

Vol. 107 N°1

ISSN 2545-8655

**ANNALES DE LA  
ASOCIACIÓN QUÍMICA  
ARGENTINA**

Enero-Junio 2020



# Anales de la Asociación Química Argentina

*Editada desde 1913*

## **Editora en Jefe**

Dra. Susana Larrondo

## **Co-Editora**

Dra. Noemí E. Walsoe de Reca

## **Comité Editorial**

Dra. Alicia Fernández Cirelli

Dra. Alicia B. Pomilio

Dr. Angel Alonso

Dr. Alberto L. Capparelli

Dr. Eduardo A. Castro

Dra. Norma B. D'Accorso

Dr. Arturo Vitale

## **Comité Académico Asesor**

Dra. Marta Litter (CNEA) – Dr. Gustavo Romanelli (CINDECA) – Dra. Alicia Penissi (IHEM)

Dr. Carlos O. Della Védova (CEQUINOR) – Dr. Roberto J. J. Williams (INTEMA)

Dra. Rosa Erra-Balsells (CIHIDECAR) – Prof. Rolando A. Spanevello (IQUIR)

Dra. Aida Ben Altabef (INQUINOA) – Dr. Jose Luis Crudo (CNEA)

## **Comité Científico Internacional**

Prof. Sylvio Canuto (Brazil) - Prof. Juan M. Diez Tascón (Spain)

Prof. José Elguero (Spain) Prof. Ivan Gutman (Serbia) - Prof. Arsenio Muñoz de la Peña (Spain)

Prof. Emeritus Francisco Tomás Vert (Spain)

## **Asistente Editorial**

Lic. Cristina E. Corbellani

e-mail: [anales.aqa@gmail.com](mailto:anales.aqa@gmail.com)

Registro de Propiedad Intelectual N° 164.756

## **Asociación Química Argentina**

Sánchez de Bustamante 1749, 1425 Buenos Aires, Argentina

TE/FAX: 54-11-4822-4886

<http://www.aqa.org.ar>

## Contenido

Vol. 107 N°1, Enero-Junio de 2020

Editorial..... pp. *i*

### Trabajos Regulares

ANS with Metal (II)-Bifunctional Amine Complexes in Toluene. Kinetic Determinations and Quantum Chemical Calculations. Sustitución Nucleofílica Aromática con..... pp. 1- 23  
*Cecilia E. Silvana Alvaro, Federico D. Bergero, Federico M. Bolcic, Susana B. Ramos, Norma S. Nudelman.*

Vibrational Spectra of two Bismuth (iii) Oxalates:  $\text{Bi}(\text{OH})\text{C}_2\text{O}_4$  and  $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  .. pp. 24-32  
*Ana C. González-Baró, Vicente L. Barone and Enrique J. Baran.*

Estudio Teórico de Acetilación de Alcoholes Catalizada por Ácidos de Lewis e Influencia de Solventes ..... pp. 33-42  
*Silvana C. Caglieri, Héctor R. Macaño, Gustavo I. Servetti*

Whole bodies of the argentinian cockroach *periplaneta americana*: noncommercial extract fractionation/characterization, cross-reactivity and vaccine therapy ..... pp. 43-63  
*Stella M. Battista, Santiago R. Rodríguez, Ángel Alonso, Alicia B. Pomilio*

Structural and spectroscopic properties of some double oxalates containing Mg(II) and a divalent first row transition metal cation..... pp. 64-72  
*María M. Torres, Daniel Palacios, Ana C. González-Baró, Vicente L. Barone and Enrique J. Baran*

Evaluación de dos Métodos para la Extracción de pectina del bagazo de sábila (*Aloe Barbadensis Miller*) ..... pp. 73-86  
*Maria E., Moreno. C. Caridad Curbelo, C. Lourdes Crespo*

Síntesis y Caracterización de Calix[4]areno Funcionalizado con Grupos Sulfónicos Incluido en una Matriz de Sílice-Titania. .... pp. 87-101  
*María B. Colombo Migliorero, Sandra M. Bonilla Castañeda, Sergio A. Fernandes, Valeria Palermo, Patricia G. Vázquez, Gustavo P. Romanelli*

**EDITORIAL**

*Estimados Lectores de Anales de la Asociación Química Argentina:*

*El presente número de Anales de la AQA reúne trabajos regulares de conocidos investigadores nacionales e internacionales, el trabajo “Whole bodies of the argentinian cockroach periplaneta americana: noncommercial extract fractionation/characterization, cross-reactivity and vaccine therapy”, de Stella M. Battista y colaboradores, que recibió el premio del XXXII Congreso Argentino de Química en el Área Química Biológica, y el trabajo “Síntesis y Caracterización de Calix[4]areno Funcionalizado con Grupos Sulfónicos Incluido en una Matriz de Sílice-Titania”, de María B. Colombo Miglioriero y colaboradores, que recibió el premio del XXXII Congreso Argentino de Química en el Área Química Industrial y Ciencia de Materiales.*

*Esperamos que disfruten de este nuevo número y contarlos como colaboradores en próximos números de la revista.*

*Dra. Susana A. Larrondo*

*Editora*



Anales de la  
Asociación  
Química Argentina

**ANS WITH METAL(II)-BIFUNCTIONAL AMINE COMPLEXES IN TOLUENE.  
KINETIC DETERMINATIONS AND QUANTUM CHEMICAL CALCULATIONS  
SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA AROMÁTICA CON COMPLEJOS METAL(II)-  
AMINAS BIFUNCIONALES EN TOLUENO. DETERMINACIONES CINÉTICAS Y  
CÁLCULOS QUÍMICO CUÁNTICOS**

**Cecilia E. Silvana Alvaro<sup>1,2\*</sup>, Federico D. Bergero<sup>3</sup>, Federico M. Bolcic<sup>4</sup>, Susana B. Ramos<sup>2,3</sup>, Norma S. Nudelman<sup>5</sup>.**

<sup>1</sup>Depto. de Química, Facultad de Ingeniería. Universidad Nacional del Comahue. Buenos Aires 1400 (8300) Neuquén, Argentina.

<sup>2</sup>Instituto de Investigaciones y Desarrollo en Ingeniería de Procesos, Biotecnología y Energías Alternativas (PROBIEN), CONICET - Universidad Nacional del Comahue, (8300) Neuquén, Argentina.

<sup>3</sup>Depto. de Física, Facultad de Ingeniería. Universidad Nacional del Comahue. Buenos Aires 1400, (8300) Neuquén, Argentina.

<sup>4</sup>Facultad de Ciencias Médicas, Universidad Nacional del Comahue. (8324) Cipolletti, Río Negro, Argentina.

<sup>5</sup>Academia Nacional de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales, Avda. Alvear 1714, Piso 4, Buenos Aires, Argentina. Email: acad@ancefn.org.ar /sbarbati04@gmail.com

\*Autor Corresponsal E-mail: silvanitaces@gmail.com / silvana\_alvaro@hotmail.com

---

## Resumen

Se realizaron estudios cinéticos de Sustitución Nucleofílica Aromática (SNAr) empleando complejos Metal(II)-amina en tolueno y cálculos químicos cuánticos para determinar la geometría y energía de formación de los complejos. Los estudios previamente informados del mecanismo SNAr se centran principalmente en la naturaleza del sustrato, la basicidad del nucleófilo y la polaridad del disolvente, aunque el estudio con complejos de coordinación es escaso. Los complejos metal-amina exhiben una reactividad diferencial con respecto a las aminas no complejadas dependiendo, principalmente, del metal y la estructura del ligando. El presente trabajo describe estudios cinéticos realizados en tolueno con 1-cloro-2,4-

dinitrobenceno y complejos de Cu(II) y Fe(II) con aminas bifuncionales, y se compararon con estudios previos utilizando las aminas no complejadas. Considerando la diferente reactividad de los complejos metal-amina, los resultados sugieren una diferente labilidad de los complejos atribuidos al efecto quelato y efectos estereoelectrónicos, para formar aminas no complejadas que luego reaccionarían con el sustrato, ya que los resultados cinéticos no proporcionan evidencia que los complejos metal-amina reaccionan como entidad nucleofílica. Por el contrario, se disocian antes de reaccionar y los resultados obtenidos son consistentes con el mecanismo del "Nucleófilo Dímero". Mediante cálculos teóricos basados en la Teoría Funcional Densidad determinamos la estructura de equilibrio y energía de complejación de dichos complejos. Los cálculos teóricos indican que los complejos más estables son aquellos con tres moléculas de amina como ligando, y que los complejos de Cu(II) son más estables que los de Fe(II), resultados que se correlacionan con el orden de reactividad obtenido experimentalmente

### Abstract

Kinetic studies of Aromatic Nucleophilic Substitutions (ANS) of Metal(II)-amine complexes in toluene and quantum chemical calculations were carried out. Reported studies of ANS mechanism are mainly centered on the nature of substrates, nucleophile basicity and solvent polarity, while the study with coordination complexes are scarce. Amine complexes exhibit a differential reactivity with respect to uncomplexed amines depending on, among other factors, the metal center and the ligand structure. The present work describes kinetic studies carried out in toluene with 1-chloro-2,4-dinitrobenzene (DNCIB) and Cu(II) and Fe(II) complexes with bifunctional amines. They were chosen considering their characteristics of bi-dentate ligands, the possible size of the metal-cycle formed and their ability to form intra- or intermolecular hydrogen-bonds. Taking into account the dissimilar reactivity of amine-complexes, the results suggest a different stability of the complexes attributed to stereo-electronic and chelate effects, to form uncomplexed amines that would then react with the substrate, since the observed results do not provide evidence that metal-amine complexes react as a nucleophilic entity. On the contrary, they seem to dissociate prior to react rendering results consistent with a "dimer nucleophile" mechanism. To interpret kinetic results, we performed Density Functional Theory calculations to determine the equilibrium structure and the binding energy for Cu(II) and Fe(II) amine complexes. Quantum chemical calculations indicate that the most stable complexes are those with three amines molecules as ligands, and that Cu(II) complexes are more stable than those with Fe(II), results that correlate with the order of reactivity experimentally obtained.

*Palabras clave: Sustitución Nucleofílica Aromática; Solventes apróticos; Complejos de coordinación; Mecanismo del Nucleófilo Dímero; Cálculos DFT.*

*Keywords: Aromatic Nucleophilic Substitution; Aprotic solvents; Coordination complexes; Dimer Nucleophile Mechanism; DFT calculations.*



Anales de la  
Asociación  
Química Argentina

## VIBRATIONAL SPECTRA OF TWO BISMUTH (III) OXALATES:

### $\text{Bi}(\text{OH})\text{C}_2\text{O}_4$ and $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Ana C. González-Baró, Vicente L. Barone and Enrique J. Baran\*

Centro de Química Inorgánica (CEQUINOR, CONICET/UNLP), Facultad de Ciencias Exactas,  
Universidad Nacional de La Plata, Bvd. 120 N° 1465, 1900-La Plata, Argentina.

\*Autor Corresponsal E-mail: [baran@quimica.unlp.edu.ar](mailto:baran@quimica.unlp.edu.ar)

---

### Resumen

Se sintetizaron los dos oxalatos de Bi(III) del título y se registraron sus espectros de infrarrojo y Raman, los que resultaron ser bastante similares en su forma y ordenamiento espectral. Los espectros del  $\text{Bi}(\text{OH})\text{C}_2\text{O}_4$  resultaron consistentes con sus peculiaridades estructurales conocidas. En el caso del  $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  el análisis espectroscópico está de acuerdo con la presencia de grupos oxalato tetradentados fuertemente distorsionados, que generan un ordenamiento estructural tridimensional muy complejo, similar a los encontrados en los dos hidratos relacionados de estructuras conocidas, esto es  $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ .

### Abstract

The two Bi(III) oxalates of the title were synthesized. Their infrared and Raman spectra were recorded and showed relatively similar spectral patterns. The spectra of  $\text{Bi}(\text{OH})\text{C}_2\text{O}_4$  are consistent with their known structural peculiarities. In the case of  $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  the spectroscopic analysis is in agreement with presence of highly distorted tetradentate oxalate groups, generating a complex three-dimensional structural arrangement similar to those found in the two related hydrates of known structures, i. e.  $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{Bi}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ .

*Palabras clave:* Oxalatos de bismuto(III); espectros de IR y Raman; comportamiento vibracional; características estructurales.

*Keywords:* Bismuth(III) oxalates; IR and Raman spectra; vibrational behavior; structural characteristics.



## ESTUDIO TEÓRICO DE ACETILACIÓN DE ALCOHOLES CATALIZADA POR ÁCIDOS DE LEWIS E INFLUENCIA DE SOLVENTES

Silvana C. Caglieri\*, Héctor R. Macaño, Gustavo I. Servetti

CIQA-Centro de Investigación y Transferencia en Ingeniería Química Ambiental, Facultad Regional  
Córdoba, Universidad Tecnológica Nacional. Córdoba. República Argentina

\* Autor Corresponsal E-mail: scaglieri@frc.utn.edu.ar

---

### Resumen

Se llevó a cabo un estudio teórico de reactividad de alcoholes alifáticos y aromáticos, frente a la reacción de acetilación con anhídrido acético, catalizada por iones metálicos:  $Zn^{2+}$ ;  $Co^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ;  $Cu^{2+}$  y  $Ni^{2+}$ , a través del análisis de los intermediarios de reacción correspondientes. Las energías de activación y las energías de los intermediarios de reacción, se calcularon con el método Universal Force Field (UFF). Los valores obtenidos se compararon con datos de literatura. El p-metilfenol presentó la mayor reactividad frente a la acetilación en todos los casos y el  $Zn^{2+}$  resultó ser el ion metálico más reactivo, reportando los valores más bajos de energía. Se completó el estudio comparando la reactividad de etanol y fenol frente a la reacción de acetilación, en presencia de diferentes solventes polares apróticos y no polares, a través del análisis de los intermediarios de reacción correspondientes. Las energías de los mismos y las energías de activación se calcularon con el nivel de teoría funcional de densidad (DFT) con el estándar B3LYP combinado con el conjunto de base 6-31G\*. Para estudiar la influencia de los diferentes solventes se utilizó el modelo IEFPCM. Los valores obtenidos se compararon con datos de literatura. El etanol presentó la mayor reactividad en todos los casos y el acetonitrilo resultó ser el solvente óptimo para la reacción de acetilación de ambos alcoholes.

### Abstract

A theoretical study of reactivity of aliphatic and aromatic alcohols in the acetylation catalyzed with metallic ions:  $Zn^{2+}$ ;  $Co^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ;  $Cu^{2+}$  y  $Ni^{2+}$ , through the analysis of the corresponding reaction intermediates was carried out. The activation energies and the reaction intermediates energies were calculated with the method Universal Force Field (UFF). The calculated values were compared with literature data. The p-methylphenol presented the higher reactivity in the acetylation reaction and the  $Zn^{2+}$  reported the lower



energy values. This was completed with a comparative theoretical study of reactivity of ethanol and phenol in the acetylation with several aprotic polar and nonpolar solvents, through the analysis of the corresponding reaction intermediates. The activation energies and the reaction intermediates energies were calculated with the level density functional theory (DFT) with the standard B3LYP combined with basis set 6-31G\*. The IEFPCM model used to study the influence of different solvents. The values obtained were compared with literature data. The ethanol presented the higher reactivity in the acetylation reaction and the acetonitrile turned out to be the best solvent for the reaction of acetylation of both alcohols.

*Palabras clave: acetilación, ácido Lewis, alcoholes, DFT-IEFPCM, UFF.*

*Keywords: acetylation, Lewis acid, alcohols, DFT- IEFPCM, UFF.*



**WHOLE BODIES OF THE ARGENTINIAN COCKROACH *PERIPLANETA*  
*AMERICANA*: NONCOMMERCIAL EXTRACT  
FRACTIONATION/CHARACTERIZATION, CROSS-REACTIVITY AND VACCINE  
THERAPY**

**CUERPOS ENTEROS DE LA CUCARACHA ARGENTINA *PERIPLANETA*  
*AMERICANA*: FRACCIONAMIENTO/CARACTERIZACIÓN DEL EXTRACTO NO  
COMERCIAL, REACTIVIDAD CRUZADA Y VACUNOTERAPIA**

**Stella M. Battista<sup>1</sup>, Santiago R. Rodríguez<sup>1</sup>, Ángel Alonso<sup>1</sup>, Alicia B. Pomilio<sup>2\*</sup>**

<sup>1</sup> División Alergia e Inmunología, Hospital de Clínicas "José de San Martín", Buenos Aires, Argentina.

<sup>1</sup> Cátedra de Microbiología e Inmunología, Facultad de Medicina, Universidad de Buenos Aires, Argentina. [battistasm@yahoo.com.ar](mailto:battistasm@yahoo.com.ar)

<sup>2</sup> Departamento de Bioquímica Clínica, Área Hematología, Hospital de Clínicas "José de San Martín", Universidad de Buenos Aires, CONICET, Av. Córdoba 2351, C1120AAF Buenos Aires, Argentina.

\* Autor Corresponsal E-mail: [abpomilio@sinectis.com.ar](mailto:abpomilio@sinectis.com.ar); [pomilio@ffyb.uba.ar](mailto:pomilio@ffyb.uba.ar)

---

## Resumen

Los restos de cucarachas y los ácaros del polvo doméstico provocan algunos cuadros de alergia, siendo especialmente responsables del asma y otras enfermedades alérgicas de las vías respiratorias, como rinitis, bronquitis y rinoconjuntivitis alérgica en áreas urbanas. *Periplaneta americana* y *Blattella germanica* son dos de las cucarachas más frecuentes en la ciudad de Buenos Aires y sus alrededores, mientras que *Triatoma infestans* (vinchuca) se encuentra en las zonas rurales de Argentina, el resto de Sudamérica, Centroamérica y América del Norte. Por lo tanto, se analizaron y caracterizaron extractos naturales de ambas cucarachas de Argentina, obteniendo glicoproteínas alérgicas. La reactividad cruzada entre *P. americana* y *B. germanica* de Argentina se evaluó mediante pruebas inmunoserológicas. *Dermatophagoides pteronyssinus* y *D. farinae* son ácaros del polvo doméstico que se encuentran en nuestro país, siendo el primero el más extendido de estos arácnidos. Los sueros de conejos inmunizados con cada extracto de insecto, junto con el adyuvante completo de Freund, también se analizaron contra extractos de

*P. americana* y *D. pteronyssinus*, lo cual demostró que el ácaro provoca principalmente reacciones de tipo I y no respuestas de inmunoglobulina G (IgG) circulantes. La terapia con vacunas en pacientes atópicos mostró resultados exitosos en comparación con los controles. La disminución de IgE, el aumento de IgG y la mejora de los signos/síntomas alérgicos respaldaron la eficacia del tratamiento de tres años. La caracterización de proteínas por electroforesis capilar de extractos argentinos de *P. americana* y *T. infestans* no sólo mostró algunos epítopes en común, sino que también demostró ser una herramienta útil para la caracterización de extractos de proteínas de cucarachas. Los perfiles de electroferogramas son apropiados para la comparación y distinción de extractos de diferentes regiones geográficas. La reactividad cruzada entre las proteínas alérgicas de *P. americana* y *T. infestans* enfatizó los problemas de salud de hipersensibilidad por los síntomas alérgicos que empeoran en pacientes atópicos urbanos cuando viajan a áreas rurales.

### Abstract

Cockroach debris and house dust mites trigger some allergy frames, being especially responsible for asthma and other allergic airway diseases, such as rhinitis, bronchitis, and allergic rhinoconjunctivitis in urban areas. *Periplaneta americana* and *Blattella germanica* are two of the most frequent cockroaches in the city of Buenos Aires and surroundings, while *Triatoma infestans* (vinchuca) is found in rural areas from Argentine to North America. Therefore, natural extracts of both cockroaches from Argentine were analyzed and characterized, obtaining allergenic glycoproteins. Cross-reactivity between argentinian *P. americana* and *B. germanica* was assessed by immunoserological tests. *Dermatophagoides pteronyssinus* and *D. farinae* are house dust mites occurring in our country, the former being the most widespread of these arachnids. Sera from immunized rabbits with each insect extract, together with complete Freund's adjuvant, were also tested against *P. americana* and *D. pteronyssinus* extracts, demonstrating that the mite mainly elicit type I reactions and not circulating immunoglobulin G (IgG) responses. Successful results were shown by vaccine therapy of atopic patients compared to controls. IgE decrease, IgG increase, and allergic signs/symptoms improvement supported the efficiency of three-years-treatment. Capillary electrophoresis protein characterization of argentinian *P. americana* and *T. infestans* extracts not only showed some epitopes in common, but also proved to be a useful tool for characterization of cockroach protein extracts. Electropherogram profiles are appropriate for comparison and distinction of extracts from different geographical regions. Cross-reactivity between *P. americana* and *T. infestans* allergenic proteins stressed the hypersensitivity health problems due to allergic symptoms that worsen in urban atopic patients when they travel to rural areas.

*Palabras clave:* *Periplaneta americana*; cucaracha de Argentina; IgE; IgG; reactividad cruzada; inmunoterapia alérgica específica; alergia respiratoria.

*Keywords:* *Periplaneta americana*; cockroach from Argentine; IgE; IgG; cross-reactivity; allergen-specific immunotherapy; airway allergy.



**STRUCTURAL AND SPECTROSCOPIC PROPERTIES OF SOME DOUBLE  
OXALATES CONTAINING Mg(II) AND A DIVALENT FIRST ROW TRANSITION  
METAL CATION**

**María M. Torres<sup>1,2</sup>, Daniel Palacios<sup>1,2</sup>,  
Ana C. González-Baró<sup>3</sup>, Vicente L. Barone<sup>3</sup> and Enrique J. Baran<sup>3,\*</sup>**

<sup>1</sup> *Departamento de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad Nacional de la Patagonia Austral, 9400-Río Gallegos, Argentina.*

<sup>2</sup> *Departamento de Ciencias Básicas, UTN-Facultad Regional Santa Cruz, 9400-Río Gallegos, Argentina.*

<sup>3</sup> *Centro de Química Inorgánica (CEQUINOR, CONICET/UNLP), Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, Bvd.120 N°1465, 1900-La Plata, Argentina.*

\* *Autor Corresponsal E-mail: baran@quimica.unlp.edu.ar*

---

**Resumen**

Se preparó y caracterizó una serie de oxalatos dobles de estequiometría  $MgM(C_2O_4)_2 \cdot 4H_2O$  (con  $M = Mn, Fe, Co, Ni, Zn$ ). Su comportamiento estructural fue investigado por medio de difracción de rayos X en polvos, mostrando una fuerte analogía estructural con la llamada forma- $\beta$ , de los oxalatos complejos simples de composición  $M(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$ . El comportamiento espectroscópico vibracional de estos oxalatos dobles fue investigado por espectroscopía de infrarrojo y Raman. Los resultados estructurales y espectroscópicos confirmaron claramente las fuertes analogías estructurales existentes entre esta nueva serie de oxalatos dobles y los de estequiometría  $MM'(C_2O_4)_2 \cdot 4H_2O$ ,  $\alpha-MC_2O_4 \cdot 2H_2O$  y  $\beta-MC_2O_4 \cdot 2H_2O$ .

**Abstract**

A series of double metal oxalates of stoichiometry  $MgM(C_2O_4)_2 \cdot 4H_2O$  (with  $M = Mn, Fe, Co, Ni, Zn$ ) have been prepared and characterized. Their structural behavior was investigated by means of X-ray powder diffraction, showing a strong structural analogy to the so-called  $\beta$ -modification of the related simple oxalate complexes of composition  $M(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$ . The vibrational spectroscopic behavior of these double metal oxalates was investigated by infrared and Raman spectroscopy. The structural and spectroscopic

results clearly confirmed the strong structural analogies between this new series of double oxalates and those of  $MM'(C_2O_4)_2 \cdot 4H_2O$ ,  $\alpha\text{-}MC_2O_4 \cdot 2H_2O$  y  $\beta\text{-}MC_2O_4 \cdot 2H_2O$  stoichiometry.

*Palabras clave:* Oxalatos metálicos dobles conteniendo Mg(II); difracción de rayos X en polvos; características estructurales; espectros de IR y Raman; comportamiento vibracional.

*Keywords:* Double metal oxalates containing Mg(II); X-ray powder diffraction; structural characteristics; IR and Raman spectra; vibrational behavior.



**EVALUACIÓN DE DOS MÉTODOS PARA LA EXTRACCIÓN DE PECTINA DEL  
BAGAZO DE SÁBILA (*ALOE BARBADENSIS MILLER*)**

**EVALUATION OF TWO METHODS FOR PECTIN EXTRACTION  
OF ALOE BAGASSE (*ALOE BARBADENSIS MILLER*)**

**Maria E. Moreno <sup>1,\*</sup>, Dra. C. Caridad Curbelo <sup>2</sup>, Dra. C. Lourdes Crespo <sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Universidad Nacional Experimental Francisco de Miranda. Falcón, Venezuela.

<sup>2</sup>Universidad Politécnica "José Antonio Echevarría". La Habana, Cuba.

<sup>3</sup>Universidad de Camagüey "Ignacio Agramonte Loynaz". Camagüey, Cuba.

\* Autor Corresponsal E-mail: mariumoreno@gmail.com

---

### Resumen

Esta investigación se enfocó desde la perspectiva de aplicar métodos de extracción, tanto hidrólisis ácida como hidrodestilación, para comparar rendimientos y calidad de la pectina obtenida a partir del bagazo de sábila producto del procesamiento de las hojas. En primer lugar, se caracterizó fisicoquímicamente el bagazo. Seguidamente, se estableció un diseño de experimentos factorial multinivel (2<sup>3</sup>) para comparar ambas técnicas tomándose para ello la relación sólido- solvente y el tiempo de contacto como factores experimentales. Resultando el mayor rendimiento con la técnica de la hidrodestilación (11,7 %) en condiciones de relación sólido-solvente alta y a mayor tiempo de contacto. La pectina obtenida es de gelificación rápida, soluble en agua y de alto metoxilo. En el espectro IR se observaron los picos característicos de los grupos funcionales de la pectina.

### Abstract

This investigation was focused from the perspective of applying extraction methods, both acid hydrolysis and hydrodistillation, to compare yields and quality of the pectin obtained from the aloe bagasse resulting from the processing of the leafs. Firstly, bagasse was physicochemically characterized. Subsequently, a multilevel factorial design of experiments (2<sup>3</sup>) was established to compare both techniques, taking the solid-solvent relationship and contact time as experimental factors. The highest yield resulting with the hydro-distillation technique (11.7%) under conditions of high solid-solvent ratio and longer contact time. The

pectin obtained is of rapid gelation, soluble in water and of high methoxyl. The characteristic peaks of the functional groups of pectin were observed in the IR spectrum.

*Palabras clave: sábila, pectina, hidrólisis ácida, hidrodestilación.*

*Keywords: aloe, pectin, acid hydrolysis, hydrodestilation.*



## SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE CALIX[4]ARENO FUNCIONALIZADO CON GRUPOS SULFÓNICOS INCLUIDO EN UNA MATRIZ DE SÍLICE-TITANIA

**María B. Colombo Migliorero<sup>1</sup>, Sandra M. Bonilla Castañeda<sup>2</sup>, Sergio A. Fernandes<sup>2</sup>, Valeria Palermo<sup>1,\*</sup>, Patricia G. Vázquez<sup>1</sup>, Gustavo P. Romanelli<sup>1,3</sup>**

<sup>1</sup>Centro de Investigación y Desarrollo en Ciencias Aplicadas "Dr. Jorge J. Ronco" (CINDECA), CCT La Plata CONICET-CIC-Departamento de Química, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, 47 N° 257, B1900AJK, La Plata, Buenos Aires, Argentina.

<sup>2</sup>Grupo de Química Supramolecular e Biomimética (GQSB), Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa, Campus Universitário, Avenida P.H. Rolfs, s/n, Viçosa, MG 36570-000, Brazil.

<sup>3</sup>CISAV, Facultad de Ciencias Agrarias y Forestales, Universidad Nacional de La Plata, Calles 60 y 119 s/n, B1904AAN, La Plata, Argentina..

\* Autor Corresponsal E-mail: [vpalermo@quimica.unlp.edu.ar](mailto:vpalermo@quimica.unlp.edu.ar)

### Resumen

Se reporta la síntesis de nuevos materiales sólidos constituidos por una matriz de sílice, titania y mixta de sílice-titania conteniendo ácido *p*-sulfónico calix[4]areno en su estructura llevados a cabo mediante la técnica sol-gel. La morfología, composición y características ácidas de los sólidos obtenidos fueron determinadas mediante técnicas de caracterización: difracción de rayos X, espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier, titulación potenciométrica, adsorción/desorción de nitrógeno y microscopías electrónicas de barrido y transmisión. Los materiales preparados, gracias a contener en su estructura ácido *p*-sulfónico calix[4]areno, presentan prometedoras aplicaciones en el campo de la catálisis heterogénea, para la síntesis de compuestos orgánicos.

### Abstract

The synthesis of new solids constituted by a silica, tinania, and silica-titania matrix, containing *p*-sulfonic acid calix[4]arene is reported. The samples were prepared by the sol-gel process. The morphology, composition and acid characteristics of the obtained solids were elucidated by many techniques, such as X ray diffraction, Fourier transform infrared spectroscopy, potentiometric titration, adsorption/desorption of nitrogen and scanning and transmission electron microscopies. The samples have promising application in



the heterogeneous catalysis field, especially in organic synthesis, since they contain *p*-sulfonic acid calix[4]arene in the structure.

*Palabras clave:* Ácido *p*-sulfónico calix[4]areno, Sol-gel, Sílice, Titania, Catálisis heterogénea.

*Keywords:* *p*-sulfonic acid calix[4]arene, Sol-gel, Silica, Titania, Heterogeneous catalysis.