

Propuesta de práctica sustentable usando un prototipo espectrofotométrico elaborado con materiales electrónicos fáciles de obtener

Flores Ávila Carolina¹, Monroy Barreto Leopoldo², Rodríguez Salazar María Teresa de Jesús¹, Vázquez Miranda J. Rolando¹, Monroy Barreto Minerva^{1*}

¹Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, Departamento de Química Analítica. Circuito Exterior S/N, Coyoacán, Cd. Universitaria, Ciudad de México, C.P. 04510, México.

²CFE Generación EPS 1, C.C.C. El Sauz Depto. Eléctrico. Autopista México-Querétaro Km. 176.5 El Sauz, Pedro Escobedo, Querétaro, México.

*Autor para correspondencia: monroy17@unam.mx

Recibido:

29/julio/2021

Aceptado:

09/noviembre/2021

Palabras clave:

Química verde,
espectrofotómetro,
espectroscopia UV-Vis

Keywords:

Green chemistry,
spectrophotometer,
UV-Vis Spectroscopy

RESUMEN

La formación de profesionales en el área química demanda la necesidad de desarrollar habilidades y criterios experimentales que solo pueden ser cubiertos a través del trabajo en laboratorio. Sin embargo, en la mayoría de los casos se emplean reactivos químicos que, de no ser tratados adecuadamente, tienen un impacto negativo por la generación de desechos tóxicos, además de que se requiere el uso de equipos poco accesibles por su costo. Es por eso que se plantea el desarrollo de una práctica sustentable utilizando extractos de té verde y negro como reactivos para la determinación espectrofotométrica de hierro mediante la formación de complejos coloreados. Para su medición se propone la construcción y empleo de un dispositivo espectrofotométrico elaborado con materiales accesibles. Los datos obtenidos para la práctica propuesta muestran una buena correlación entre la concentración del analito y la respuesta del instrumento por lo que es factible su implementación.

ABSTRACT

The training of professionals in the chemical area demands the need to develop skills and experimental criteria that can only be covered through laboratory work. However, in most cases, chemical reagents are used which, if not properly treated, have a negative impact due to the generation of toxic waste, in addition to requiring the use of equipment that is not very accessible due to its cost. For this reason, the development of a sustainable practice using green and black tea extracts as reagents for the spectrophotometric determination of iron through the formation of colored complexes is proposed. For its measurement, the construction and use of a spectrophotometric device made with accessible materials is proposed. The data obtained for the proposed practice show a good correlation between the concentration of the analyte and the response of the instrument, making its implementation feasible.

Introducción

En la actualidad es imposible imaginar un laboratorio en donde se realicen mediciones analíticas que no cuente con alguna técnica instrumental de análisis. Su creciente importancia radica, entre otras cosas, en el grado de automatización que pueden alcanzar y la mejora en sensibilidad y reproducibilidad de resultados. Los principales tipos de estas técnicas analíticas son: espectroscópicas, electroquímicas y cromatográficas. Dentro de las espectroscópicas sobresale por su versatilidad y sencillez la espectroscopia de absorción molecular UV-Vis, siendo ampliamente usada en análisis químicos, clínico, bioquímico, farmacéutico, ambiental, de alimentos, etc., en parte provocado por los avances en el campo de la electrónica y la informática, que han permitido el desarrollo de equipos cada vez más confiables y accesibles (Ríos, et al., 2012).

Pero al mismo tiempo que se han desarrollado instrumentos de medición cada vez más sensibles y robustos, también han surgido diversos proyectos académicos que buscan obtener modelos simplificados que permitan a los estudiantes tener acceso a un prototipo de mínima instrumentación mediante el cual puedan comprender los principios de las técnicas a la par que aplican sus conocimientos para resolver problemas analíticos (Martínez y Baeza, 2004).

En la Facultad de Química, UNAM, el tema de espectroscopia de absorción molecular, desde un enfoque analítico experimental, se aborda en las asignaturas de Analítica Experimental I y II, que son de carácter obligatorio para las carreras de Licenciatura en Química, Química de Alimentos y Química Farmacéutico biológica. Sin embargo, debido al número de estudiantes que hay en los laboratorios de docencia, es difícil que cada uno pueda interactuar directamente con los equipos disponibles, por lo que el diseño de prototipos hechos a base de elementos accesibles y de bajo costo brinda la oportunidad de que cada alumno explore, experimente, manipule y, a la vez, pueda adquirir y procesar datos (Esteban, et al., 2019; Muñoz, et al., 2017).

Pero además de resolver el problema de acceso al uso de espectrofotómetros, los laboratorios de analítica en general tienen el reto de integrar el enfoque de sustentabilidad en la planeación y ejecución del trabajo experimental y con ello conseguir reducir el impacto ambiental de los residuos generados, que además de contaminar, representan un alto costo a la institución. Para lograr esta meta debe buscarse un cambio de perspectiva en el que desde un inicio se plantee evitar la generación de residuos en lugar de proponer tratamientos para desecharlos, es decir, prevenir en vez de controlar (Ávila et al., 2015).

Es por ello que se propone utilizar complejos coloridos para efectuar análisis cuantitativos del contenido de diversos analitos por espectrofotometría de absorción molecular en el Vis utilizando curvas de calibración basadas en la ley de Lambert-Beer incorporando el uso de reactivos menos tóxicos (Kuntzleman y Jacobson, 2016). Y puesto que está perfectamente documentado que el té verde y el té negro son ricos en contenido de polifenoles, los cuales pueden formar complejos coloridos con el Fe (III) y Fe (II) capaces de absorber luz en la zona visible del espectro electromagnético, es posible considerar muy apropiado y ventajoso su uso para realizar análisis cuantitativo del contenido de hierro en diversas muestras de una forma sencilla y confiable, además de económica, sustentable y respetuosa con el medio ambiente (Lapanantnoppakhun et al., 2019).

Desarrollo

Justificación

Como consecuencia del aumento del número de estudiantes que ingresa a las carreras que ofrece la Facultad de Química, UNAM, se ha observado una disminución del contacto directo de los alumnos con los instrumentos analíticos y un incremento en la cantidad de residuos generados durante el trabajo práctico. Es por ello que en el Departamento de Química Analítica se está buscando proponer alternativas didácticas que faciliten y enriquezcan el proceso de enseñanza aprendizaje del trabajo experimental en los laboratorios de docencia y simultáneamente contribuir a una mejor gestión de recursos.

Objetivo

Desarrollar un prototipo óptico de bajo costo para su uso en los laboratorios de analítica experimental I y II que posibilite el aprendizaje de los fundamentos de la espectrofotometría de absorción molecular y que proporcione respuestas confiables para la resolución de problemas analíticos con fines didácticos.

Proponer metodologías analíticas en las que se incorporen criterios de sustentabilidad y química verde, sustituyendo, en la medida de lo posible, el uso de reactivos tóxicos y/o costosos.

Es así que mediante el uso de los tés verde y negro como reactivos naturales (Martinovic, et al., 2017) para la determinación de hierro pueden abordarse tópicos fundamentales dentro de la química analítica como: formación de complejos, análisis cuantitativos, curvas de calibración, métodos espectroscópicos y la ley de Lambert-Beer. Además, se estará fomentando la sustentabilidad mediante la aplicación de varios principios de la química verde como el uso de reactivos

menos tóxicos, disminución de la generación de residuos, uso de disolventes inocuos, etc., con lo que además se incrementará la seguridad de los alumnos durante el trabajo práctico.

Conjuntamente el empleo del prototipo espectrofotométrico elaborado con materiales comerciales, económico y que es capaz de realizar mediciones de absorción precisas, permitirá a los estudiantes comprender el principio de las mediciones espectrofotométricas, identificar sus componentes fundamentales y su función.

Metodología

Elaboración del prototipo espectrofotométrico

Para la elaboración del prototipo se consideraron las principales partes que constituyen un espectrofotómetro de absorción molecular (Figura 1).

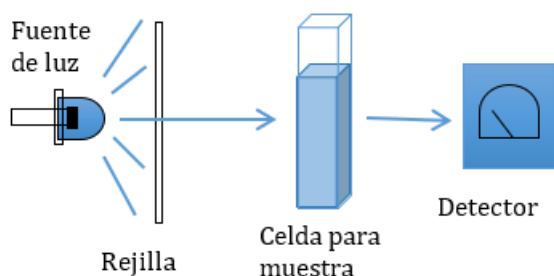


Figura 1. Componentes generales de un espectrofotómetro.

Su funcionamiento empieza con una fuente de energía radiante, en este caso se empleó un led de luz brillante, la cual es enfocada en un seleccionador de longitud de onda, para lo que usamos una rejilla de difracción de 400 líneas montada sobre un servomotor que controla el ángulo de la rejilla. La luz que pasa por la rejilla se dirige a un compartimento donde se deposita la muestra dentro de una celda de vidrio o plástico que permita el paso de luz. Finalmente se coloca una fotorresistencia LDR como detector.

El prototipo diseñado se controla con una placa de desarrollo Arduino versión 1, la cual es la encargada de encender la fuente de iluminación, energizar el servomotor, que a su vez desplaza la rejilla de difracción a diferentes ángulos en función del tiempo. Y finalmente, para traducir el valor de resistencia del LDR debida a la luz que incide en ella, en un intervalo de 0 hasta 1024 Bits, se envía esta información a través de un puerto USB serial y utilizando el software "Data Streamer" de Excel, el cual permite leer y procesar, se obtiene el registro de datos con una computadora (Figura 2).

Para realizar las medidas primero se alineó el led y se registraron los datos del blanco de reactivos, es decir, la disolución amortiguadora de ácido acético/acetato de sodio 0.2 M a pH 5 con el extracto del té. La luz que llegó la fotocelda bajo esas condiciones se registró como intensidad medida I_0 . Después se colocó cada una de las muestras y la intensidad de luz resultante correspondió a la $I_{muestra}$. En cada caso obtuvimos la absorbancia aplicando la ecuación (1) para determinar la transmitancia (T) y la ecuación (2) para convertirla en absorbancia (A).

$$T = \frac{I_{muestra}}{I_0} \quad (1)$$

$$A = -\log_{10} T = \log_{10} \frac{I_0}{I_{muestra}} \quad (2)$$

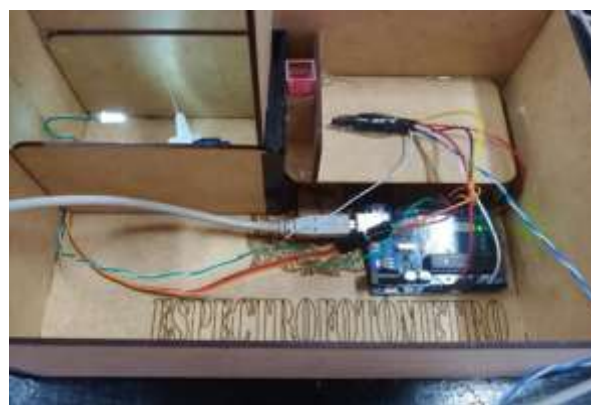


Figura 2. Prototipo elaborado con elementos electrónicos fáciles de obtener.

Método para la propuesta práctica

Para la curva de calibración se prepararon las siguientes soluciones patrón:

Solución madre de Fe (III): se pesaron 484 mg de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ en 100.0 mL de agua destilada.

Solución intermedia de Fe (III): se transfirieron 25.0 mL de la solución madre a un matraz aforado de 100.0 mL y se llevó al aforo con solución amortiguadora de ácido acético/acetato de sodio 0.2 M a pH 5.

Para los patrones de lectura (finales) se midieron los volúmenes indicados en la Tabla 1 y se llevaron a un volumen de 25.0 mL con solución amortiguadora de acetatos 0.2 M a pH 5.

Tabla 1. Preparación de la curva de calibración.

mL de solución intermedia	Volumen de aforo (mL)	ppm Fe (III)
1	25	10
2	25	20
3	25	30
4	25	40
5	25	50

Como reactivo natural se empleó el extracto obtenido de bolsas de té verde comercial. Para prepararlo se colocó el contenido de una bolsa de té en 50 mL de agua caliente durante 10 minutos y se diluyó con solución amortiguadora de ácido acético/acetato 0.2 M a 250.0 mL.

Para el desarrollo del color, utilizando vasos de precipitados, se midieron 5.0 mL de cada punto de la curva de calibración y se le adicionaron 10.0 mL de la solución de reactivo natural de té.

Como blanco de reactivos se midieron 5.0 mL de solución amortiguadora de acetatos 0.2 M pH 5 y se le adicionaron 10.0 mL de solución de reactivo natural de té.

El procedimiento previamente descrito se realizó tanto para el té verde como negro para comparar resultados.

Resultados y discusión

Está ampliamente reportado la formación instantánea de complejos estables obtenidos de extractos de té verde y negro con iones de hierro debido a la presencia de polifenoles (Lapanantnoppakhun, et al., 2019). Cuando preparamos una disolución de Fe^{3+} esta presenta un color amarillo pálido, al colocar el extracto de té la disolución se tiñe de un color intenso como se muestra en la Figura 3.



Figura 3. Desarrollo de color de los puntos de calibración para la construcción de la curva con los diferentes niveles de concentración de la solución de Fe^{3+} .

Fue posible observar cambio en absorbancia de luz visualmente y también se determinó con el prototipo fabricado por el grupo de trabajo.

Es importante recalcar que el uso de extractos de plantas como reactivos naturales ofrece la ventaja de disminuir riesgos de accidentes químicos para los estudiantes mientras trabajan en el laboratorio, además de bajar costos y fomentar la sustentabilidad mediante la realización de una práctica en donde se considera el uso de reactivos biodegradables, no tóxicos, solubles en agua y comercialmente disponibles.

El siguiente punto por tratar fue la medición de la absorbancia de los patrones de lectura obtenidos previamente en el prototipo desarrollado. A continuación se describe su funcionamiento: se coloca el blanco o las muestras en el compartimento; se inicia la adquisición de datos con el comando de lectura proporcionado por un micro-interruptor. Esta instrucción permite que la rejilla de difracción inicie su movimiento desde su posición perpendicular con respecto a la fuente, hasta un ángulo de 90° con respecto a su posición inicial. Desde el momento que se enciende la luz del led se adquieren los datos de la luz que llega al sensor (LDR). Los resultados crudos obtenidos con el prototipo se presentan en la Figura 4.

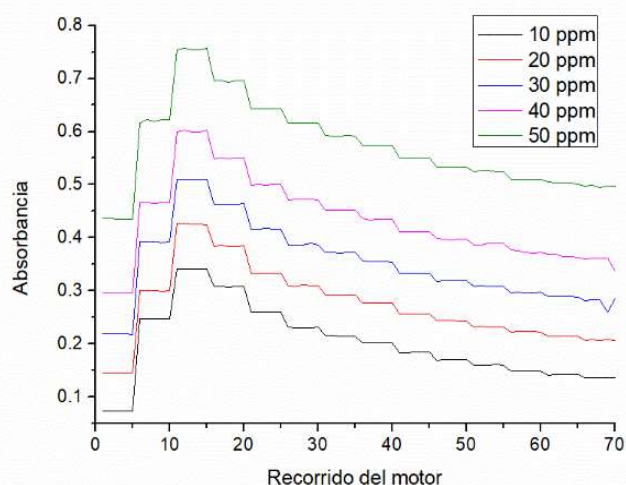


Figura 4. Datos crudos obtenidos en el prototipo y transformados a unidades de absorbancia.

Como se observa en la figura 4, se obtienen pequeños escalones que se atribuyen al movimiento del servomotor, estos datos crudos obtenidos con el prototipo son los que usamos para construir las curvas de calibración descritas más adelante, sin embargo, se les realizó un suavizado procesando los datos en el software Origin, obteniéndose las gráficas presentadas en las Figuras 5 y 6 para los complejos de Fe^{3+} -polifenoles de té verde y negro respectivamente.

Estos datos son muy similares. Sin embargo, se observa una pequeña diferencia en la posición de los máximos, es decir, el prototipo nos indica una ligera diferencia en los ángulos de la posición de la rejilla.

Para comparar el desempeño del prototipo desarrollado se efectuó la lectura de cada uno de los puntos de la curva de calibración de ambos té en un espectrofotómetro UV-Vis comercial, para obtener su respectivo espectro de absorción, ilustrados en las Figuras 7 y 8.

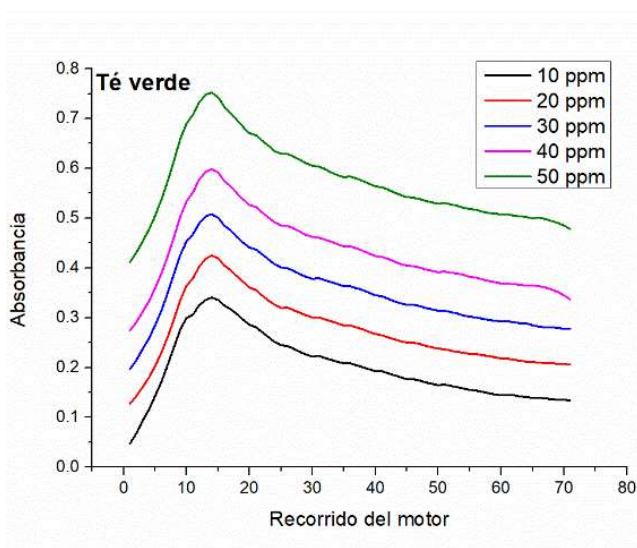


Figura 5. Curva de respuesta espectral para los complejos de té verde-Fe³⁺ (diferentes concentraciones) obtenidos con el prototipo, después de un suavizado.

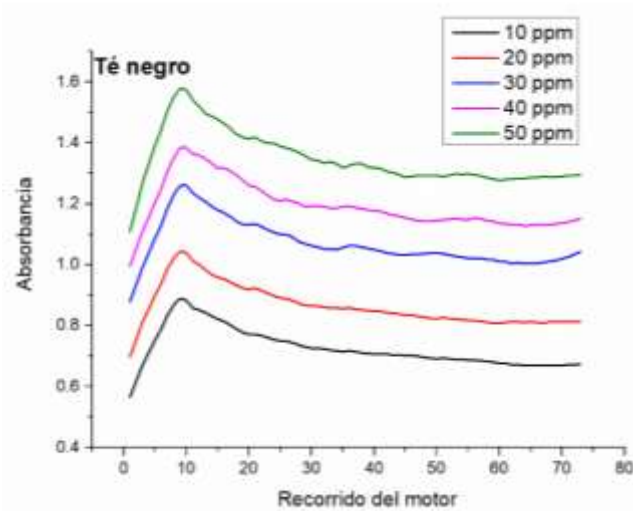


Figura 6. Curva de respuesta espectral para los complejos de té negro Fe³⁺ (diferentes concentraciones) obtenidos con el prototipo, después de un suavizado.

De los espectros de los complejos formados con los tés y obtenidos con el espectrofotómetro comercial se puede observar que los perfiles en la zona cercana a 400 nm y hasta 700 nm presentan diferencias muy sutiles y que el equipo es suficientemente sensible para distinguir que las relaciones de los máximos en 400 y 550 nm son diferentes en ambos tés. Esto no fue detectado con nuestro prototipo, sin embargo, si se detectó que los máximos de absorbancia obtenidos corresponden a una posición diferente de la rejilla.

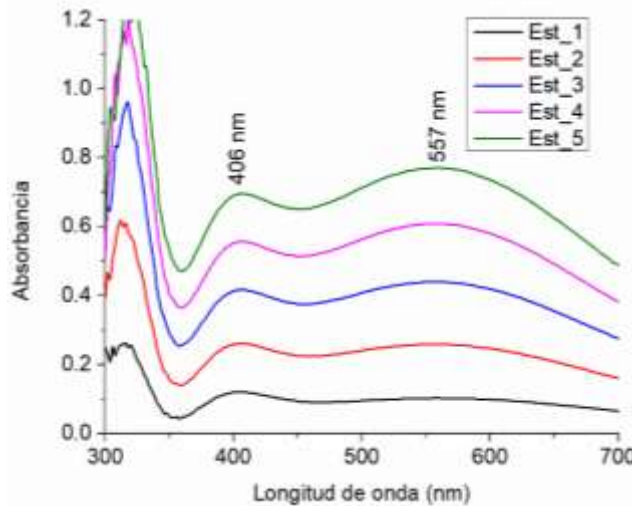


Figura 7. Espectros de los complejos de té verde-Fe³⁺ a diferentes concentraciones obtenidos con el espectrofotómetro UV-Vis comercial.

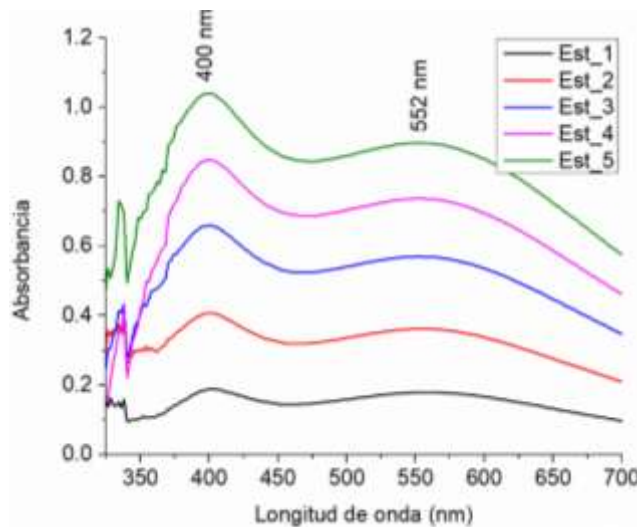


Figura 8. Espectros de los complejos de té negro-Fe³⁺ a diferentes concentraciones obtenidos con el espectrofotómetro UV-Vis comercial.

El siguiente paso fue verificar si se cumplía la Ley de Lambert-Beer en las lecturas de las soluciones patrón realizadas en el prototipo. Para ello se consideraron los datos obtenidos en el punto de máxima absorción de cada curva y se utilizaron para construir la curva de calibración del té verde y negro (Figuras 9 y 10, respectivamente). En el caso del té verde la disolución patrón más concentrada (50 ppm de Fe³⁺) no permitía el paso suficiente de luz, por lo que se eliminó de la curva.

Por lo demás, se puede apreciar que la absorbancia de las disoluciones depende linealmente de la concentración en el intervalo de 10 a 40 ppm. Esta relación lineal es una demostración de que se cumple la Ley de Lambert-Beer. En el caso del té negro la relación lineal se observa entre 10 y 50 ppm. Por lo tanto, concluimos que el prototipo puede realizar mediciones analíticas suficientemente precisas del sistema estudiado para fines didácticos.

También se construyeron las curvas de calibración obtenidas con el espectrofotómetro UV-Vis considerando los picos de máxima absorción localizados en 406 y 400 nm en los té verde y negro, respectivamente, y también se representaron en las Figuras 9 y 10.

Al estudiar los complejos de té negro, nuevamente la pendiente obtenida por el instrumento comercial fue mayor (0.02149) que la obtenida con el prototipo (0.01671). Estas diferencias se atribuyen a la sensibilidad, sin embargo, en las condiciones empleadas, esta sensibilidad no afectará el resultado.

En todos los casos se observó una muy buena bondad de ajuste al modelo de correlación lineal entre la señal del instrumento y la concentración de las soluciones de referencia, evaluada a través del coeficiente de correlación producto-momento de Pearson (r), tanto usando el equipo comercial como el prototipo, (Miller and Miller, 2002).

Este experimento demostró que el prototipo se puede usar en los laboratorios de docencia para medir la absorbancia de muestras coloreadas y que además existen muchas posibilidades de introducir cambios el diseño para conseguir mejores resultados con un mayor número de aplicaciones.

Conclusiones

Los estudiantes de licenciatura pueden aprender química analítica utilizando recursos seguros y de bajo costo, empleando extractos naturales.

Este ejercicio muestra que el prototipo construido puede usarse para medir la absorbancia de la luz visible de las disoluciones de muestra al dar respuestas instrumentales proporcionales a la concentración del analito de interés, en este caso el hierro, con una buena correlación lineal y, por lo tanto, con muchas posibilidades de proporcionar resultados confiables, lo cual deberá evaluarse con mayor rigurosidad con diferentes aplicaciones.

Se espera que un dispositivo simple como el prototipo presentado auxilie a los profesores en la enseñanza de algunos conceptos básicos como resolución espectral y Ley de Lambert-Beer, entre otros, y que permita el diseño de prácticas experimentales tomando en cuenta criterios de sustentabilidad ambiental aplicables a la química analítica verde, en las que se consideren aspectos tales como: empleo de reactivos biodegradables, menos tóxicos, fácilmente reciclables, uso de disolventes inocuos, disminución de la generación de desechos y aumentando la seguridad del ejecutante.

Agradecimientos

A la Dra. Araceli Peña Álvarez, jefa del Departamento de Química Analítica y a la Q. Nadia M Munguía Acevedo.

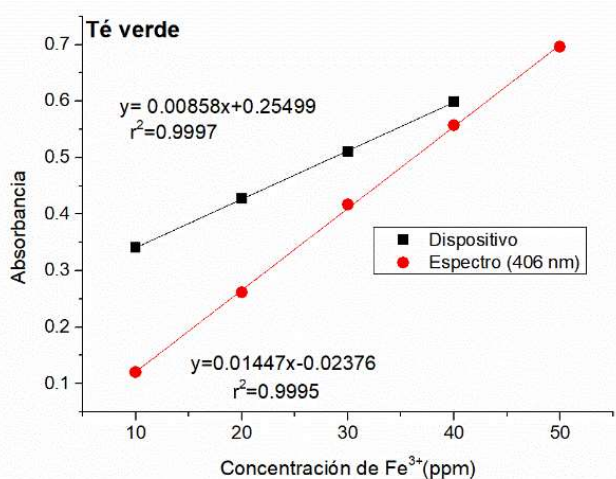


Figura 9. Curva de calibración obtenida para el té verde. La pendiente obtenida por el instrumento comercial en los complejos de té verde fue de 0.01447, mayor que la obtenida en el prototipo (0.00858).

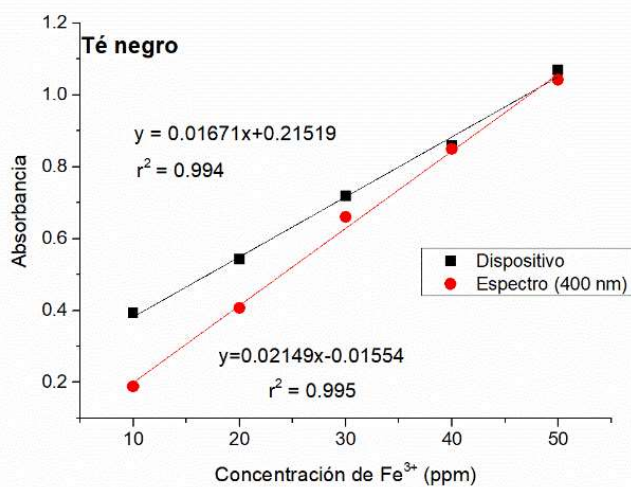


Figura 10. Curva de calibración obtenida para el té negro.

A la Ing. Judit Pérez Zaragoza por su apoyo para alcanzar el objetivo de este trabajo.

Al Dr. J. Jesús Recillas Mota por sus comentarios constructivos sobre el tema.

Trabajo realizado con el apoyo del Programa UNAM-DGAPA-PAPIME 205822.

Referencias

- Ávila J. G., Gavilán I. C., Cano G. S. (2015). Teoría y experimentos de Química Orgánica con enfoque de Química Verde. México: UNAM.
- Esteban Ó., Verga R., Quintana X., Caño-García M. (2019). Integrating Undergraduate Research into the Electro-Optics and Laser Engineering Technology Program at Indiana University of Pennsylvania, *Interdisciplinary Journal of Problem-Based Learning*, 52(4), p. 92891. DOI: 10.7149/OPA.52.4.51022.
- Kuntzleman T. S., Jacobson E. C. (2016) 'Teaching Beer's Law and Absorption Spectrophotometry with a Smart Phone: A Substantially Simplified Protocol'. *J. Chem. Edu.*, 93(7), 1249-1252. DOI: 10.1021/acs.jchemed.5b00844.
- Lapanantnoppakhun S., Tengjaroensakul U., Mungkornasawakul P., Puangpila C., Kittiwachana S., Saengtempiam y S., Hartwell, S.K. (2019). Green Analytical Chemistry Experiment: Quantitative Analysis of Iron in Supplement Tablets with Vis spectrophotometry Using Tea Extract as a Chromogenic Agent. *J. Chem. Edu.*, 97(1), 207-214. DOI: 10.1021/acs.jchemed.9b00530.
- Martínez M. y Baeza, A. (2004). Química Microanalítica: Determinación de ácido acetilsalicílico con Microfotocolorímetros de Mínima Instrumentación (MIMC) de bajo costo. *Revista Cubana de Química*, 16(3), 29-39.
- Martinovic B., Talić, S., Ivanković, A., Marić, L. (2017). Spectrophotometric determination of Fe ions using green tea extract. *Bolletín of Chemistrts and Technologists of Bosnia and Herzegovina*, 49, 39-42
- Miller J., Miller J. (2002). Estadística y quimiometría para química analítica. 1ª Ed. Pearson Prentice Hall.
- Muñoz T., Gonzalez-Valencia E., Torres P., Aristizábal D.L. (2017) Low-Cost Spectrometer for Educational Applications using Mobile Devices. *Opt. Pura Apl*, 50(3), 221-228. DOI: 10.7149/OPA.50.3.49035.
- Ríos A., Cruz M., Simonet B. (2012). Técnicas espectroscópicas en química analítica. 1a Ed. Editorial Síntesis.