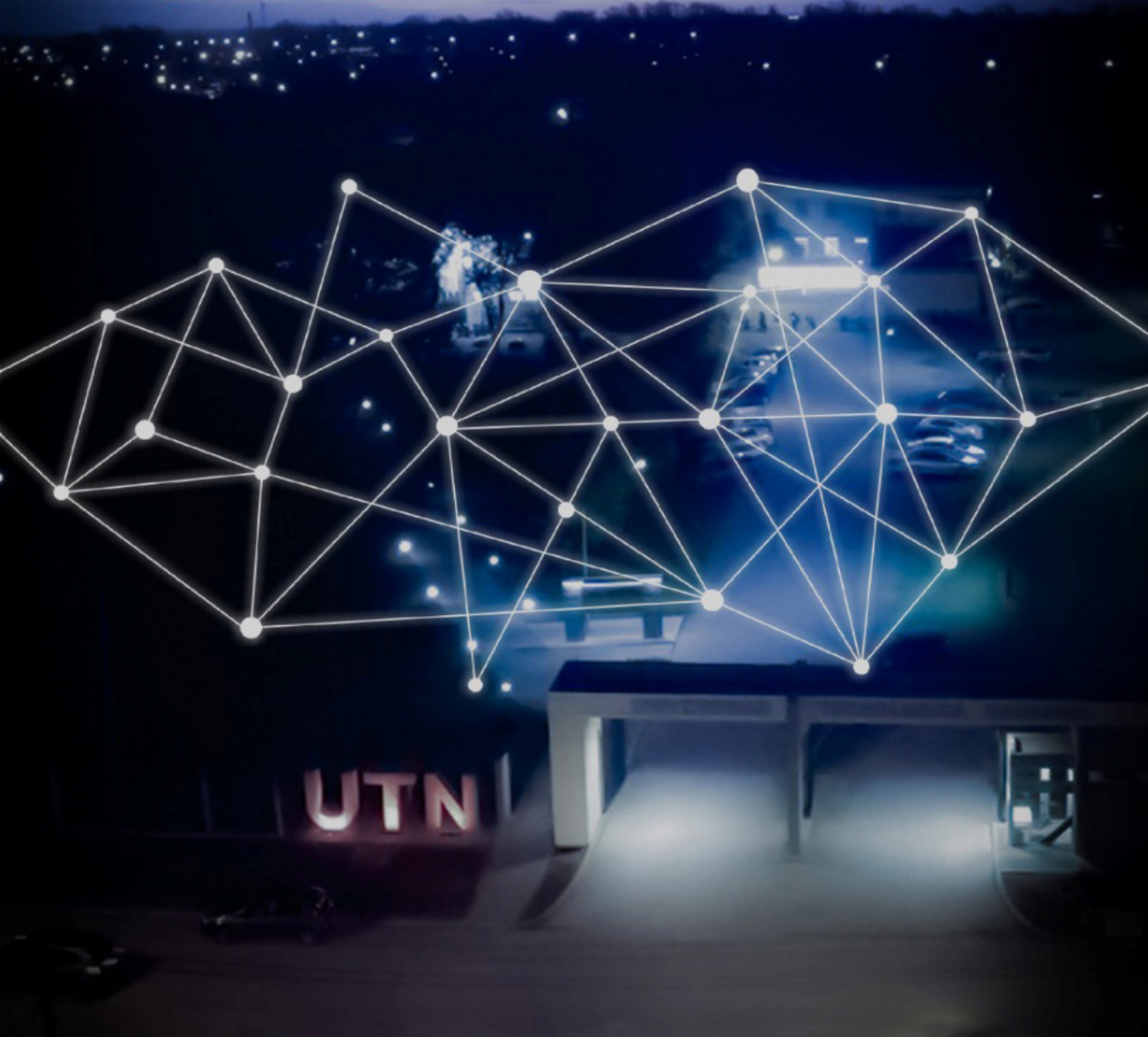




JORNADAS DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA 2021



UTN FACULTAD
UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA NACIONAL REGIONAL
SAN FRANCISCO

SECYT FACULTAD
SECRETARIA DE CIENCIA Y TECNOLOGIA REGIONAL
SAN FRANCISCO

**UNIVERSIDAD
TECNOLÓGICA
NACIONAL**

AJEA
Actas de Jornadas y Eventos
Académicos de UTN

WWW.JORNADACYTUTNSANFRANCISCO2021.COM.AR

Universidad Tecnológica Nacional - Facultad Regional San Francisco

Jornadas de Ciencia y Tecnología 2021 de la Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional San Francisco : 27 y 28 de octubre de 2021 / compilación de Alfonsina Ester Andreatta ... [et al.] ; ilustrado por Marcelo Ascencio. - 1a ed. - Ciudad Autónoma de Buenos Aires : Universidad Tecnológica Nacional, 2021.

Libro digital, PDF

Archivo Digital: descarga y online

ISBN 978-950-42-0206-6

1. Ingeniería. 2. Ciencias Tecnológicas. I. Andreatta, Alfonsina Ester, comp. II. Ascencio, Marcelo, ilus. III. Título. CDD 607.1

AJEA ISSN: 2683-8818

ISBN 978-950-42-0206-6



Este obra está bajo una licencia de Creative Commons Reconocimiento-NoComercial 4.0 Internacional.



Jornadas de Ciencia y Tecnología 2021

27 y 28 de octubre de 2021

Facultad Regional San Francisco

Memoria de Trabajos

Índice

Autoridades	Pág.9
Comité organizador y comité científico	Pág.11
Prólogo	Pág.12
Cronograma de actividades de las Jornadas	Pág.13
Conferencias plenarias	Pág.14
Trabajos de investigaciones	Pág.29

Ingeniería Electrónica

Análisis de la distorsión armónica total de un dispositivo de multiplexor y amplificador de audio....	Pág.31
R. Martín Guido; Fermín Scaliti; Fabián C. Tommasini.	
Visión estéreo con cámaras digitales de bajo costo para personas ciegas.....	Pág.38
Rodolfo Eduardo Neira; Gerardo Jorge Lurgo; Bruno Rubiolo; Fabián Agustín Burgos.	
Sistema de depilación laser basado en CNN.....	Pág.45
Ruben Roberto Navarro, Juan Carlos Colombo, Ruben Egea, Ángel Martin Leal.	

Ingeniería Electromecánica

Aplicaciones de la optimización topológica en Ingeniería Mecánica.....	Pág.53
Héctor Mina; Alejandro Bailo; Emanuel Giordano.	
Comparación entre dos métodos para el cálculo y selección de un tornillo de fijación o prisionero..	Pág.60
Jeremías R. Luque; Felipe A. Abraham; Ignacio R. Ortega Dall'Agata.	
Conformación de un kit didáctico sobre el funcionamiento de un DFIG.	Pág.68
Diego M. Ferreyra; Pablo A. Ferrero; Kevin D. Knüssel; Santiago M. Comba.	
Desarrollo de metodología para confección de un plan de expansión en una red de distribución con densidad alta de demanda.....	Pág.75
Ulises Manassero; Mariano Miguel Perdomo; Juan Pedro Fernandez; Irene Beatriz Steinmann; Pablo Sebastián Gaspoz.	
Efectos negativos en el suministro de la energía eléctrica debidos a la implementación de equipamientos electrónicos para iluminación.	Pág.82
Tomas Gabrielli; Mario Blume; Federico Conte.	
Estudio y diseño de una grabadora para identificación y trazabilidad de piezas metálicas.	Pág.91
Rodolfo Eduardo Neira; Julián Andrés Cavallo; Franco Damián Gribaudo; Rodolfo Eduardo Neira.	

Integración de vehículos eléctricos a las redes de distribución: desafíos en la demanda.....Pág.97
Sebastián U. Romero; Diego M. Ferreyra.

Polímeros conductivos biobasados: Evaluación de par AESO/CB.....Pág.104
Mariana Bernard, Franco Besso, María Laura Forte.

Protección contra rayos en granjas fotovoltaicas.Pág.111
Germán Zamanillo; Leonardo Sanchez; Gabriel Campetelli; Juan C. Gómez; Edgardo Florena; Hernán Rovere.

Protección interna contra sobretensiones por rayos en granjas fotovoltaicas.Pág.118
Germán Zamanillo; Edgardo Florena; Leonardo Sanchez; Gabriel Campetelli; Juan C. Gómez; Martin Mittino.

Simulación y Análisis del Arranque de Motores Asíncronos en el Hospital Central Reconquista.Pág.125
Franco Matías Cabas; Passarino, Pablo Matías; Saucedo, Nicolás Martín; Suligoy, Juan Pablo

Software de diagnóstico de motores de inducción.Pág.133
Omar D. Gallo; Diego M. Ferreyra; Alberto J. Díaz.

Ingeniería en Sistemas de Información

Accesibilidad en Sistemas e-Learning: Análisis de Necesidades.Pág.141
Iván Balmaceda Castro; Carlos Salgado; Mario Peralta; Alberto Sanchez.

Análisis y debilidades de la aplicación de metodologías ágiles.Pág.146
Sergio Daniel Conde; Ana Carolina Ferreyra; Daniel Garcia.

Definición de un instrumento evaluativo como apoyo a las empresas de Software y Servicios Informáticos (SSI).Pág.155
Walter Adrián Lucero; Carlos Humberto Salgado; Mario Gabriel Peralta; Alberto Antonio Sánchez; Luis Ernesto Roqué Fourcades; Javier Saldarini.

Detección de pose de objetos usando cámaras RGB para aplicaciones industriales.Pág.162
Rebeca Yuan, Micaela Mulassano, Bruno Chiabrando, Ibrahim Jaime, Gonzalo Cervetti, Javier Redolfi.

Generación de conocimiento de bases de datos para agricultura de precisión.Pág.167
Gustavo Eduardo Juarez; Daniel Eduardo Ibarra; Raul Eugenio Tejerizo; Ruben Olea; Francisco Vincente; Luis Vega Caro.

Modelo de balanceo de carga con calidad de servicio para aulas híbridas utilizando un Controlador SDN.Pág.174
Juan Carlos Calloni; Javier Daniel Saldarini; Federico Francia; Antonela Calloni.

Ontologías de usabilidad temprana: un estudio de mapeo sistemático de literatura.....Pág.181
María Alejandra Paz Menvielle; Brenda Elizabeth Meloni; Ana Belén Garneró; Karina Paola Ligorria; Marcelo Martín Marciszack.

Requisitos de calidad de datos: un aporte en el ámbito del desarrollo de sistemas de información. ..Pág.187
Claudio Carrizo, Javier Saldarini, Angélica Caro, Carlos Salgado, Alberto Sánchez, Mario Peralta

Sistema de detección de malware basado en patrones de llamadas al sistema en GNU/LinuxPág.194
Fabian Alejandro Gibellini; Sergio Ramón Quinteros; Germán Nicolás Parisi; Milagros Zea Cárdenas; Federico Javier Bertola; Ileana Maricel Barrionuevo; Leonardo Ramón Ciceri; Juliana María Notreni; Analía Lorena Ruhl

Una aproximación a la incorporación de Patrones de Negocio en el modelado de aplicaciones de Contratos Inteligentes.Pág.200

Oscar Carlos Medina; Marcelo Martín Marciszack; Mario Alberto Groppo.

Usabilidad Temprana en el Modelado Conceptual.Pág.204

Juan Carlos Moreno; Marcelo Martín Marciszack; Mario Alberto Groppo.

Ingeniería Industrial

Análisis de requerimientos de informática para el perfil ingeniero industrial.Pág.211

Blanca Carrizo; Jorge Abet; Constanza Caminos.

Buenas Prácticas de Manufactura (BPM) y su Relación con la Eficiencia Operacional en la Agroindustria .Pág.217

Oscar Pinto, Oscar Rete.

Ingeniería Química

Calidad microbiológica de budines no tradicionales envasados en atmosfera modificada.....Pág.224

Silvia A. Moyano, Jose M. Reynoso, Camila Bellotti, Melisa Baumam.

Diseño y formulación de un limpiador de vidrios.Pág.230

Federico Ezequiel Valle; Romina Bresso; Micaela Macagno; Paula Colombero; Vanina Alejandra Guntero.

Efectos antimicrobianos de aceites esenciales de Laurus nobilis y Eucalyptus cinerea aplicados en salchichas tipo Viena, inoculadas con Leuconostoc mesenteroides MS1.....Pág.235

Mónica A. Serra; Andrea del L. Quiberoni; Alfonsina E. Andreatta.

Encapsulación del acetato de vitamina E.Pág.241

Vanina Alejandra Guntero; Federico Ezequiel Valle; Romina Bresso; Micaela Macagno; Cristián Alejandro Ferretti.

Estado del arte del uso del quitosano pulverizado en la conservación de frutas frescas.....Pág.245

María A. Caula; Matías Raspo; Alfonsina Andreatta.

Esterificación catalítica del ácido levulínico con UiO-66, sistema batch y a presión.Pág.251

Daiana A. Bravo Fuchineco; Angélica C. Heredia; Mónica E. Crivello; Enrique Rodríguez Castellón.

Preparación y caracterización de nano- y micropartículas de sílice para la liberación controlada de atrazina.Pág.261

Federico Adrian Fookes; Carlos Alberto Busatto; María Eugenia Taverna; Maia Lescano; Diana Alejandra Estenoz.

Proceso para la Hidroximetilación de Lignina Kraft de Eucalipto: diseño y optimización.Pág.267

Micaela B. Peralta; Verónica V. Nicolau.

Producción de biodiesel a partir de diferentes aceites utilizando un catalizador mesoporosobimetálico.Pág.274

Edgar M. Sánchez Faba; Gabriel O. Ferrero; Griselda A. Eimer.

Sistemas de liberación de fármacos auto microemulsionables (SMEDDS)sólidos a base de aceite de hígado de bacalao para mejorarla biodisponibilidad oral de trans-resveratrol.Pág.281

Ankita Shah, Marcela Longhi, Abu Serajuddin, Carolina Aloisio.

Utilización de películas a base de quitosano para la conservación de tomates tipo Cherry.....Pág.288
Matías Alejandro Raspo; Cesar Gerardo Gomez; Alfonsina Ester Andreatta.

Valorización de biomasa residual olivícola mediante pirólisis catalítica.Pág.294
Nancy Florentina Bálsamo; Ayelén María Mansilla; Eliana Marcela Salgán; Dolores María E. Álvarez; Mónica Elsie Crivello.

Valorización de glicerol mediante el desarrollo de óxidos mixtos modificados con metales de transición.Pág.299
Dalma Sofía Argüello; Nancy Florentina Bálsamo; Mónica Elsie Crivello.

Licenciatura en Administración Rural

La degradación de los suelos y los costos ocultos asociados.Pág.309
Javier Vignolo; Natalia Benedetich; Stefania Capello; Daniel Ricci; Mónica Serra; Maricel Rovasio

Otras especialidades

Análisis energético de proyectos de generación renovable en la red de transmisión de CUYO y COMAHUE.Pág.317
Marcos M. Cea; Damián Cano; Juan Marcos Banegas; Javier Acosta; Pablo Gaspoz.

Análisis y planificación de la gestión del talento humano en grupos de I+D: enfoque basado en el conocimiento.....Pág.324
Paula Carolina Garnero.

Calidad en la producción y los servicios. Experiencia de un modelo de observatorio universitario en Argentina.Pág.331
Lucas Gabriel Giménez; Adriana Beatriz García; Demian Daniel Palumbo; Victoria Senia; Graciela Armenia Martínez; María Milagros Ferraresi; María Florencia Gallo.

Confinar pilas agotadas en hormigón.Pág.337
Edgardo Remo Benvenuto Pérez; Micaela A. Sanmartino; Carlos D. Fissore.

Desarrollo de un Sistema de Control y Medición de Potencia Mecánica de un Freno de Corrientes Parasitas para Ensayos de Motores Eléctricos de hasta 5 kW.....Pág.343
Franco Feck, Tomás Basilio, Franco Verón.

Descubrimientos de asteroides. Programa Internacional IASC.....Pág.349
Hugo Madonna; Mauricio Casalis; Nicolás Rocchia.

Detección de cadenas de fuerza en tolvas.Pág.354
Gabriel Darío Puccini; Sergio Eduardo Bertone; Matías Eduardo Peralta; Agustín Cabaña.

Efectos del trabajo virtual en el personal no docente de la UTN-San Francisco.Pág.360
Germán Yennerich; Alberto Toloza; César Mina; Myriam Bengtson.

Especies: contar o medir.....Pág.366
Edgardo R. Benvenuto Pérez; Micaela A. Sanmartino.

Evaluación de la vulnerabilidad del acuífero Pampeano frente a diferentes escenarios climáticos en la ciudad de Rafaela, Santa Fe (Argentina).	Pág.370
Milagros Márquez; Lara Tascón; Juan Nittmann.	
Impacto de generación distribuida renovable en la Operación del Sistema Interconectado Provincial de Entre Ríos.	Pág.376
Marcos Cea; Agustín Solari; Diego López; Juan Fernández; Pablo Marelli; Irene Steinmann.	
La gestión de la calidad como herramienta para una producción limpia y sustentable en la industria del hormigón elaborado.	Pág.381
Claudia Beltramone; Cristian di Gioia.	
Proyecto Aptitud: propuesta para los contenidos de una asignatura.	Pág.387
Edgardo Remo Benvenuto Pérez; Jorge Luis Contreras Vidal.	
Simulación preliminar del flujo de agua subterránea del acuífero freático en la cuenca del Arroyo Cululú, Santa Fe (Argentina)	Pág.393
Natalia Ramos; Joan Franzen; Andrés Capelino; Juan Nittmann.	
Subestación en IEC 61850 para una microred con recursos energéticos distribuidos. Parte I: construcción de la infraestructura.	Pág.400
Kevin Basilio; Franco Verón Lagger; Irene Steimann; Andrés Zottico .	
Subestación en IEC 61850 para una micro-red con recursos energéticos distribuidos. Parte II: Programación de los IEDs.	Pág.406
Kevin Basilio; Franco Verón Lagger; Irene Steimann; Andrés Zottico.	
Uso eficiente de válvulas para el control de presión en redes de distribución de agua.	Pág.413
Melina Denardi; Jezabel D. Bianchotti; Mario Castro-Gama; Gabriel D. Puccini.	
Utilización de residuos de cebada en la obtención de cerámicos porosos cocidos a diferentes temperaturas.	Pág.418
Cecilia Mazzola; Nancy E. Quaranta; Gisela G. Pelozo.	

Autoridades

Universidad Tecnológica Nacional – República Argentina

Rector: Ing. Héctor Eduardo Aiassa

Vicerector: Ing. Haroldo Tomás Avetta

Facultad Regional San Francisco – UTN

Decano: Ing. Esp. Alberto Toloza

Vice Decano y Director Dpto. Ingeniería en Sistemas de Información: Ing. Esp. Gabriel Cerutti

Subsecretaria General y Coordinadora Ingeniería Industrial: Ing. Carolina Apendino

Secretario Académico: Ing. Juan Calloni

Secretario de Extensión Universitaria y Cultura: Ing. Adrián Pagliano

Secretaria de Ciencia y Tecnología: Dra. Alfonsina E. Andreatta

Secretario Administrativo: Ing. Cesar D. Mina

Secretario de Asuntos Estudiantiles: Ing. Paulo Gianoglio

Subsecretario de Vinculación Tecnológica: Dr. Oscar Rete

Subsecretario de Posgrado: Ing. Claudia Verino

Subsecretaria de Planeamiento Académico: Lic. Vanina Fraire

Subsecretario de Tec. de la Comunicación y la Información: Ing. Sergio Felissia

Directora de Recursos Humanos: Tca. María Angélica Navarro

Directora Académica: Tca. Analía Armando

Directora Administrativa: Lic. Patricia Marchetti

Director de mantenimiento y servicios generales: Tco. Froilán Juan Gimenez

Director Dpto. Ingeniería Electromecánica: Ing. Ernesto Galiano

Director Dpto. Ingeniería Electrónica: Mag. Gastón C. Peretti

Directora Dpto. Ingeniería Química: Dra. Paula Garnero

Director Dpto. Licenciatura en Administración Rural: Cdor. Daniel Roberto Ricci

Director Dpto. de Materias Básicas: Ing. Gustavo Yoaquino

Organizan:



MIEMBROS DEL COMITÉ ORGANIZADOR

Alfonsina Ester Andreatta

Claudia del Valle Mercol

Jessica Pamela Pettiti

María José Gallo

MIEMBROS DEL COMITÉ CIENTÍFICO

Ing. Eduardo Galiano

Dra. Paula Garnero

Ing. Gustavo Yoaquino

Mg. Gastón Peretti

Cr. Daniel Ricci

Ing. Gabriel Cerutti

Dr. Diego Martín Ferreyra

Ing. Walter Tonini

Dra. Verónica Nicolau

Dra. María Eugenia Taverna

Ing. Raúl Marlatto

Dr. Matías Raspo

Ing. Emanuel Bernardi

Dr. Javier Redolfi

Mg. Juan Carlos Calloni

Ing. Javier Vignolo

Cra. Maricel Rovasio

Ing. Carolina Apendino

Ing. Diego Cocconi

Dra. Alfonsina Ester Andreatta

Valorización de glicerol mediante el desarrollo de óxidos mixtos modificados con metales de transición

Glycerol valorization through the development of transition metal-modified mixed oxides

Dalma Sofía Argüello

Centro de Investigación y Tecnología Química, Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, Facultad Regional Córdoba, Universidad Tecnológica Nacional, Argentina.

darguello@frc.utn.edu.ar

Nancy Florentina Bálsamo

Centro de Investigación y Tecnología Química, Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, Facultad Regional Córdoba, Universidad Tecnológica Nacional, Argentina.

nbalsamo@frc.utn.edu.ar

Mónica Elsie Crivello

Centro de Investigación y Tecnología Química, Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, Facultad Regional Córdoba, Universidad Tecnológica Nacional, Argentina.

mcrivello@frc.utn.edu.ar

Resumen

El glicerol generado como subproducto en la producción del biodiesel puede ser utilizado como materia prima renovable para favorecer económicamente el proceso. Para ello se prepararon hidróxidos dobles laminares por el método de coprecipitación con la incorporación adicional de cobre, níquel o zinc y se calcinaron para obtener los correspondientes óxidos metálicos mixtos. Estos materiales poseen excelentes propiedades para reacciones catalizadas por sitios básicos, como elevada área superficial, alta dispersión de cationes, estabilidad térmica y basicidad superficial. Los materiales fueron caracterizados fisicoquímicamente por DRX, sorción de N₂, MP-AES, DTP-CO₂, SEM y XPS. Los óxidos mixtos fueron evaluados en la conversión catalítica de glicerol hacia un producto de mayor valor agregado, el carbonato de glicerilo. Se obtuvieron rendimientos relativos superiores al 80% atribuibles a una adecuada distribución de la basicidad y de los parámetros texturales. Los catalizadores fueron utilizados en sucesivos ciclos de reacción sin pérdida significativa de su actividad.

Palabras clave: Óxidos mixtos, Catálisis heterogénea, Glicerol, Carbonato de glicerilo.

Abstract

The glycerol generated as a by-product in the production of biodiesel can be used as a renewable raw material to economically favor the process. Thus, layered double hydroxides were prepared by the coprecipitation method with the additional incorporation of copper, nickel or zinc and calcined to obtain the corresponding mixed metal oxides. These materials have excellent properties for catalyzed reactions such as basic sites, high surface area, high cation dispersion, thermal stability and surface basicity. The materials were characterized physicochemically by XRD, N₂ sorption, MP-AES, TPD-CO₂, SEM and XPS. The mixed oxides were evaluated in the catalytic conversion of glycerol towards a product with a higher added value, glyceryl carbonate. Relative yields greater than 80% were obtained, attributable to an adequate distribution of surface basicity and textural parameters. The catalysts were used in successive reaction cycles without significant loss of activity.

Keywords: Mixed oxides, Heterogeneous catalysis, Glycerol, Glycerol carbonate.

Introducción

La producción de biodiesel genera un 10% en peso de glicerol como subproducto, por lo que resulta factible que pueda ser utilizado como materia prima renovable para favorecer económicamente el proceso. La conversión catalítica de glicerol hacia un producto de mayor valor agregado, como el carbonato de glicerilo (CG) resulta de gran interés para la industria por su baja toxicidad, capacidad de hidratación y biodegradación (Sonnati et al., 2013). Este compuesto puede ser utilizado en la industria química, farmacéutica, de baterías de litio, etc. Como alternativa sustentable para producirlo se propone la transesterificación entre el glicerol y un alquil carbonato empleando catalizadores sólidos como los óxidos metálicos mixtos (OMM) derivados de hidróxidos doble laminares (HDL), un tipo de nanoarcillas aniónicas sintéticas (Climent et al., 2010). Los HDL son de estructura laminar y tienen la fórmula general: $[M^{2+}_{(1-x)} M^{3+}_x (OH)_2]^{x+} (A^{n-})_{x/n} \cdot mH_2O$ donde M^{2+} y M^{3+} pueden ser cationes metálicos mono, di, tri y tetravalentes, mientras que A representa el anión compensador de carga, generalmente carbonato, que junto con m moléculas de agua se ubican en el espacio interlaminares; x puede variar entre 0,17 y 0,33, dependiendo de la combinación de metales di y trivalentes. Las propiedades de los HDL están fuertemente influenciadas por la composición y naturaleza de los aniones y cationes. La incorporación de un tercer metal en la estructura permite modificar su comportamiento catalítico tanto en la actividad, como en la selectividad. Los OMM alcanzan una composición homogénea a escala molecular y muestran un comportamiento particular comparado con los óxidos metálicos puros. Debido a la combinación de distintas fases en la red molecular, presentan alta área superficial, estabilidad térmica y dispersión homogénea de la fase activa. En este trabajo se presentan la síntesis y caracterización de los OMM y los estudios de la conversión catalítica de glicerol y etilencarbonato a carbonato de glicerilo utilizando dichos materiales como catalizadores con distinto metal de transición (Cu, Ni o Zn) incorporado.

Metodología

Síntesis de los catalizadores

Los HDL fueron sintetizados por el método de coprecipitación y se incorporaron 15 % en moles de Cu, Ni o Zn con respecto al total de moles de metales divalentes manteniendo una relación molar de $(M^{2+} + Mg^{2+}) : Al^{3+}$ igual a 3 (donde M indica el metal de transición empleado). Los precursores fueron calcinados a 450 °C por 9 h para obtener los OMM. Los compuestos se designaron como HDL-M(15) y OMM-M(15). Mientras que, las muestras denominadas HDL-MgAl y OMM-MgAl no contienen metal de transición. Los materiales fueron caracterizados por: difracción de rayos X (DRX) para estudiar la estructura cristalina y la presencia de fases. El análisis elemental se llevó a cabo mediante espectrometría de emisión atómica de plasma por microondas (MP-AES). El área superficial y características de los poros de los materiales calcinados, se determinaron mediante análisis de sorción de N₂ a -196

°C. Las morfologías de los catalizadores se observaron mediante microscopía electrónica de barrido de alta resolución (SEM). Por desorción a temperatura programada con molécula sonda de CO₂ (DTP) se determinó la basicidad de la superficie de los OMM. Para conocer el estado de coordinación de las especies de cobre, se realizó espectroscopia UV-vis de reflectancia difusa (UV-vis RD). Las mediciones de espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) se realizaron utilizando un espectrómetro equipado con una fuente de rayos X monocromática de aluminio.

Reacción catalítica

Para la síntesis de CG por transesterificación de glicerol (Gly) y etilencarbonato (EC) se utilizó una relación molar 2:1 de EC:Gly. Las reacciones se realizaron a 70 °C, en ausencia de disolvente, empleando 2,55% en peso de catalizador, durante 90 min. Después del tiempo de reacción, el catalizador sólido se separó por centrifugación y el líquido sobrenadante se analizó por cromatografía gaseosa, empleando un instrumento Agilent Technologies 7820A equipado con una columna capilar HP-20M (25 m x 0,20 mm x 0,20 µm) y un detector FID. Para los cálculos de conversión, rendimiento y selectividad se usó el método de normalización de área empleando factores de respuesta calculados a partir del ciclohexanol como estándar interno. Para los estudios de estabilidad del catalizador, previo a ser reutilizado, el mismo se separó de la mezcla de reacción por centrifugación, se lavó con acetona y se secó a 100 °C.

Resultados y discusión

OMM	M (% at.)		(Mg+M)/Al	
	MP-AES	XPS	MP-AES	XPS
MgAl	0,00	0,00	2,98	1,19
Cu(15)	15,25	15,25	3,04	0,68
Ni(15)	15,45	13,72	3,06	1,33
Zn(15)	14,23	14,35	2,96	1,80

Tabla 1. Composición metálica de los OMM

En la Figura 1(a) se muestran los difractogramas de los HDL, en todos los casos se observan los picos de difracción característicos de estos materiales, lo cual confirmó la formación de la estructura deseada (Marimuthu et al., 2018). El tratamiento térmico de los precursores a 450 °C destruyó la estructura laminar de los HDL, (Fig. 1(b)) dando lugar a los OMM. Los mismos exhibieron picos a 2θ igual a 43° y 63°, que corresponden a las reflexiones (200) y (220), respectivamente, de la estructura periclase de MgO (Fu et al., 2021). No se detectaron fases segregadas, lo que sugiere que los cationes de los metales de transición están dispersos en la matriz de óxidos de Mg y Al, solo se detectó un ligero pico de difracción a 2θ ~ 36° que podría asociarse a la fase de CuO, y ZnO solapada con un pico de MgO. Los resultados de MP-AES resumidos en la Tabla 1 muestran que el contenido del metal de transición fue similar al teórico. Pero en los tres casos se produjo un enriquecimiento de Al en la superficie de los OMM, según los datos obtenidos por XPS.

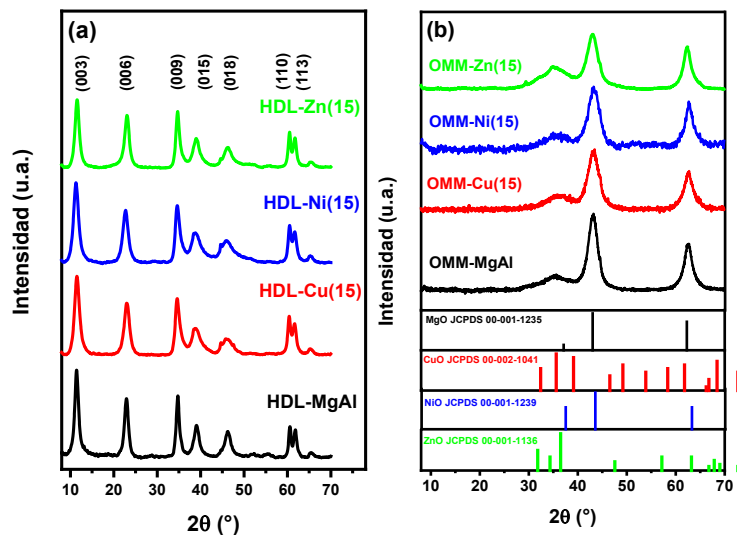


Figura 1. (a) DRX de los HDL y (b) DRX de los OMM.

Material	Área (m^2g^{-1})		OMM	
	HDL	OMM	Diámetro de poro (nm)	Volumen de poros (cm^3g^{-1})
MgAl	110	253	14,00	0,796
Cu(15)	120	248	13,62	0,810
Ni(15)	119	247	11,28	0,806
Zn(15)	118	241	17,48	0,925

Tabla 2. Propiedades texturales de los materiales.

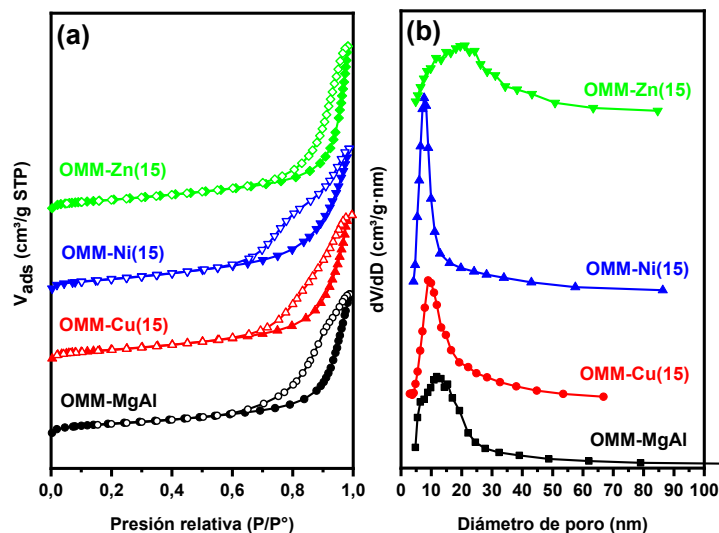


Figura 2. (a) Isothermas de adsorción-desorción de N_2 y (b) distribución de tamaño de poros.

Las propiedades texturales de los catalizadores se determinaron mediante adsorción- desorción de N₂ (Fig. 2), y los resultados se enumeraron en la Tabla 2. Los OMM exhibieron una mayor área superficial que sus precursores debido a la liberación de los aniones CO₃²⁻, como CO₂, durante la calcinación de los mismos. El área superficial disminuye ligeramente con la incorporación del metal de transición (Shen et al., 2017). Según la clasificación de la IUPAC, todos los OMM exhiben isotermas tipo IV con ciclos de histéresis H3 lo que indica la presencia de mesoporos, dato que se confirma por la distribución del tamaño de poros (Marimuthu et al., 2018). Los ciclos de histéresis indican que hay poros en forma de rendija o hendidura formados por el colapso de las capas en la calcinación (Fig. 2(a)). El tamaño y el volumen de poros es similar en los materiales OMM, siendo mayor en el OMM-Zn(15) (Fig. 2(b)).

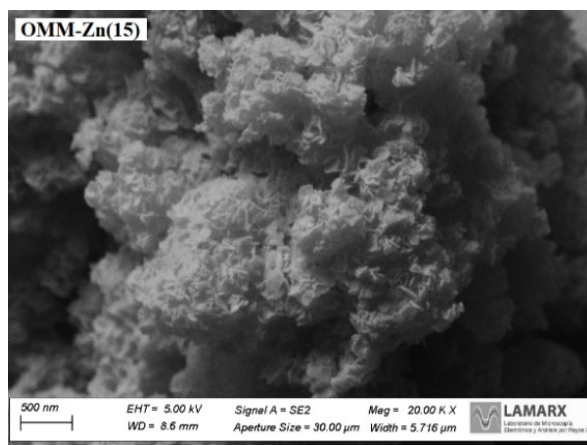


Figura 3. Micrografía SEM del OMM-Zn(15).

De las micrografías obtenidas por SEM se tomó como representativo el OMM-Zn(15) en la Figura 3, ya que todos los OMM presentaron una morfología similar. Se observó que tras la calcinación a 450 °C los OMM presentaron la estructura típica, tipo rosetas. No se observaron cambios notables en la morfología, ni tampoco aglomeración con los distintos metales de transición, lo cual pudo evidenciar la incorporación exitosa de partículas de CuO, NiO u ZnO en la periclasa con un fuerte sinergismo superficial. Las morfologías superficiales coincidieron con el análisis obtenido por las isotermas de adsorción-desorción de N₂ (Marimuthu et al., 2018; Shen et al., 2017).

OMM	Número de sitios básicos (mmol g ⁻¹)				
	Débil (%) ^a	Medio (%)	Fuerte (%)	Muy fuerte (%)	Total
MgAl	1,0 (44)	0,6 (28)	0,6 (28)	-	2,2
Cu(15)	0,7 (45)	0,4 (27)	0,3 (18)	0,1 (9)	1,5
Ni(15)	1,7 (53)	0,4 (11)	1,2 (36)	-	3,2
Zn(15)	1,2 (40)	0,8 (27)	1,0 (33)	-	2,9

Tabla 3. Propiedades básicas de los OMM.

^a El número entre paréntesis indica el porcentaje de la contribución.

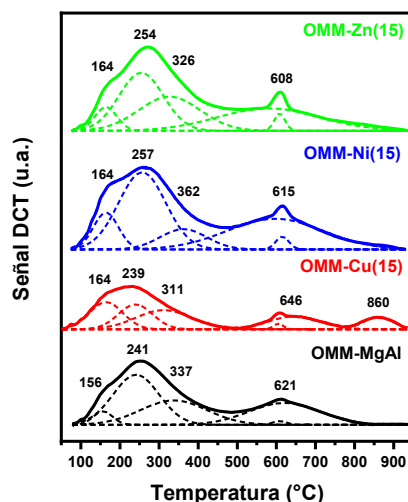


Figura 4: Perfiles de DTP-CO₂ de los OMM.

Se llevaron a cabo estudios de desorción de CO₂ a temperatura programada para comprender la fuerza y concentración de los sitios básicos presentes en la superficie de los catalizadores (Tabla 3). La basicidad del catalizador juega un rol clave en la transesterificación entre el glicerol y el EC, ya que una adecuada fuerza de los sitios básicos es fundamental para extraer el protón del grupo hidroxilo primario del glicerol y mejorar la nucleofilicidad de esta molécula. Los perfiles de desorción fueron deconvolucionados y se distinguieron tres regiones principales de 50-300 °C (se agruparon las sub-bandas con máximos alrededor de 160 °C y 230 °C), de 300-500 °C y de 500-950 °C, asociadas a los sitios básicos débiles, medios y fuertes, respectivamente (Fig. 4). Los sitios básicos débiles corresponden a grupos OH⁻ de superficie. El pico a 310 °C puede atribuirse a los pares ácido-base de Mg²⁺-O²⁻, Al³⁺-O²⁻ y M²⁺-O²⁻ correspondiente a sitios básicos medios. Los picos a una temperatura mayor a 620 °C se atribuyen a los sitios básicos fuertes asociados a los aniones O²⁻ aislados de baja coordinación (Shi et al., 2020). En el OMM-Cu(15), se observó un pico de desorción a alta temperatura a 860 °C, lo que indicó un aumento adicional de la basicidad de los sitios básicos fuertes (Marimuthu et al., 2018). Se observó un predominio de la concentración de sitios básicos débiles y fuertes.

Catalizador	Energía de enlace (eV)		
	O _α (%) ^a	O _β (%)	O _γ (%)
MgAl	529,7 (6)	532,0 (61)	533,5 (33)
Cu(15)	530,3 (23)	532,2 (41)	533,8 (36)
Ni(15)	529,3 (19)	532,3 (69)	534,2 (12)
Zn(15)	529,0 (28)	530,6 (28)	533,0 (44)

Tabla 4. Resultados de la deconvolución de los espectros XPS del O1s de los OMM.

^a El número entre paréntesis indica el porcentaje de la contribución.

En los espectros XPS del O 1s de los OMM se distinguieron tres contribuciones alrededor de 529,5 eV (O_α), 532,0 eV (O_β) y 533,3 eV (O_γ) que son características de las especies de O²⁻ de superficie (oxígeno reticular unido a los cationes metálicos de la estructura), hidróxidos metálicos de superficie (oxígeno adsorbido en la superficie) y

oxígeno carboxilo de los carbonatos o especies de H₂O adsorbidas, respectivamente. Las energías de enlace y el porcentaje de cada contribución se resumen en la Tabla 4 (Fu et al., 2021). La presencia significativa del carácter de O²⁻ es consistente con la presencia de sitios básicos fuertes de Lewis en los catalizadores OMM.

La Tabla 5 resume la actividad catalítica de los catalizadores OMM para la reacción de transesterificación entre el glicerol y EC a los 15 y 90 min de reacción. Los parámetros de reacción mencionados en la metodología fueron elegidos en base a estudios de optimización previa del OMM-Cu(15). Las selectividades y rendimientos obtenidos son relativos al CG y glicidol (GD) formados. Los rendimientos a CG a los 90 min disminuyeron en el siguiente orden: OMM-Cu(15)>OMM-Ni(15)>OMM-Zn(15)>OMM-MgAl. El mayor rendimiento del OMM-Cu(15) podría atribuirse a la presencia de sitios básicos muy fuertes que no presentaron los otros OMM. En general, la introducción del metal de transición favoreció la conversión y la selectividad a CG, con respecto al OMM-MgAl, aunque se produjo una pequeña cantidad de GD por la descarbonilación del CG que se hizo más evidente a los 90 min (Wang et al., 2018). Estos resultados indicaron que la actividad de los OMM se puede asociar a la basicidad, el área superficial, el diámetro y volumen de poros.

Catalizador OMM	Tiempo (min)	Conversión de Gly (%)	Selectividad a CG (%)	Rendimiento a CG (%)	Selectividad a GD (%)
MgAl	15	83,2	94,8	78,9	5,2
	90	95,9	89,4	85,7	10,6
Cu(15)	15	89,4	82,8	74,0	17,2
	90	95,6	93,6	89,5	6,4
Ni(15)	15	82,4	99,2	81,7	0,8
	90	91,8	96,9	89,0	3,1
Zn(15)	15	81,4	97,8	79,6	2,2
	90	90,5	95,3	86,3	4,7

Tabla 5. Actividad catalítica de los catalizadores.

4

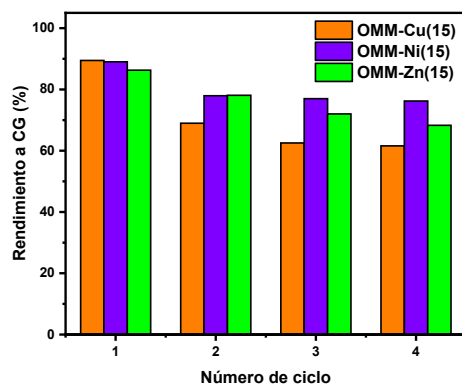


Figura 5. Reutilización de los catalizadores.

Para obtener información sobre la estabilidad de los catalizadores, los OMM-Cu(15), OMM-Ni(15) y OMM-Zn(15) fueron reutilizados en la reacción de transesterificación, bajo las mismas condiciones, y los resultados se presentan en la Figura 5. Con el OMM-Cu(15), se produjo una reducción pronunciada del rendimiento a CG (61,6 %), con cuatro ciclos de reutilización.

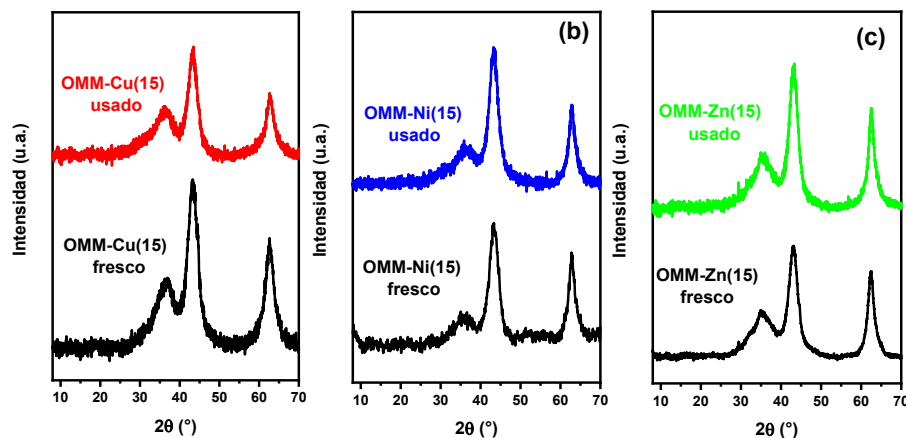


Figura 6. (a) DRX del OMM-Cu(15) fresco y usado; (b) DRX del OMM-Ni(15) fresco y usado; (c) DRX del OMM-Zn(15) fresco y usado.

Cuando se utilizó el OMM-Ni(15), al cuarto ciclo de reacción se observó que el rendimiento a CG disminuyó ligeramente a 76,2 %. En cambio, con el OMM-Zn(15) se obtuvo una disminución del rendimiento a CG de un 68,3 % en el último ciclo de reacción. Por lo tanto, la desactivación del catalizador se vio más afectada en el que contenía Cu, mientras que la que menos se redujo fue la del OMM-Ni(15), a lo largo de los cuatro ciclos de reacción. Esta tendencia estuvo de acuerdo con el número de sitios básicos totales que disminuyó en el siguiente orden: OMM-Ni(15) (3,2 mmol g⁻¹) > OMM-Zn(15) (2,9 mmol g⁻¹) > OMM-Cu(15) (1,5 mmol g⁻¹). Los patrones de DRX de los OMM frescos y usados, luego de los 4 ciclos se muestran en la Figura 6. No se evidenciaron cambios de fases y se mantuvieron las estructuras. En consecuencia, los resultados de la evaluación catalítica indicaron que si bien se obtuvo un mejor rendimiento a CG con el OMM-Cu(15), luego de los estudios de reutilización de los catalizadores y la posterior caracterización fisicoquímica, el OMM-Ni(15) demostró una mejor performance con una buena estabilidad catalítica.

Conclusión

En el presente estudio, los óxidos mixtos a base de Mg y Al con Cu, Ni o Zn como tercer metal incorporado, fueron obtenidos por descomposición térmica de los HDL mediante el método de coprecipitación. Los óxidos mixtos sintetizados fueron eficientes para la síntesis de CG a través de la transesterificación libre de solvente entre el glicerol y el EC. Los resultados de la caracterización fisicoquímica del catalizador demostraron que los OMM presentaron una buena área superficial, volumen de poros y basicidad superficial. Además, la incorporación del metal de transición en la matriz de Mg-Al mostró una influencia en la distribución de la fuerza básica de superficie, lo que benefició la actividad catalítica. El OMM-Cu(15) y el OMM-Ni(15) presentaron los mejores rendimientos a CG de 89,5 % y 89% respectivamente que dependió de la mayor área superficial y de la densidad de sitios básicos de mayor fortaleza que no tuvieron los otros OMM. Sin embargo, en los experimentos de reutilización de los catalizadores, el OMM-Ni(15) demostró una mejor performance con una buena estabilidad catalítica ya que pudo reutilizarse al menos cuatro veces sin una pérdida significativa de su actividad. Por lo tanto, este trabajo ha proporcionado un sistema catalítico activo, estable y práctico para una síntesis de carbonato de glicerilo más económica y sostenible a partir de glicerol y etilencarbonato.

Referencias

- Bravo-Suárez, J. J., Subramaniam, B., & Chaudhari, R. V. (2012). Ultraviolet-visible spectroscopy and temperature-programmed techniques as tools for structural characterization of Cu in CuMgAlO_x mixed metal oxides. *Journal of Physical Chemistry C*, 116(34), 18207–18221. <https://doi.org/10.1021/jp303631v>
- Climent, M. J., Corma, A., De Frutos, P., Iborra, S., Noy, M., Velty, A., & Concepción, P. (2010). Chemicals from biomass: Synthesis of glycerol carbonate by transesterification and carbonylation with urea with hydrotalcite catalysts. The role of acid-base pairs. *Journal of Catalysis*, 269(1), 140–149. <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2009.11.001>
- Comelli, N. A., Ruiz, M. L., Aparicio, M. S. L., Merino, N. A., Cecilia, J. A., Rodríguez-Castellón, E., Lick, I. D., & Ponzi, M. I. (2018). Influence of the synthetic conditions on the composition, morphology of CuMgAl hydrotalcites and their use as catalytic precursor in diesel soot combustion reactions. *Applied Clay Science*, 157(February), 148–157. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.02.039>
- Fu, X., Ren, X., Shen, J., Jiang, Y., Wang, Y., Orooji, Y., Xu, W., & Liang, J. (2021). Synergistic catalytic hydrogenation of furfural to 1,2-pentanediol and 1,5-pentanediol with LDO derived from CuMgAl hydrotalcite. *Molecular Catalysis*, 499(July 2020), 111298. <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2020.111298>
- Luggren, P. J., Apesteguía, C. R., & Di Cosimo, J. I. (2016). Upgrading of biomass-derived 2-hexanol to liquid transportation fuels on Cu-Mg-Al mixed oxides. Effect of Cu content. *Fuel*, 177, 28–38. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2016.02.084>
- Marimuthu, M., Marimuthu, P., Ashok, A. K., Palanivelu, S., & Rajagopalan, V. (2018). Tuning the basicity of Cu-based mixed oxide catalysts towards the efficient conversion of glycerol to glycerol carbonate. *Molecular Catalysis*, 460(September), 53–62. <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2018.09.002>
- Shen, L. L., Xia, K., Lang, W. Z., Chu, L. F., Yan, X., & Guo, Y. J. (2017). The effects of calcination temperature of support on PtIn/Mg(Al)O catalysts for propane dehydrogenation reaction. *Chemical Engineering Journal*, 324, 336–346. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.05.058>
- Shi, J., He, Y., Ma, K., Tang, S., Liu, C., Yue, H., & Liang, B. (2020). Cu active sites confined in MgAl layered double hydroxide for hydrogenation of dimethyl oxalate to ethanol. *Catalysis Today*, March, 0–1. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2020.04.042>
- Sonnati, M. O., Amigoni, S., Taffin De Givenchy, E. P., Darmanin, T., Choulet, O., & Guittard, F. (2013). Glycerol carbonate as a versatile building block for tomorrow: Synthesis, reactivity, properties and applications. *Green Chemistry*, 15(2), 283–306. <https://doi.org/10.1039/c2gc36525a>
- Wang, D., Zhang, X., Cong, X., Liu, S., & Zhou, D. (2018). Influence of Zr on the performance of Mg-Al catalysts via hydrotalcite-like precursors for the synthesis of glycerol carbonate from urea and glycerol. *Applied Catalysis A: General*, 555(January), 36–46. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2018.02.009>