir de su masa y volumen empleando un picnómetro calibrado de 5 mL de volumen a temperatura de $20^\circ C$.

Procedimiento para determinar la Densidad

1. El picnómetro se utilizó limpio y seco.
2. Se pesó el picnómetro vacío (W_o).
3. Se llenó el picnómetro completamente (incluido el capilar) con el líquido cuya densidad se desea determinar.
4. Se pesó el picnómetro con la muestra (W_f).
5. Con los datos obtenidos se determinó la densidad del líquido, empleando la ecuación 1.

$$d_L = (W_f - W_o) / V \quad (1)$$

Donde:

d_L : Densidad del líquido.

Wf: Peso del picnómetro con muestra.

Wo: Peso del picnómetro vacío.

V: Volumen conocido del picnómetro.

IV. Resultados y Discusiones

La síntesis de líquidos iónicos pueden ser llevadas a cabo por la interacción de un halogenuro de alquilo y una amina apropiada, mediante una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular.

Se realizó esta síntesis con el objetivo de obtener un líquido iónico que pueda ser utilizado en procesos de extracción, por lo cual debería tener como característica principal, la insolubilidad en agua.

En este trabajo se reporta un nuevo líquido iónico, el bromuro de 1-hexil-piridinio 1, el cual es un líquido viscoso, de color café, insoluble en agua y en hexano, por lo cual puede utilizarse en la extracción de metales.

Se caracterizó el compuesto 1 por IR, basándose en los espectros de los reactivos, es decir, de la piridina y el 1-Bromo-Hexano, observando en el espectro del producto una banda C-N que indica la formación de un nuevo enlace del nitrógeno del anillo aromático de la piridina con el carbono de la cadena alquímica del 1-Bromo-Hexano, confirmando la obtención de un nuevo producto. En la tabla 2 se pueden observar las bandas características de los reactivos y del compuesto 1.

Tabla 2. Asignación de las bandas de IR del compuesto 1

Señales	Producto	Piridina	1-Bromo-Hexano
C=C Aromático	1633 cm^{-1}	1633 cm^{-1}	
C=N Aromático	1571 cm^{-1}	1581 cm^{-1}	
C-H Alquílico	1466 cm^{-1}		1465 cm^{-1}
C-H Alquílico	2859 cm^{-1} , 2931 cm^{-1} , 2956 cm^{-1}		2858 cm^{-1} , 2931 cm^{-1}
C-N Aromático	1379 cm^{-1}		

Determinación de la densidad.

En el proceso para determinar de la densidad es importante tener la debida precaución al realizar las mediciones, para evitar obtener resultados erróneos, por lo que es recomendable utilizar guantes. Se hicieron cuatro diferentes mediciones del peso del picnómetro vacío y posteriormente con la muestra, sacando la media de los datos registrados y así determinar por una diferencia de pesos el valor de la masa del compuesto 1 que corresponde a un volumen de 5ml.

Una vez obtenido el valor de la masa, se realizaron los siguientes cálculos para determinar la densidad.

$$\begin{array}{l} d = ? \\ m = 5.8146 \text{ g} \\ v = 5 \text{ mL} \end{array} \quad d = m/v \quad \begin{array}{l} d = 5.8146 \text{ g} / 5 \text{ mL} \\ d = 1.1629 \text{ g/mL} \end{array}$$

Para corroborar el valor de la densidad obtenida se hizo una comparación con la densidad del glicerol, es decir, se midió su densidad y se comparo con la reportada en la bibliografía, obteniendo el mismo valor reportado (1.125 g/mL).

CONCLUSIONES

Se sintetizó y caracterizó el líquido iónico Bromuro 1-Hexil-Piridinio. Una propiedad física importante que posee es su insolubilidad en agua, razón por la cual, es un disolvente que puede ser utilizado como agente extractante en la extracción líquido-líquido de metales de transición que se encuentran contaminando el agua.

REFERENCIAS

- [1] M. Freemantle, *Chem. Eng. News* 1998, 76, 32-37.
- [2] M. Freemantle, *Chem. Eng. News* 1999, 77, 23-24.
- [3] D. Bradley, *Chem. Ind.* 1999, 86.
- [4] M. Freemantle, *Chem. Eng. News* 2000, 78, 37-50
- [5] J. A. Riddick, W.B. Bunger, T.K.Sakano. "*Organic Solvents Physical Properties and Methods of Purification. Techniques of Chemistry*". Volume II. Fourth edition. Wiley Interscience (1986).
- [6] A.I.Voogel. "*Textbook of Practical Organic Chemistry*" 4th Edn. London: ELBS (1978).