

BIBLIOTECA
DE LA
UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA
Facultad de Ciencias y Humanidades

CARACTERIZACION DEL ACEITE DE Jacaranda
mimosifolia, ESTUDIO DE LAS CONSTANTES
FISICOQUIMICAS Y COMPOSICION DE LOS
ACIDOS GRASOS Y FRACCION
INSAPONIFICABLE

ANGELIKA REBECCA HASSELMANN ARANA

Guatemala

1991

CARACTERIZACION DEL ACEITE DE Jacaranda
mimosifolia, ESTUDIO DE LAS CONSTANTES
→ FÍSICOQUÍMICAS Y COMPOSICION DE LOS
ACIDOS GRASOS Y FRACCION
INSAPONIFICABLE



UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA
Facultad de Ciencias y Humanidades

CARACTERIZACION DEL ACEITE DE Jacaranda
mimosifolia, ESTUDIO DE LAS CONSTANTES
FISICOQUIMICAS Y COMPOSICION DE LOS
ACIDOS GRASOS Y FRACCION
INSAPONIFICABLE

ANGELIKA REBECCA HASSELMANN ARANA

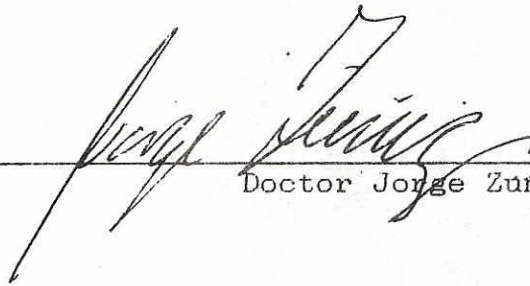
Trabajo de investigación para optar al
grado académico de Licenciada en Química

Guatemala

1991

Vo. Bo. :

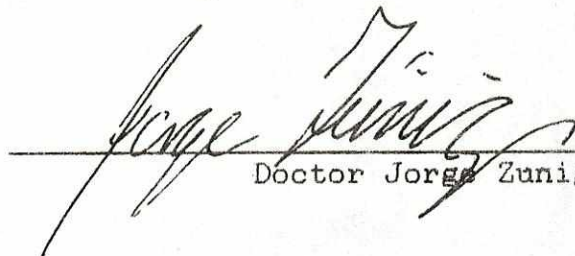
(f)



Doctor Jorge Zuniga

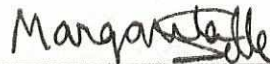
Tribunal:

(f)



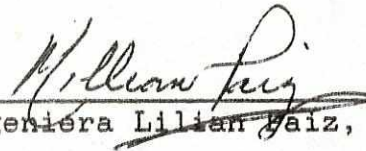
Doctor Jorge Zuniga

(f)



Licenciada Margarita Selle, M. Sc.

(f)



Ingeniera Lillian Paiz, M. Sc.

Fecha de aprobación: 22 de octubre de 1991

Esta tesis esta dedicada a:

- **DIOS**

- la memoria de mi abuelito, **Tte.**

Cnel. Manuel de Jesús Arana

- mi abuelita, **Elsa Dell vda. de Arana**; mi mamá, **Ruth Arana de Hasselmann**; y en especial a mi hermanita, **Ing. Monique Hasselmann**, sin cuya valiosa ayuda no se hubiera podido realizar este trabajo.

En especial, quiero agradecer la colaboracion de:

-**Dr. Jorge Zúñiga**, por su invaluable ayuda en asesorar este trabajo

-**Lic. Margarita Selle**, por su ayuda en la asesoría en el manejo de los cromatógrafos de gas y líquido, de la Universidad del Valle de Guatemala

-Personal del Laboratorio unificado de control de alimentos y medicamentos, **LUCAM**, por su fina colaboración en cuanto al uso de cierto equipo que hizo posible la realización del presente trabajo.

-**Dr. Nicholas Irving**, por el prestamo de ciertos reactivos.

RESUMEN

El objetivo del estudio fue establecer la composición de los ácidos grasos y de la fracción esterólica del aceite de la semilla de Jacaranda mimosifolia, utilizando métodos de cromatografía de gases y cromatografía líquida. El uso de la espectroscopia infrarroja y ultravioleta, y la determinación de algunas constantes fisicoquímicas, sirvió para corroborar los resultados cromatográficos. Es posible establecer la composición porcentual de los ésteres metilados usando cromatografía de gases. La asignación de las señales correspondientes a los ácidos con tres dobles enlaces conjugados se hizo con base en comparaciones con el aceite de tung, derivatizaciones químicas y observaciones espectrofotométricas.

Con estos métodos fue posible observar, además del ácido jacárico, dos ácidos grasos con tres dobles enlaces conjugados que no han sido reportados previamente. A uno de ellos se le asignó tentativamente, la estructura del ácido licánico. El otro se cree que tiene una estructura análoga a la del ácido β -eleosteárico (i.e. tiene tres dobles enlaces en posición trans).

Se observo, ademas, que el aceite de jacaranda extraido de la semilla, al ser dejado a condiciones ambientales, eventualmente se transforma en una substancia sólida. Se estableció que este sólido es un polimero cuyo rango de punto de fusión es de 156.2-158.4 ° C.

También, se obtuvo los perfiles de cromatografía de gases y líquida del aceite de jacaranda y se estableció que, además de los mencionados con anterioridad, los ácidos grasos que constituyen el aceite de la jacaranda son: palmitico, esteárico, oleico y linoleico.

Se estableció que los esteroides presentes en el aceite de jacaranda son: colesterol, brasicasterol, campesterol, stigmasterol y β -sitosterol.

CONTENIDO

	RESUMEN	ix
I.	INTRODUCCION	1
II.	ANTECEDENTES	3
	A. Fuentes y usos de aceites	3
	B. Fuentes, usos, propiedades y metodos de análisis de algunos ácidos grasos con dobles enlaces conjugados	6
	C. Fuentes y estructuras de algunos esteroides	14
	D. Formación, inhibición y catalización de los polímeros	15
III.	OBJETIVOS	17
	A. Obtencion y caracterizacion del aceite de jacaranda	17
	B. Cromatografia liquida de alta resolucion....	17
	C. Observaciones sobre el ácido jacárico	18
IV.	JUSTIFICACIONES	19
	A. Fuentes, usos, metodos de analisis y aislamiento de acidos grasos con dobles enlaces conjugados	19
	B. Metodos de analisis de esteroides	25
	C. Procesos de polimerización de alquenos	26
V.	METODOS Y MATERIALES	29
	A. Metodos	29
	1. Extracción del aceite de la semilla de jacaranda	29

a.	Método de soxhlet	29
b.	Método de agitación	29
2.	Determinación de constantes físicas del aceite de jacaranda	30
a.	Índice de refracción	30
b.	Espectrofotometría	30
i)	Obtención del espectro ultravioleta	30
ii)	Obtención del espectro infrarrojo	30
3.	Ensayos de cromatografía de gases	30
a.	Análisis de composición de ácidos grasos	30
b.	Estudio de la composición de esteroides del aceite de la jacaranda	33
i)	Extracción de la fracción insaponi- ficable	33
ii)	Aislamiento y determinación de los esteroides	35
4.	Ensayos de cromatografía líquida de alta resolución	37
5.	Aislamiento de los ácidos grasos con tres dobles enlaces conjugados presentes en el aceite de jacaranda	38
a.	Cromatografía de capa fina	38
i)	Placas de sílica gel	38
ii)	Placas de alúmina	38
iii)	Placas de sílica gel impregnadas de nitrato de plata al 10% (p/p) ..	38
b.	Ensayo de cristalización	39

6.	Aislamiento del ácido con la función carbonilo cetónico presente en el aceite de jacaranda	40
7.	Polímero del aceite de jacaranda	41
a.	Condiciones de formación	41
b.	Obtención del punto de fusión	42
c.	Solubilidad	42
d.	Obtención del perfil de cromatografía de gases	43
e.	Obtención del perfil de cromatografía líquida de alta resolución	43
B.	Materiales	43
1.	Solventes	43
2.	Reactivos	44
3.	Aparatos	46
4.	Cristalería y otros materiales	46
VI.	RESULTADOS	49
A.	Extracción del aceite de la semilla de jacaranda	49
B.	Determinación de constantes físicas del aceite de jacaranda	50
1.	Índice de refracción	50
2.	Espectrofotometría ultravioleta	51
3.	Espectrofotometría infrarroja	52
C.	Análisis por cromatografía de gases	54
1.	Análisis de la composición de los ácidos grasos del aceite de jacaranda	54
2.	Análisis de la composición de los ácidos	

	grasos del aceite de tung	55
3.	Estudio de la composición de esteroides del aceite de jacaranda	57
D.	Ensayos de cromatografía líquida de alta resolución	58
1.	Análisis de la composición de los ácidos grasos conjugados del aceite de jacaranda	58
2.	Análisis de la composición de los ácidos grasos conjugados del aceite de tung ...	60
E.	Aislamiento de los ésteres metílicos de jacaranda con tres dobles enlaces conjugados	61
1.	Cromatografía de capa fina	61
2.	Ensayo de cristalización	62
F.	Aislamiento del ácido graso conjugado de jacaranda con la función carbonilo cetónico	63
G.	Polímero del aceite de jacaranda	65
VII.	DISCUSION	71
A.	Extracción del aceite de la semilla de jacaranda	71
B.	Composición de los ácidos grasos del aceite de tung	72
C.	Composición de los ácidos grasos del aceite de jacaranda	74
D.	Asignación tentativa de estructuras a las señales de ácidos grasos con tres dobles enlaces conjugados en el aceite de jacaranda	82
E.	Estudio de la composición de esteroides del aceite de jacaranda	84

	F. Polimero del aceite de jacaranda	85
VIII.	CONCLUSIONES	87
IX.	RECOMENDACIONES	91
X.	BIBLIOGRAFIA	93
	APENDICE	97
	Espectros Infrarrojo y Ultravioleta; cromatogramas de fase gaseosa y liquida	99



LISTA DE TABLAS

Tabla	Página
2.1 Producción mundial de aceites vegetales y animales	4
2.2 Ácidos grasos de semillas de plantas con grupos funcionales no usuales	8
2.3 Ácidos etilénicos conjugados encontrados en semillas de plantas	11
4.1 Ácidos grasos con tres dobles enlaces conjugados	20
6.1 Solubilidad del aceite de jacaranda	50
6.2 Máximos de absorbancia ultravioleta de los aceites de jacaranda y tung en hexano	51
6.3 Bandas de absorción obtenidas en los espectros infrarrojo de los aceites puros de tung y jacaranda	53
6.4 Análisis de la composición de los ésteres metílicos de los aceites de jacaranda y tung por cromatografía de gases (columna SP-216-PS al 10%)	57
6.5 Análisis, por cromatografía líquida de alta resolución, de la composición de los ésteres metílicos de los ácidos grasos del aceite de jacaranda con tres dobles enlaces conjugados a intervalos de 1 mes	59
6.6 Análisis de la composición de los ésteres metílicos de los ácidos grasos conjugados de los aceites de jacaranda y tung por cromatografía líquida de alta resolución	61
6.7 Constantes físicas del ácido jacárico	63
6.8 Constantes físicas del ácido graso con el grupo carbonilo cetónico y máximos UV de la 2,4-dinitrohidrazina en etanol	65

6.9	Solubilidad del aceite de jacaranda polimerizado	66
6.10	Composicion porcentual del polimero obtenido del aceite de jacaranda, por cromatografia de gases	67
6.11	Análisis de áreas relativas de los ésteres metilicos de jacaranda, tung, mezcla de jacaranda y tung (1:1) y polimero de jacaranda en heptano	69
7.1	Areas relativas de los ésteres metilicos del aceite de tung	73
7.2	Comparación de las áreas relativas de los ésteres metilicos con dobles enlaces conjugados del aceite de tung en cromatografia de gases y liquida de alta resolución	74
7.3	Asignación de las bandas de absorción de los espectros infrarrojo de los aceites de jacaranda y tung	77
7.4	Area relativa de los ésteres metilicos del aceite de jacaranda según cromatografia de gases	80
7.5	Comparación de las áreas relativas de los ésteres metilicos con tres dobles enlaces conjugados del aceite de jacaranda por cromatografia de fases liquida y gaseosa	81
7.6	Esteroles presentes en el aceite de jacaranda	84

Lista de Figuras del Apéndice

- Figura
- No. 1 Espectro UV del aceite de jacaranda en hexano
- No. 2 Espectro UV del aceite de tung en hexano
- No. 3 Espectro IR del aceite de jacaranda puro
- No. 4 Espectro IR del aceite de tung puro
- No. 5 Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos de jacaranda en columna SP-216-PS al 10%
- No. 6 Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos de jacaranda en columna DEGS al 12 %
- No. 7 Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos de tung en columna SP-216-PS al 10%
- No.7.A Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos de tung en columna OV-1 al 3%
- No. 8 Cromatograma, fase gaseosa, de los esteroides de jacaranda en columna OV-1 al 3 %
- No. 9 Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos de jacaranda en columna C-18 (0 meses)
- No.10 Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos de jacaranda en columna C-18 (1 mes)
- No.11 Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos de jacaranda en columna C-18 (2 meses)
- No.12 Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos de tung en columna C-18 (0 meses)

- No.13 Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos de la solución jacaranda-tung (1:1) en columna C-18 (o meses)
- No.14 Cromatograma, fase gaseosa, del éster metílico del ácido jacárico puro en columna SP-216-PS al 10%
- No.15 Cromatograma, fase líquida del éster metílico del ácido jacárico puro en columna C-18
- No.16 Espectro UV del ácido jacárico en heptano
- No.17 Espectro UV de la 2,4-dinitrofenilhidrazina en etanol
- No.18 Espectro UV del éster metílico con el grupo carbonilo cetónico, presente en el aceite de jacaranda
- No.19 Cromatograma, fase líquida, del éster metílico con el grupo carbonilo cetónico, presente en el aceite de jacaranda (columna C-18)
- No.20 Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos del polímero del aceite de jacaranda en columna SP-216-PS al 10%
- No.21 Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos del polímero del aceite de jacaranda en columna C-18

I. INTRODUCCION

Uno de los árboles ornamentales nativos de Guatemala es la Jacaranda mimosifolia. El árbol es relativamente alto (aproximadamente 10 m) y posee flores llamativas de color azul. La temporada de floración es de febrero-abril. Sus semillas son aladas y tienen un peso aproximado de 10 mg; estas contienen, aproximadamente, un 30 % (p/p) de un aceite de color amarillo y olor fuerte.

En Guatemala, no se han realizado estudios sobre el aceite extraído de la semilla de jacaranda, a pesar que en la literatura existen investigaciones preliminares que han puesto en evidencia un aceite especial debido a la presencia de un ácido graso de cadena de 18 carbonos, con dobles enlaces conjugados en las posiciones 8, 10 y 12 (Chisholm et al, 1967).

La composición química de las semillas y demás partes de una especie vegetal depende de la variedad, la especie, el clima, el suelo y la forma en la cual es tratado el material. Para poder aprovechar el aceite de la semilla de jacaranda, es necesario investigar a fondo sus propiedades y composición química.

En el presente trabajo se determinó la composición de los ácidos grasos y de la fracción insaponificable del aceite en cuestión. Se utilizó diversas técnicas

analíticas como lo son: cromatografía de gases y líquida de alta resolución, espectroscopia infrarroja y ultravioleta. También, se comparó los resultados obtenidos con los del aceite de tung. Este aceite es extraído de la semilla de Aleurites fordii y es usado en China desde hace varios siglos en la manufactura de lacas finas debido a sus excepcionales propiedades secantes. Esta propiedad se debe a la presencia de un ácido graso con tres dobles enlaces conjugados. El ácido α -eleosteárico, poseedor de este grupo funcional fue identificado y caracterizado hace varias décadas (Chisholm et al, 1966). Sus características espectrofotométricas están perfectamente establecidas, y es por esto que se ha utilizado como patrón de comparación.

Cabe mencionar además, que en Centro América, incluyendo Guatemala, se utiliza la infusión de las flores de jacaranda como cura de la amebiasis.

II. ANTECEDENTES

A. Fuentes y usos de aceites

Desde tiempos remotos, los aceites y grasas vegetales y animales se necesitaban como alimentos; también, se usaron con fines de iluminación. Con el paso del tiempo, se utilizaron para la elaboración de jabón, pinturas y lubricantes. La tecnología moderna permite, en la actualidad, usar a los aceites como punto de partida en la obtención de productos tales como: detergentes, aditivos alimentarios y farmacéuticos, emulsionantes, etc. (Mielke, 1976: 224).

Estimados de la producción mundial de aceite vegetal y animal para la temporada 1988/89 (Morris, 1989: 182), indican que la cifra total esperada era de 71,970 millones de toneladas métricas. En la tabla no. 2.1 se indican las materias primas más importantes en la producción de aceites y las cantidades correspondientes. Esta producción es, sin duda, el resultado de la evolución de una milenaria industria oleaginosa. Hace más de 2000 años se produce aceite de linaza como subproducto del lino, cultivado para obtener fibras textiles. Otro cultivo antiguo es el olivo al cual la Biblia llama "el árbol rey" (Leonard, 1979: 13).

TABLA No. 2.1

Producción mundial de aceites vegetales y animales.
 Valores esperados para la temporada 1988/89
 (Morris, 1989: 183)

Fuente	Millones de toneladas métricas
Soya	42,445
Algodón	8,790
Pescado	4,290
Maiz	4,210
Mani	4,075
Girasol	3,890
Coco	1,630
Linaza	1,300
Olivo	745
Nuez de Palma	595
TOTAL	71,970

Con la excepción del pescado, todas las fuentes de aceite son vegetales. De las especies listadas en la tabla, las semillas de algodón y soya no pueden ser clasificadas como oleaginosas (i.e. aquéllas con un contenido de aceite mayor de 40% (p/p)). Es interesante mencionar que el descubrimiento de la margarina, y la búsqueda subsiguiente de materias primas para su elaboración, dieron origen a las grandes empresas aceiteras de la actualidad. Como subproductos de la extracción del aceite se obtienen las

tortas y las harinas de las semillas, las cuales eventualmente empezaron a ser utilizadas para alimento de aves y de ganado. Desde hace aproximadamente 30 años, la demanda de carne ha ido aumentando paulatinamente; esto ha originado un gran desarrollo de industrias intensivas ganaderas y avícolas. Consecuentemente, la demanda por las tortas de semilla es mucho más grande que la de los aceites. Esto explica el primer lugar de la soya en el cuadro de producción mundial. Sin excepción, todas las tortas de semilla obtenidas en la extracción de aceites son usadas en la alimentación de animales y podría afirmarse que los aceites, actualmente, son subproductos de la producción de harinas para la crianza de animales (Morris, 1989: 182).

Ademas de las especies mencionadas en la Tabla No. 2.1, es posible encontrar en el mercado mundial otros aceites comestibles con excelente calidad dietética (libres de colesterol y con alto contenido de ácidos grasos esenciales poliinsaturados) como los de maíz, sésamo o ajonjolí, y uva. Entre los aceites industriales importantes es posible mencionar a los aceites de ricino y de tung. A pesar de la utilidad de estos, su producción no es comparable a la de los anteriores (Mielke, 1976: 228).

Es notable, que sólo un pequeño número de especies vegetales sean utilizadas para satisfacer las necesidades alimenticias e industriales de la población. Si se tiene en cuenta que existen cientos de miles de especies conocidas de

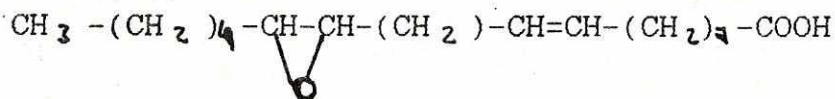
plantas (Leonard, 1990: 228), es necesario concluir que las probabilidades de encontrar nuevas fuentes de aceites en el reino vegetal son muy promisorias.

B. Fuentes, usos, propiedades y métodos de análisis de algunos ácidos grasos con dobles enlaces conjugados

Los avances impresionantes de la ciencia y la tecnología, ocurridos en los últimos cincuenta años, han proporcionado métodos fáciles y convenientes para el estudio sistemático de los recursos naturales. En particular, la puesta en marcha de la instrumentación de cromatografía de gases determinó un renacimiento en el estudio de los lípidos. Esta técnica instrumental permite averiguar la composición de ácidos grasos de los aceites vegetales y sebos animales en forma sencilla y rápida, en comparación con los tediosos análisis clásicos empleados previamente (Littlewood, 1972: 125).

Estas circunstancias determinaron que en el curso de las décadas de los 60 y 70, se llevara a cabo el examen de cientos de especies vegetales en busca de nuevas semillas oleaginosas con valor comercial. Los esfuerzos más notables en este campo fueron realizados por grupos de investigadores patrocinados por el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos y el Instituto de Productos Tropicales del Reino Unido. Estos estudios han culminado con el hallazgo de nuevas especies oleaginosas como la Euphorbia lagascae

(Krewson et al, 1966: 171), cuyas semillas contienen 60% (p/p) de un aceite rico en el ácido 12,13-epoxioleico:



Además, se estudiaron varias especies del género Cuphea (Earle et al, 1964: 279 y Wolff et al, 1983: 103), las cuales son ricas en aceites con un alto contenido de ácidos cáprico, caprílico y laúrico (Hopkins, et al, 1962: 178). Ver Tabla No. 2.2.

Todos estos conocimientos han contribuido a esclarecer numerosos aspectos en el metabolismo de síntesis de los ácidos grasos, pues anterior al descubrimiento de muchos de estos, se sugirió que varios de los ácidos grasos se formaban en la semilla a partir del ácido 11-hidroxi-9,12-octadecadienoico, pero nunca se encontró evidencia de este ácido. Hoy en día, se ha postulado una nueva teoría que indica que los intermediarios claves más probables son los epoxiácidos, los cuales son convertidos por reacciones enzimáticas a los dienos o trienos conocidos (Chisholm et al, 1985:279). Además, los nuevos compuestos encontrados en estos estudios pueden servir de partida para la construcción de moléculas más complejas con fines industriales.

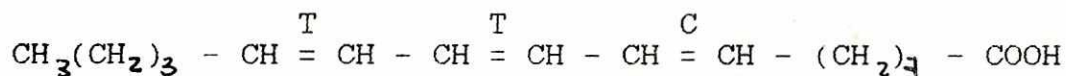
TABLA No. 2.2

Acidos grasos de semillas de plantas con grupos funcionales no usuales (Smith, 1980: 23)

GRUPO	SUBGRUPO	EJEMPLO (Nombre Trivial del ác. graso)	POSICION Y CONFIGURACION DE LOS DOBLES ENLACES Y OTROS GRUPOS DE ESTRUCTURAS DEL ACIDO GRASO	FUENTES
I) Acidos Grasos con Grupos no Oxigenados	a) Acidos Etilénicos Conjugados	jacárico	8c, 10t, 12c	<u>Jacaranda mimosifolia</u> (Bignoniaceae)
	b) Acidos Acetilénicos No Conjugados	estearólico	9a	Varios Géneros (Santalaceae)
	c) Acidos Acetilénicos Conjugados	ximeninico	9a, 11t	Especies de <u>Ximenia</u> (Olacaceae)
	d) Acidos Alélnicos	labalénico	5 ,6	<u>Lenotis nepetaefolia</u>
	e) Acidos Cíclicos (Ciclopropeno)	malvático	8 ,9r	Especies de <u>Malva</u> (Malvaceae)
II) Acidos Grasos con Grupos Oxigenados	a) Epoxiácidos	cornárico	12c, 9, 10 pc	<u>Chrysanthemum coronarium</u> (Compositae)
	b) Monohidroxiácidos No Conjugados	ricinoleico	12h, 9c	<u>Ricinus communis</u> (Euphorbiaceae)
	c) Acidos Hidroxietilénicos Conjugados	kamololénico	18h, 9c, 11t, 13t	<u>Mallotus philippinensis</u> (Euphorbiaceae)
	d) Acidos Hidroxiacetilénicos Conjugados	ximeninólico	8h, 9a, 11t	<u>Ximenia coffra</u> (Olacaceae)
	e) Cetoácidos	Δ-licánico	4 ceto, 9c, 11t, 13t	<u>Licania rigida</u> (Rosaceae)

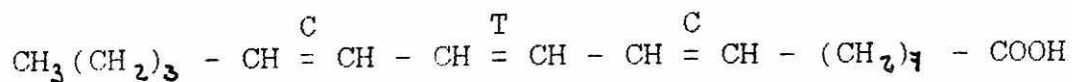
NOTA: Todos los ácidos grasos mencionados en la tabla poseen cadenas de 18 carbonos. Las abreviaturas usadas son: c=cis, t=trans, a=triple enlace, h=hidroxi, pc=epoxi y r=ciclopropeno.

M. Chisholm et al (1962: 3138) examinaron el aceite de Jacaranda mimosifolia (Bignoniaceae) en 1962. Esta especie es un árbol ornamental nativo de las Américas y mide aproximadamente 10 m de altura. Su época de floración es de marzo a abril. Posee flores llamativas de color azul-violeta y pequeñas semillas aladas de un peso aproximado de 10 mg. Se descubrió que el aceite extraído tiene un índice de refracción alto, atribuido a la presencia de un ácido graso poseedor de tres dobles enlaces conjugados. Antes de 1955, sólo se conocían dos especies vegetales con este grupo funcional en los ácidos grasos componentes de los aceites: Aleurites fordii y Punica granatum, la cual es conocida como granada (Ecole et al, 1960: 440). El aceite extraído de la primera especie se conoce con el nombre de aceite de tung y tiene considerable importancia económica en China y Japon, en donde se emplea en la manufactura de barnices y lacas finas. Este aceite posee muy buenas propiedades secantes debido a su alto contenido del ácido α -eleostearico (ácido 9-cis-11-trans-13-trans-octadecatrienóico), cuya estructura es:



Las semillas de granada no son oleaginosas y sólo contienen un pequeño porcentaje de aceite, el cual también posee excelentes propiedades secantes (Ecole et al, 1960: 442).

De éste, se extrae el ácido punicico (ácido 9-cis-11-trans-13-cis-octadecatrienónico), cuya estructura es:



En la actualidad, el número de ácidos grasos que presentan enlaces conjugados identificados en los aceites naturales ha aumentado como resultado de los estudios realizados en los últimos 30 años (Smith, 1984:339). Ver Tabla No. 2.3.

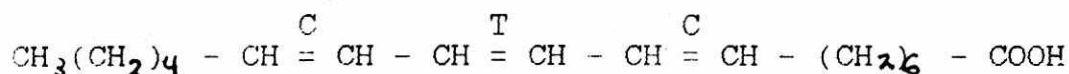
Tabla No. 2.3

Acidos etilénicos conjugados encontrados en semillas
de plantas (Smith, 1980: 58)

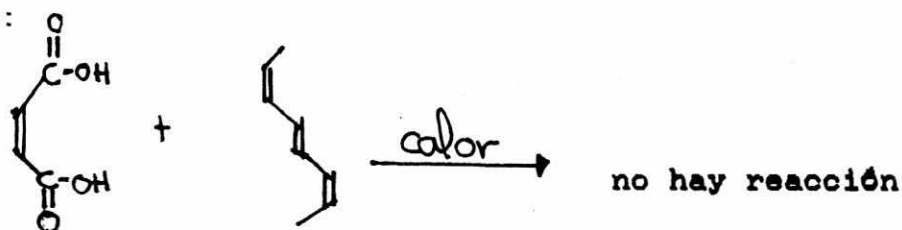
Largo de la cadena de carbono	Posición y configuración de enlaces dobles	Nombre trivial del ác. graso (si lo hay)	Fuente
10	2t,4c	-----	<u>Sapium sebiferum</u> (Euphorbiaceae)
12	2e,4e	-----	<u>Sebastiana linguistrina</u> (Euphorbiaceae)
18	8c,10t,12c	jacárico	<u>Jacaranda mimosifolia</u> (Bignoniaceae)
18	8c,10t,12c	caléndico	<u>Calendula officinales</u> (Compositae)
18	9c,11t,13c	punicico	<u>Punica granatum</u> (Puniaceae)
		tricosánico	<u>Trichosanthes cucumoides</u> (Cucurbitaceae)
18	9c,11t,13c	α -eleosteárico	<u>Aleurites fordii</u> (Euphorbiaceae)
18	9c,11t,13c	catálpico	<u>Catalpa ovata</u> (Bignoniaceae)
18	9c,11t,13c, 15c	α -parinarico	<u>Impatiens edgeworthii</u> (Balsaminaceae) <u>Parinarium laurinum</u> (Rosaceae)
18	10t,12t	-----	<u>Chilopsis linearis</u> (Bignoniaceae)
18	4ceto,9c,11t,13t	α -licánico	<u>Licania rigida</u> (Rosaceae)

NOTA: Las abreviaturas usadas son: c=cis, t=trans,
e=enlace doble de configuración no especificada.

Chisholm et al (1962: 3139) asignaron el nombre de ácido JACARICO para el nuevo compuesto encontrado en el aceite de semilla de jacaranda y postularon la siguiente estructura para representarlo:

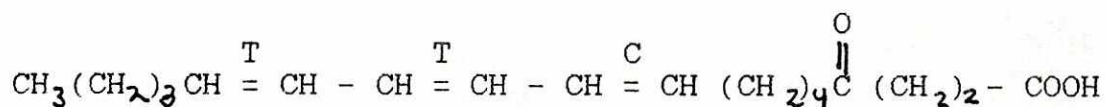


La posición de los dobles enlaces fue asignada con base en resultados experimentales de fragmentación de la cadena alifática. La configuración de los dobles enlaces conjugados fue asignada en base a los resultados de la reacción Diels-Alder con anhídrido maléico. Se sabe que la reacción de Diels-Alder se lleva a cabo si el dieno tiene los dobles enlaces en posición cis. En el caso del ácido jacárico, no hay reacción, debido a que la configuración es cis-trans-cis:



Además, la estructura del ácido jacarico fue asignada en base a comparaciones espectroscópicas (ultravioleta e infrarrojo) y físicas (punto de fusión) con los ácidos PUNICICO y α -ELEOSTEARICO (Chisholm et al, 1962: 3138). Los ácidos grasos que poseen un grupo carbonilo cetónico en

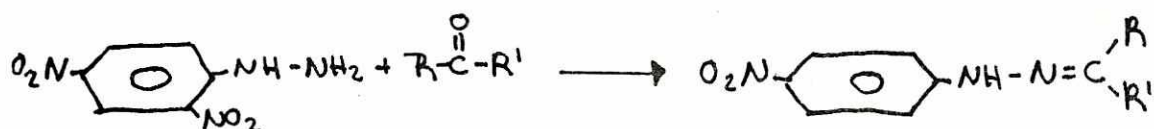
su estructura y que son encontrados en las plantas, son un grupo bastante heterogéneo que no posee características comunes mas que la presencia del grupo cetónico. No se conocen ácidos grasos provenientes de plantas, que posean mas de un grupo carbonilo cetónico. Entre estos ácidos, el más estudiado es el α -licánico; éste es constituyente del aceite de oititica, el cual al igual que el de tung, también posee excelentes propiedades secantes. El ácido licanico fue encontrado por primera vez en Licania rigida (Rosaceae). Su estructura es :



El ácido licánico fue descubierto debido a que el aceite mostró bandas de absorción poco usuales en su espectro infrarrojo. Además, al agregar 2,4-dinitrofenilhidracina al aceite, se formó un precipitado de color naranja (Smith, 1980).

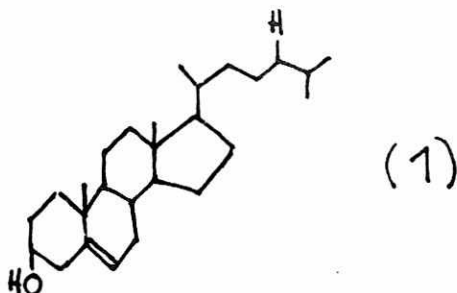
Esta reacción es característica del grupo aldehído o cetónico. El precipitado es una 2,4-dinitrofenilhidrazona, la cual es amarilla si el grupo carbonilo no está conjugado a un doble enlace o anillo aromático; si no, el sólido es

naranja. La reacción general es (Fessenden, 1983:535):

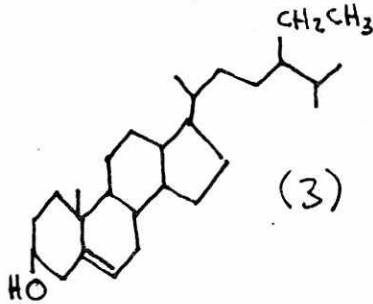
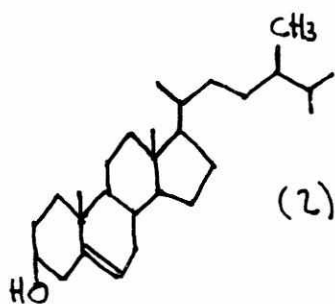


C. Fuentes y estructuras de algunos esteroides

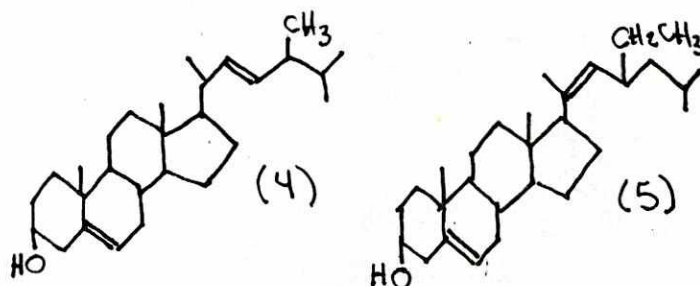
En la fracción insaponificable de los aceites, se encuentran los esteroides, los cuales poseen un grupo hidroxilo en el C-3, un enlace doble en C-5 (usualmente), y una cadena ramificada del núcleo perhidroxiciclopentanofenantreno. No es común encontrar al colesterol en el reino vegetal, pero sí se halla en pequeñas cantidades; su estructura es (1):



Los fitoesteroides, son derivados del colesterol y se encuentran en las plantas en cantidades considerables. Dos de ellos son el campesterol (2) y el β -sitosterol (3):



Otros dos esteroides encontrados en la naturaleza son el stigmasterol (4) y brasicasterol (5):



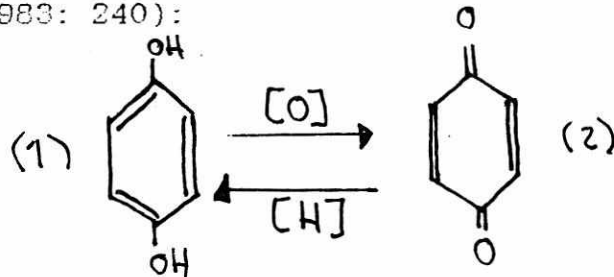
(Cram, 1984)

D. Formación, inhibición y catalización de los polímeros

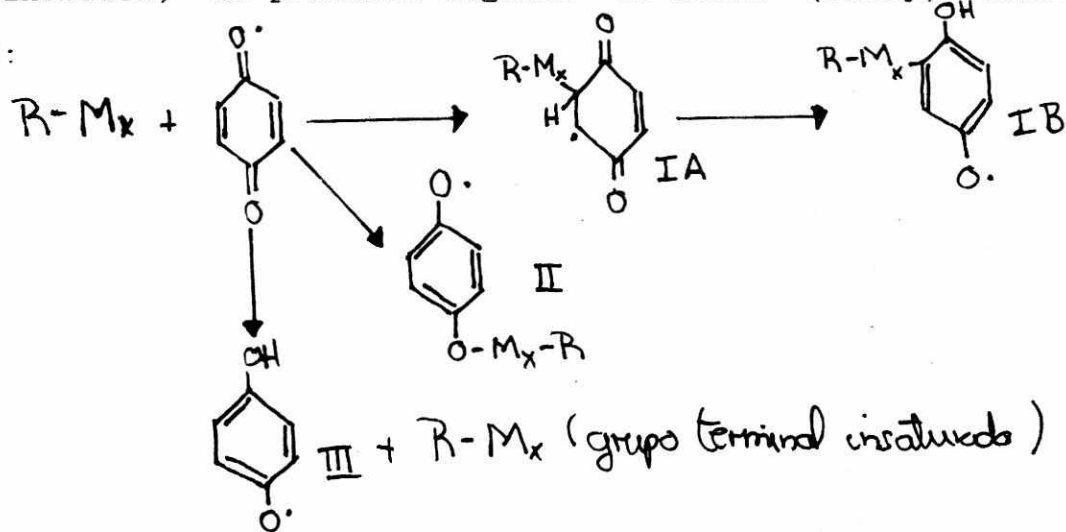
Una forma usual de polimerización de alquenos es mediante un mecanismo de radicales libres. La polimerización comienza por acción de un iniciador tal como la molécula de oxígeno o un peróxido. El polímero resultante se forma por un proceso de propagación en cadena. Teóricamente, el crecimiento de la cadena podría continuar indefinidamente, lo cual, por supuesto, no sucede. Los pasos de terminación de la polimerización son los típicos de las reacciones por radicales libres. Dos radicales pueden unirse (acoplamiento), o pueden experimentar desproporción (un radical se oxida y el otro se reduce). Hasta 1955, la mayoría de los polímeros de adición eran preparados sin poder controlar la estereoquímica del polímero resultante.

Cohen (1985:234) ha presentado evidencia de que la quinona inhibe, principalmente, el proceso de polimerización al capturar radicales de estireno; antes se pensaba que lo

hacia al reaccionar con los radicales formados por el iniciador. La hidroquinona (1) se convierte fácilmente en quinona (2) y vice versa, por medio de la reacción (Fessenden, 1983: 240):



Se ha propuesto varios mecanismos, por medio de los cuales, una quinona inhibe el proceso de polimerización. A continuación, se presenta algunos de ellos (Flory, 1985: 164):



Las estructuras Ib, II y III son bastante estables debido a las estructuras de resonancia (no se incluyen en el anterior esquema) y, por lo tanto, no son capaces de regenerar radicales de cadena activa al adicionar monómeros (Flory, 1985: 165).

III. OBJETIVOS

A. Obtención y caracterización del aceite de jacaranda

1. Seleccionar métodos adecuados para la extracción del aceite.
2. Determinar el porcentaje de aceite en la semilla.
3. Determinar las constantes físicas (índice de refracción, espectros ultravioleta e infrarrojo) del aceite.
4. Establecer la composición de ácidos grasos del aceite de jacaranda utilizando cromatografía de gases.
5. Estudiar la composición de la fracción insaponificable del aceite.
 - a) Ensayos de capa fina.
 - b) Composición de esteroides.

B. Cromatografía líquida de alta resolución

Se aplicará este método analítico para el examen de los aceites de jacaranda y tung con el propósito de establecer si es posible distinguir entre los ácidos jacárico y α -eleosteárico con base en la diferencia de los tiempos de retención de sus señales.

C. Observaciones sobre el ácido jacárico

1. Métodos de aislamiento.
2. Estudios espectrofotométricos: UV, IR.
3. Comparación con el ácido α -eleostearico.

IV. JUSTIFICACIONES

A. Fuentes, usos, métodos de análisis y aislamiento de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados

Existe gran interés teórico en el estudio del grupo funcional constituido por tres dobles enlaces conjugados en el ácido jacárico. Para las moléculas que presentan este grupo funcional existe la posibilidad de ocho estados isoméricos de conformación; ver Tabla No. 4.1.

TABLA N^o. 4:1

Acidos grasos con tres dobles enlaces conjugados

Estructura	Configuración y No. de carbonos de los dobles enlaces conjugados	Nombre tri- vial del ác. graso (si existe)	Posición de los dobles enlaces conjugados
	18, ttt	β -eleosteárico	9, 11, 13
	18, ttc	calendico	8, 10, 12
	18, ttc	catálpico	9, 11, 13
	tct	-	-
	18, ctt	α -eleosteárico	9, 11, 13
	cct	-	-
	tcc	-	-
	18, ctc	punicico	9, 11, 13
		jacárico	8, 10, 12
	ccc	-	-

NOTA: En la Tabla No.4.1 las abreviaturas usadas significan c = cis, t = trans.

De hecho, se sabe que el ácido α -eleostearico se convierte en β -eleosteárico por aumentos de temperatura o

por un prolongado almacenaje (Hilditch, et al, 1964: 72). No existen informes de procesos semejantes para el ácido jacárico, probablemente debido a que no ha sido examinado tan exhaustivamente como el ácido eleosteárico. La presencia del ácido jacárico en cantidades considerables en el aceite de jacaranda, unido a la existencia de nuevos métodos de instrumentación permitirían remediar esta omisión.

Algunos procesos biológicos de gran importancia tienen su origen en cambios de conformación de dobles enlaces conjugados. El estudio de los ácidos jacárico y α -eleosteárico permitiría efectuar observaciones que ayudarán a conocer los factores que originan estos cambios.

El informe de Chisholm y Hopkins sobre el aceite de jacaranda (1962: 3137) está enfocado hacia el tema de la estructura molecular del ácido jacárico dejando de lado las propiedades del aceite. Es así, que no se indica el porcentaje de ácido jacárico, ni la cantidad de aceite en la semilla. Tampoco se hace mención de otros componentes del aceite. Otra omisión consiste en que no se incluyen estudios de cromatografía de gases, imprescindibles en el estudio de los ácidos grasos.

Por último, se considera importante ensayar la instrumentación de cromatografía líquida de alta resolución en el estudio de aceites con dobles enlaces conjugados (Takagi et al, 1981: 548). Takagi analizó mezclas de algunos

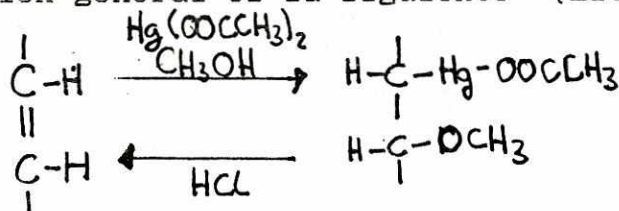
isómeros geométricos de ésteres de los ácidos octadecatrienoicos y observó que es posible separar las señales correspondientes a estos por medio de cromatografía líquida de alta resolución. Takagi utilizó una columna Zorbax ODS de 25 cm x 4.6 mm conectada a una precolumna Permaphase ODS (5 cm x 2 mm) y como eluyente usó acetonitrilo/agua (4:1 v/v) a un flujo de 1.4 ml/min y una presión de 50 kg/cm²; la temperatura de la columna fue de 42 °C.

La existencia del grupo funcional en cuestión, garantiza una respuesta del detector ultravioleta y la presencia de 3 dobles enlaces conjugados promete una separación nítida del resto de componentes del aceite en la columna cromatográfica. Esta técnica analítica presenta las grandes ventajas, en relación a la cromatografía de gases, que el ensayo se conduce a temperatura ambiente y que no se necesita derivatizar los ácidos grasos a ésteres metílicos. Existen informes de isomerizaciones de dobles enlaces conjugados causados por las altas temperaturas del cromatógrafo de gases (Morris et al, 1960: 416).

Los ácidos grasos pueden ser aislados de los demás constituyentes de un aceite, por medio de cromatografía de capa fina en sílica gel (Litchfield, 1972). Si los ácidos grasos poseen dobles enlaces, es recomendable utilizar acetato de mercurio. Este compuesto reacciona con los dobles enlaces de triglicéridos insaturados y aumenta la

polaridad de la molécula proporcionalmente al número de insaturaciones.

La reacción general es la siguiente (Litchfield, 1972):



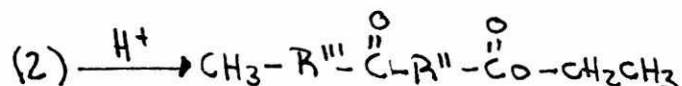
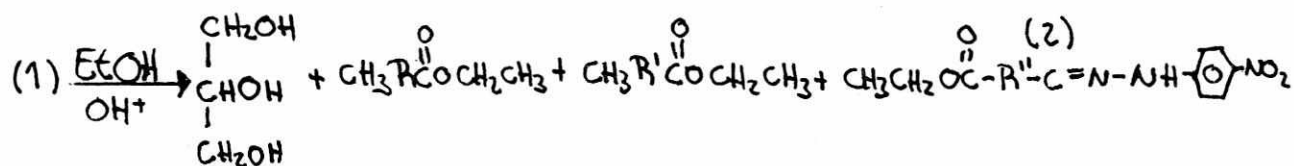
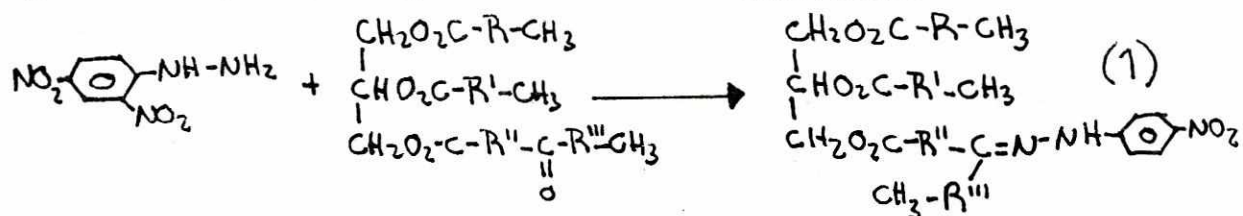
La cromatografía en capa fina de sílica gel impregnada de nitrato de plata permite la separación de compuestos que poseen dobles enlaces, en base a su configuración cis-trans y el grado de insaturación (Touchstone, 1983: 231).

Los ácidos grasos pueden ser aislados al utilizar ensayos de cristalización a temperaturas bajas (Lowry, 1983:794).

Los ácidos grasos que poseen un grupo carboxílico cetónico en su estructura son poco comunes en la naturaleza. No se han encontrado muchos compuestos de este tipo hasta el momento, pero el más estudiado es el ácido licanico (ácido 4-ceto-9,11,13-octadecatrienóico). Las características que comparten los miembros de este grupo son casi inexistentes; aún así, no se han encontrado ácidos que posean más de un grupo cetónico (Smith, 1980: 170).

Al estudiar el espectro infrarrojo de este tipo de ácido, se observa una banda de absorción alrededor de los 1650-1700 cm^{-1} correspondiente al grupo carboxílico cetónico. Además, la mayoría de los aldehídos y cetonas

forman una hidrazona solida al agregarseles una solucien de 2,4-dinitrofenilhidrazina (Fessenden, 1983:535). La ecuación general de este tipo de reacción se encuentra en la página 14. Esto, permite el fácil aislamiento de un ácido graso que posea un grupo carbonilo cetónico de los demás componentes del aceite (Litchfield, 1972:46). Aproximadamente 5 g de aceite son disueltos en cloroformo y se le agrega el reactivo de 2,4-dinitrofenilhidrazina; luego, se aísla los cristales amarillo-naranja formados. Este sólido es la hidrazona derivada del triglicérido que posee el ácido graso con la función carbonilo cetónico. Por último, el ácido graso puede ser recuperado de la hidrazona por medio de una hidrólisis ácida; las reacciones generales para este proceso son las siguientes:



No se conoce ningun estudio que indique que uno de los ácidos grasos constituyentes del aceite de jacaranda contenga un grupo carbonilo cetónico, por lo que se considera importante estudiar este aspecto más a fondo.

B. Métodos de análisis de esteroides

El informe de Chisholm y Hopkins sobre el aceite de jacaranda (1962: 3138) tampoco hace mención de la fracción esteróica, por lo que se considera importante estudiarla en el presente trabajo.

Como se mencionó con anterioridad, los esteroides son compuestos encontrados en la naturaleza. El colesterol es el esteroil más difundido en la naturaleza. Es un compuesto intermediario necesario en la biosíntesis de hormonas esteroidales. El colesterol puede encontrarse en pequeñas cantidades en algunos aceites vegetales. Los fitosteroides, en cambio, se encuentran en cantidades grandes en estos aceites (Mordret et al, 1977:71).

La forma más conveniente de estudiar los esteroides de la fracción insaponificable de un aceite es por cromatografía de gas. El primer trabajo publicado sobre el estudio de esteroides por medio de esta técnica instrumental se debe a Beerthuis y Recourt, quienes además demostraron que las elevadas temperaturas a las que es necesario efectuar el análisis no dan lugar a descomposiciones o alteraciones

estructurales que puedan desvirtuar los registros obtenidos (Ettinger et al., 1980: 1186).

C. Procesos de polimerización de alquenos

La autoxidación es un proceso por medio del cual la molécula de oxígeno se convierte en un birradical y se une principalmente a dobles enlaces, hidrógenos alílicos, bencílicos o terciarios (Fessenden, 1983: 242).

Las grasas o aceites vegetales, con frecuencia, contienen dobles enlaces. La autoxidación de una grasa da una mezcla de productos que incluye ácidos carboxílicos de bajo peso molecular. El aceite de linaza y otros aceites vegetales que contienen ácidos grasos con varios enlaces dobles se emplean como aceites secantes en pinturas y barnices. Estos compuestos se dejan oxidar al aire a propósito, porque las moléculas se unen o polimerizan en una película dura sobre la superficie pintada (Fessenden, 1983: 244).

Vitruvius (63 AC - 14 DC) preparaba barnices con base en el aceite de granada mezclado con otros aceites (Carrick, 1950: 522). Las excelentes propiedades secantes del aceite de tung se deben esencialmente a su alto contenido de ácido α -eleostearico (80 - 90%, p/p) con tres dobles enlaces conjugados. Los films de aceite de Tung son impermeables, secan rápidamente y además presentan excelente durabilidad y resistencia a los agentes químicos (Carrick, 1950: 516). Algunas de las propiedades importantes que

debe tener un aceite para ser utilizado como secante con la dureza del film, flexibilidad, elasticidad, resistencia a las condiciones del medio, color, retención del color, permeabilidad, adhesión, solubilidad, resistencia a ácidos y álcalis, retención del brillo, resistencia al calor y abrasión, transparencia, etc. (Carrick, 1950: 544).

Una forma usual de polimerización de alquenos es mediante un mecanismo de radicales libres; los productos que se obtienen de este tipo de reacción son muy variados (Fessenden, 1983).

Un nuevo tipo de síntesis de polímeros a partir de olefinas que posean dobles enlaces depende del proceso conocido como metátesis olefinica. El término describe una desproporción del doble enlace (Batzer, 1983):

La metátesis olefinica se lleva a cabo con catalizadores conocidos como Ziegler-Natta. Estos se forman de la adición de sales de metales de transición y AlEt_2 o $\text{AlEt}_2\text{-Cl}$ (en donde Et es una abreviatura que representa a $-\text{CH}_2 - \text{CH}_3$), (Fessenden, 1983: 438).

Los sistemas basados en cobalto son los que han sido estudiados más ampliamente, debido a su posible uso comercial. Los catalizadores más importantes contienen una sal de cobalto soluble y $\text{AlEt}_2\text{-Cl}$; a estos se les conoce como soluciones de organo-cobalto (Boor, 1983: 141).

Además, la hidroquinona es un inhibidor de este proceso. Esta captura los radicales estirenos durante el proceso de

polimerización, por lo que la reacción no continúa (Flory, 1985: 672).

Al dejar expuestos ciertos aceites vegetales al aire, se lleva a cabo la autoxidación de los mismos, debido a que la molécula de oxígeno se ha convertido en un radical libre por la acción de la luz. Este proceso también puede llevarse a cabo con catalizadores de Ziegler-Natta y se puede inhibir con la hidroquinona (Batzler, 1983). Al agregar estos dos compuestos al aceite de jacaranda, se podrá comprobar que el sólido formado es un polímero. Además, se podrá sugerir el proceso por medio del cual se lleva a cabo la polimerización. Esto, a su vez, ayudará a estudiar las características del aceite de jacaranda para determinar si es un buen agente secante.

V. METODOS Y MATERIALES

A. Métodos

1. Extracción del aceite de la semilla de jacaranda

A la semilla extraída de los frutos, se le eliminó la fibra que la envolvía con ácido sulfúrico concentrado. Para mejorar el rendimiento y la calidad del producto, se ensayaron diferentes formas de extraer el aceite de las semillas desfibradas.

a. Método de soxhlet

Peso de la muestra: 10 g macerados finamente en mortero

Solvente: éter de petróleo

Tiempo de reflujo: 8 horas

El solvente fue evaporado a sequedad, luego de transcurridas las 8 horas.

b. Método de agitación

Peso de la muestra: 10 g macerados finamente en mortero

Solvente: éter de petróleo

Se colocó la muestra triturada en 50 ml de solvente y se dejó reposar por 36 horas. Se agitó cada cuatro horas. El

solvente fue evaporado a sequedad, luego de transcurridas las 36 horas.

2. Determinación de constantes físicas del aceite de jacaranda

a. Índice de refracción

Se determinó utilizando un refractómetro Abbe (Bausch & Lomb, Mod. 31).

b. Espectrofotometría

i) Obtención del espectro ultravioleta

Aparato: Perkin-Elmer, Mod. Lambda 5 (U. del Valle de Guatemala)

Solvente: hexano.

Concentración de la muestra: aproximadamente 1 mg en 100 ml de solvente.

Rango de longitud de onda trabajado: 200-400 nm

ii) Obtención del espectro infrarrojo

Aparato: Perkin-Elmer, Mod. 735B (U. del Valle de Guatemala)

Rango de número de onda trabajado: 400 - 4000 cm^{-1}

Se usó ventanas circulares desmontables de NaCl. La muestra se examinó pura (sin disolver).

3. Ensayos de cromatografía de gases

a. Análisis de composición de ácidos grasos

Para el análisis de composición de ácidos grasos fue necesario convertir los triglicéridos del aceite en ésteres metílicos, de acuerdo al método de Metcalfe et al

(1966:516). Procedimiento de la preparación de los ésteres metílicos:

- Pesar aproximadamente 300 mg de aceite en un balon aforado de 25ml.
- Añadir 4 ml de una solución 0.5M de KOH en metanol.
- Calentar en estufa hasta saponificación completa (i.e. hasta que ya no se observen dos fases).
- Agregar 3ml de una solución al 12% de trifluoruro de boro en metanol.
- Añadir 5ml de heptano.
- Agregar solución saturada de NaCl en agua hasta que la fase organica este en el cuello del balon.
- Colocar la solución de heptano con los ésteres metílicos en un vial de 5ml y agregar un poco de sulfato de sodio anhidro.

Esta solución fue analizada bajo 4 sets de condiciones diferentes por cromatografía de gases. Se inyectó alícuotas de 2 μ l de ella:

i) Aparato: Perkin-Elmer, Mod. Sigma 2B (U. del Valle de Guatemala)

Columna: OV-275 al 15%, "mesh" 100/120 Chromosorb, 20 pies de largo y 1/8 de pulgada de diámetro (Supelco).

Temperatura de la columna: 220°C

Temperatura del detector (ionización de llama): 250°C

Temperatura del inyector: 250°C

Presión de nitrógeno: 30 lb/in²

ii) Aparato: Perkin-Elmer, Mod. Sigma 2B (U. del Valle de Guatemala)

Columna: SP-216-PS al 10%, "mesh" 80/100, 6 pies de largo y 1/8 de pulgada de diámetro (Supelco)

Temperatura inicial de la columna: 130°C

Temperatura final de la columna: 170°C

Razón de aumento de temperatura: 5°C/min

Tiempo inicial: 1 min

Tiempo final: 35 min

Temperatura inyector: 170°C

Temperatura detector (FID): 250°C

Presión de nitrógeno: 40 lb/in²

En este método, se utilizó un programa de aumento de temperatura para mejorar la resolución de las señales.

iii) Aparato: Tracor 222 (Lab. unificado de control de alimentos y medicamentos, LUCAM)

Columna: DEGS al 12%

Temperatura inicial de la columna: 170°C

Temperatura final de la columna: 210°C

Razón de aumento de temperatura: 2°C/min

Temperatura inyector: 200°C

Temperatura detector (FID): 250°C

Presion de nitrogeno: 30 lb/in²

En este método, se utilizó un programa de aumento de temperatura para mejorar la resolución de las señales.

iv) Aparato: Tracor 222 (LUCAM)

Columna: OV-1 al 3%

Temperatura inicial de la columna: 170°C

Temperatura final de la columna: 210°C

Razón de aumento de la temperatura: 2°C/min

Temperatura inyector: 200°C

Temperatura detector (FID): 250°C

Presion de nitrogeno: 30 lb/in²

En este método, se utilizó un programa de aumento de temperatura para mejorar la resolución de las señales.

Se trabajó en dos instituciones con dos diferentes cromatográficos debido a la falta de disponibilidad de las 4 diferentes columnas para un mismo aparato.

b. Estudio de la composición de esteroides del aceite de la jacaranda

i) Extracción de la fracción insaponificable (AOAC, 1975: 500)

- Pesar aproximadamente 2.0 g de aceite en un balón de

fondo redondo de 50 ml.

- Agregar 25 ml de etanol al 95% y 1.5 ml de KOH 0.5 M.
- Saponificar por ebullición bajo reflujo durante 30 minutos.
- Transferir la muestra caliente a una ampolla de separación de 250 ml y agregar 50 ml de agua caliente.
- Lavar el recipiente de saponificación con 15 ml de éter dietílico y agregar a la ampolla de separación.
- Agitar vigorosamente y dejar reposar hasta que las dos fases estén totalmente separadas.
- Separar la fase acuosa y conservar para subsiguientes extracciones. Transferir la fase orgánica a una segunda ampolla que contiene 20 ml de agua.
- Lavar la primera ampolla de separación con 15 ml de éter dietílico y agregar esto a la segunda ampolla de separación.
- Devolver la fase acuosa a la ampolla vacía y extraer tres veces con porciones de 50 ml de éter dietílico.
- Combinar los extractos etéreos en la segunda ampolla de separación con los 20 ml de agua y agitar suavemente con movimientos de rotación. Eliminar la fase acuosa.
- Lavar la fase etérea con dos porciones adicionales de 20 ml de agua agitando vigorosamente.
- Lavar la fase etérea, alternativamente, tres veces con porciones de 20 ml de solución acuosa de KOH 0.5 N y 20ml de agua, agitando vigorosamente cada vez. Si se

forma una emulsión durante el lavado, extraer la fase acuosa hasta donde sea posible, dejando la emulsión en la ampolla de separación con la fase etérea y proseguir con el siguiente lavado.

- Después del tercer tratamiento con KOH, se lava la fase etérea con porciones de 20 ml de agua hasta que el agua de lavado no sea alcalina a la fenolftaleína.
- Transferir la fase etérea a un vaso cónico de 250 ml y lavar la ampolla de separación con unos pocos ml de éter dietílico.
- Añadir la solución de lavado al vaso.
- Evaporar lentamente, con baño de María, hasta un volumen de aproximadamente 5 ml y transferir cuantitativamente usando algunas pequeñas fracciones de éter dietílico a un beaker de 25 ml previamente seco y tarado.
- Evaporar el éter y, luego, añadir 2-3 ml de acetona y calentar en una estufa; completar la evaporación del solvente en una corriente de nitrógeno.

ii) Aislamiento y determinación de los esteroides

Los esteroides fueron aislados mediante la cromatografía de capa fina.

- Se utilizaron placas de 20 x 20 cm y 0.5 mm de espesor recubiertas con sílica gel 60 PF 254+366 y sílica gel G.
- El eluyente fue una mezcla de éter de petróleo - éter dietílico en proporción 1:1.

- La muestra fue aplicada con una micropipeta a la placa. Se uso una concentracion de 100mg/4ml de cloroformo.
- La banda de los esteroides de las placas de silica gel fue observada bajo luz UV de longitud de onda corta.
- Los esteroides fueron extraidos con cloroformo, el cual fue evaporado a sequedad en un baño de María -bajo corriente de nitrógeno.
- La muestra fue almacenada en el congelador en un vial pequeño.

Para la determinación de los esteroides por cromatografía de gases, se siguió el siguiente método:

- Disolver la muestra anterior en 0.5 ml de cloroformo.
- Las condiciones y aparato usados en el ensayo de cromatografía de gases fueron:

Aparato: Tracor 222 (LUCAM)

Columna: OV-1 al 3%, "mesh" 100/120 Chromosorb, 6 pies de largo y 1/4 de pulgada de diámetro

Temperatura de la columna: 270°C

Temperatura del inyector: 280°C

Temperatura del detector (FID): 280°C

Presión de nitrógeno: 40 lb/in²

Ensayo de Lieberman-Burchard

- Se verificó que la banda extraída es la correspondiente

a los esteroides con el ensayo de Lieberman-Burchard. En este, a una pequeña cantidad del raspado de la banda de esteroides se le agrega uno o dos ml de reactivo de Lieberman (cloroformo- anhídrido acético 2:1) y se añaden unas gotas de ácido sulfúrico concentrado. La aparición de una coloración azul o rosada indica la presencia de esteroides (Litchfield; 1972, 63).

4. Ensayos de cromatografía líquida de alta resolución
(Takagi et al, 1981: 547)

Los ésteres metílicos de los aceites de tung, jacaranda fueron examinados por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC):

Aparato: Varian, Mod. Vista 5500 (U. del Valle de Guatemala)

Columna: Nova Pak, C-18 fasea, (Waters), 3.9 mm x 15 cm

Temperatura: ambiente, no controlada

Flujo: 1.2 ml/min

Detector: ultravioleta

Longitud de onda trabajada: 272 nm

Fase Móvil: Acetonitrilo-Agua (80%-20%)

Presión: 86-100 atm

5. Aislamiento de los ácidos grasos con tres dobles enlaces conjugados presentes en el aceite de jacaranda

Se usó métodos de:

a. Cromatografía de capa fina (Stahl, 1969: 85)

i) Placas de sílica gel

Estas fueron preparadas de igual forma que las mencionadas en la sección 3.b.ii).

Solvente: éter de petróleo - éter dietílico (70%-30%) y 2 ml de ácido acético glacial.

ii) Placas de alúmina

Se utilizó placas de 20x20 cm y 0.5 mm de espesor recubiertas con alumina neutra.

Solvente: Igual que en i)

iii) Placas de sílica gel impregnadas de nitrato de plata al 10% (p/p)

Las placas eran de 20x20 cm y 0.5 mm de espesor y fueron preparadas con sílica gel 60 PF 254+366.

Solvente: Igual que en i)

Las placas fueron observadas bajo luz natural.

b. Ensayo de cristalización

El ácido jacárico fue aislado por medio de la cristalización diferencial de los ácidos grasos del aceite de jacaranda (Chisholm et al, 1962). El proceso seguido fue el siguiente:

- Disolver 10 g de esteres metilicos de jacaranda en cloroformo.
- Colocar la solución de esteres metilicos en hielo seco.
- Filtrar cuando la temperatura llegue a -30°C . Esta fue medida con un termometro de mercurio con rangos de temperatura de -40°C a 100°C ($\pm 0.5^{\circ}\text{C}$).
- Evaporar el filtrado por corriente de nitrogeno.
- Agregar 10 ml de pentano al residuo, colocar en hielo seco y medirle la temperatura.
- Cuando la temperatura haya descendido a -10°C , filtrar la solución.
- Secar los cristales formados con corriente de nitrógeno.
- Repetir los últimos tres pasos dos veces más.
- Agregar 5 ml de heptano (grado HPLC) y un poco de sulfato de magnesio anhidro.

Esta solución fue analizada por cromatografía de gases, cromatografía líquida de alta presión, y UV (las condiciones fueron iguales a las de las secciones 3.a ii), 2.b.i) y 4, respectivamente). Además, se obtuvo el punto de fusión.

6. Aislamiento del ácido con la función carbonilo cetónico presente en el aceite de jacaranda

El método usado fue el de Litchfield (1972:46):

- Disolver 2 g de 2,4-dinitrofenilhidrazina en 50 ml de ácido fosfórico al 85% y calentar. Luego, agregar 50ml de etanol absoluto y enfriar. Filtrar esta solución.
- Agregar 5 ml de la solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina a 5 g de aceite de jacaranda disueltos en cloroformo.
- Filtrar los cristales formados.
- Agregar 10 ml de una solución etanólica de NaOH al 10% al sólido y dejar reposar por 24 horas.
- Neutralizar con una solución acuosa de ácido sulfúrico al 10% y agregar 20 ml de cloroformo.
- Agitar en una ampolla de decantación y separar la fase orgánica.
- Reconcentrar esta fase a mitad de volumen.
- Preparar una placa cromatográfica de sílica gel 60 PF 254+366 de 20x20 cm y 0.5 mm de espesor. Usar éter de petróleo-éter etílico (70%-30%) y 2 ml de ácido acético glacial como solvente.
- Aplicar la muestra con una micropipeta. Usar una concentración aproximada de 100 mg/5ml de cloroformo.
- Raspar la mancha superior de la placa y disolver en cloroformo; y observar bajo luz ultravioleta de onda corta y luz natural.
- Filtrar por gravedad en filtro de vidrio de porosidad

fina.

- Evaporar a sequedad el filtrado, con una corriente de nitrogeno.
 - Disolver el sólido en una mezcla de cloroformo-agua (80-20 v/v) y colocar en ampolla de decantación.
 - Agregar 20 ml de una solución acuosa de ácido sulfúrico al 10% y agitar.
 - Agregar una solución de bicarbonato de sodio saturada hasta que no se produzca efervescencia.
 - Separar la fase orgánica y agregar sulfato de magnesio anhidro; dejar reposar por 1 hora.
 - Filtrar.
 - Evaporar el filtrado a sequedad con una corriente de nitrógeno.
 - Disolver el ácido graso que posee la función carbonilo cetónico en 5 ml de heptano grado HPLC.
- Se analizó esta solución de la misma forma que en 5.b.

7. Polímero del aceite de jacaranda

Se analizó diferentes propiedades del polímero del aceite de jacaranda.

a. Condiciones de formación

Se colocó 2 ml de aceite de jacaranda en cada uno de siete viales y se sometió uno de estos a las siguientes condiciones:

- luz ultravioleta (254 nm) durante 5 horas
- calor (se colocó en baño de María a 50°C) durante 5 horas
- adición de 2 ml de agua
- horno microondas Westinghouse (se colocó dentro del horno en intervalo de 10 minutos para hacer un total de 5 horas.
- adición de 2 gotas de solución de Organo-cobalto al 0.5%
- adición de 0.25 mg de hidroquinona
- blanco (luz natural y 15-20°C de temperatura)

Se observó el intervalo de tiempo necesario para la formación del polímero dependiendo de las condiciones mencionadas anteriormente.

b. Obtención del punto de fusión

Se obtuvo el punto de fusión del polímero con un tubo de Thiele y glicerina.

c. Solubilidad

Se agregó diferentes solventes al polímero para analizar su solubilidad. Se usó una concentración de 1 g de polímero en 10 ml de solvente.

d. Obtención del perfil de cromatografía de gases

Las condiciones fueron las mismas de la sección

3.a.ii).

e. Obtención del perfil de cromatografía líquida de alta resolución

Las condiciones fueron iguales a las de la sección 4.

B. Materiales:

Los materiales usados durante todo el procedimiento fueron:

1. Solventes

-Acetonitrilo, grado HPLC (LiChrosorb), Merck.

-Eter dietílico, grado analítico, 99.5 % de pureza, Merck.

-Cloroformo, grado analítico, 99.0-99.4 % de pureza, Merck.

-n-Heptano, grado espectroanalítico, Fisher.

-Etanol, 95 grados Gay Lussac, ILG.

-Acetona anhidra, grado analítico, 99.5 % de pureza, Merck.

-Metanol anhidro, grado analítico, 99.8 % de pureza, Merck.

- Espiritus minerales, grado analítico, p.e 55-90° C.
Aldrich.
- Hexano, grado analítico, mínimo 99.4 % de pureza,
Mallinckrodt.
- Eter de petróleo, grado analítico, p.e. 35-60° C,
Mallinckroft.
- Agua destilada y desionizada (para HPLC).
- Agua desionizada.

2. Reactivos

- Aceite de pureza y composición certificada de tung y algodón (Compañía científica "La Pine", Chicago, Ill, EUA).
- Semillas de jacaranda recolectadas en la ciudad de Guatemala en abril de 1988.
- Estándar de colesterol, 2 mg en 1 ml de cloroformo, 99% de pureza, Supelco.
- Estándar de campesterol, 2 mg en 1 ml de cloroformo, 99% de pureza, Supelco.
- Estándar de stigmasterol, 2 mg en 1 ml de cloroformo, 98+ % de pureza, Supelco.
- Estándar de β -sitosterol, 2 mg en 1 ml de cloroformo, 99% de pureza, Supelco.
- Acido sulfúrico concentrado, grado analítico, Merck.
- Sodio metálico, grado industrial, Merck.

- Hidróxido de sodio, grado analítico, 97 % de pureza, Merck.
- Sulfato de magnesio anhidro, grado analítico, 98 % de pureza, Fisher.
- Cloruro de sodio, grado analítico, 99.5 % de pureza, Merck.
- Hidróxido de potasio, grado analítico, 87 % de pureza, Merck.
- Acido acético glacial, grado analítico, 99.7 % de pureza, Fisher.
- Acido orto-fosfórico, grado analítico, 99.5 % de pureza, Merck.
- Bicarbonato de sodio, grado analítico, 99.5 % de pureza, Merck.
- Nitrato de plata, grado analítico, 99.8 % de pureza, Merck.
- Trifluoruro de boro en metanol, ampollas de 5 ml, grado analítico, Merck.
- 2,4-dinitrofenilhidrazina, grado analítico, Merck.
- Oxido de aluminio, neutro, 60 GF254 (tipo E), Merck.
- Silica Gel 60 PF pura (254+366), para la cromatografía en capa fina, Merck.
- Solución de organo-cobalto al 0.5 % (catalizador de Ziegler-Natta; sin marca, LUCAM.
- Hidroquinona pura; sin marca, LUCAM.
- Glicerina, grado industrial.

-Hielo de agua desionizada.

3. Aparatos

Además de los aparatos mencionados con anterioridad (cromatógrafos líquido de alta resolución y de gases, refractómetro Abbe y espectrofotómetros infrarrojo y ultravioleta) también se usó:

- Estufa Corning PC-35 Hot Plate.
- Camisa eléctrica para calentamiento de balón de 100 ml, Glas-Col.
- Transformador de corriente variable autotransformer, Staco Inc.
- Horno con corriente de aire y temperatura controlada, Blue M Stabil Therm Constant Temperature Cabinet with Power-o-Matic 70.
- Balanza Ohaus, Cent-o-gram, ± 0.01 g.
- Balanza analítica Mettler H51AR, ± 0.00001 g.
- Balanza analítica Mettler H80, ± 0.0001 g.
- Refrigeradora y congelador Continental.
- Lámpara ultravioleta de pie, 254 nm, UVP-inc.

4. Cristalería y otros materiales

- Jeringas para cromatógrafo de gases, capacidad de 10 μ l, Hamilton Six-701 N.
- Jeringa para inyectar muestras HPLC, capacidad de

- 50 μ l, Glenco Microsyringes, Varian.
- Jeringa para filtrar muestra HPLC, capacidad de 5 ml, B-D Multifit Interchangeable Syringe, Varian.
 - Filtros para solventes de HPLC, fase orgánica, tipo FH, poro de 0.5 μ m, Millipore.
 - Prefiltro para solventes HPLC, fase orgánica, Millipore.
 - Filtros para solventes de HPLC, fase acuosa, tipo HA, poro de 0.45 μ m, Millipore.
 - Prefiltro para solventes HPLC, fase acuosa, Millipore.
 - Filtros de muestras orgánicas (HPLC), tipo FH, poro de 0.5 μ m, Millipore.
 - Prefiltro de muestras orgánicas (HPLC), 10 mm, Varian.
 - Kitazato para filtrar solventes de HPLC al vacío, Varian.
 - Celdas de cuarzo-Suprasil para espectrofotómetro UV, capacidad de 3 ml, 10 mm, Fisherbrand.
 - Celdas circulares de NaCl para espectrofotómetro IR, Perkin-Elmer.
 - Tubo de Thiele, Pyrex.
 - Termómetro de mercurio con rango de temperatura de -40°C a 100°C , $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$.
 - Beakers de 25, 50, 100 y 250 ml, Pyrex.
 - Erlenmeyers de 50, 100 y 250 ml, Pyrex.
 - Probetas de 10 y 50 ml, Pyrex.
 - Pipetas volumétricas de diferentes capacidades, Pyrex

- y Kimax.
- Balones volumétricos de diferentes capacidades, Pyrex y Kimax.
- Kitazatos de 250 ml, Pyrex.
- Filtros de vidrio, Pyrex.
- Embudos Büchner.
- Vidrios de reloj.
- Embudos de vidrio.
- Viales de 5 ml de capacidad.
- Papel filtro no. 5 y 40, Whatman.
- Cámaras de pyrex, para cromatoplasmas, Corning.
- Kit de orgánica, de pyrex, componentes 19/22 Corning.

VI. RESULTADOS

A. Extracción del aceite de la semilla de jacaranda

En este estudio se usó semilla de jacaranda recolectada en la ciudad de Guatemala en abril de 1988 y almacenada en la oscuridad a una temperatura de 15 - 20°C.

El peso promedio de las semillas desfibradas fue de aproximadamente 0.14 mg.

El porcentaje de aceite extraído por el método de Soxhlet y agitación fue de 32 % (p/p), con base en la masa de la semilla desfibrada. El aceite extraído se almacenó a las mismas condiciones que las de las semillas.

El método de Soxhlet no produjo mejores resultados que el de agitación, en el cual simplemente se maceró las semillas en éter de petróleo; a través del trabajo se utilizó aceite extraído por el método de agitación.

En la Tabla 6.1 se indica la solubilidad del aceite en diferentes solventes. Para obtener los resultados, se utilizó 0.5 g de aceite en 5 ml de cada solvente.

TABLA N^o. 6:1

Solubilidad del aceite de jacaranda

Solvente	Solubilidad
Pentano	soluble
Hexano	soluble
Heptano	soluble
Octano	soluble
Cloroformo	soluble
Eter dietílico	soluble
Eter de petróleo	soluble
Acetona	soluble
Etanol	insoluble
Metanol	insoluble
Propanol	insoluble
Agua	insoluble

B. Determinación de constantes físicas del aceite de jacaranda

El aceite de jacaranda obtenido por los métodos de soxhlet y agitación fue de un color amarillo fuerte y bastante viscoso.

1. Índice de refracción

El índice de refracción del aceite de jacaranda

obtenido por el método de soxhlet fue de 1.5110 ± 0.0002 (24° C). El aceite de tung (obtnido de la Cía. "La Pine") tuvo un valor de 1.5127 ± 0.0002 (24° C).

2. Espectrofotometría ultravioleta

Los espectros de los aceites de jacaranda y tung aparecen en las Figuras No. 1 y 2, respectivamente, del Apendice.

La concentración de la solución de aceite de jacaranda fue de 0.6176 ± 0.0005 mg en 100 ml de hexano; la de tung fue de 0.4856 ± 0.0005 mg/100mlde hexano. Para obtener estas concentraciones, se hizo soluciones madres de los aceites de jacaranda y tung (100mg/100ml de hexano).

Ambos espectros presentaron 3 máximos, los cuales se indican en la Tabla No. 6.2.

TABLA No. 6.2

Máximos de absorbanca ultravioleta de los aceites de jacaranda y tung, en hexano

	Máx. de absorbanca		
jacaranda	262.8 nm	272.0 nm*	283.2 nm
tung	256.5 nm	268.4 nm*	279.3 nm

NOTA: Los máximos fueron obtenidos de las Figuras No. 1 y 2 del Apéndice.

* indica el Máximo principal.

Con el objeto de observar la estabilidad del aceite, se guardó la solución de aceite de jacaranda en hexano, bajo condiciones de refrigeración y se obtuvo espectros a intervalos regulares de tiempo. Durante los primeros 3 meses, no se detectó cambio alguno.

3. Espectrofotometria infrarroja

Los espectros de los aceites puros de jacaranda y tung aparecen en las Figuras No. 3 y 4 de Apéndices. En la Tabla No. 6.3, se indican los números de onda de las bandas obtenidas en ambos espectros.

Se obtuvo los espectros de los aceites a intervalos regulares de tiempo, durante tres meses y no se observó cambio alguno.

TABLA No. 6.3

Bandas de absorción obtenidas en los espectros infrarrojo de los aceites puros de tung y jacaranda

Bandas obtenidas (No. de Onda)	Descripción de la banda	
	Jacaranda	Tung
2950 cm ⁻¹	h y m	h y m
2850 cm ⁻¹	d y f	d y f
2800 cm ⁻¹	h y f	h y f
1715 cm ⁻¹	d y f	d y f
1680 cm ⁻¹	h y m	-
1440 cm ⁻¹	d y m	d y m
1380 cm ⁻¹	a y s	a y s
1140 cm ⁻¹	a y m	a y f
960 cm ⁻¹	d y s	d y f
940 cm ⁻¹	d y s	d y s
860 cm ⁻¹	d y s	d y s
840 cm ⁻¹	-	d y s
750 cm ⁻¹	h y s	-
720 cm ⁻¹	a y m	a y s

(ver las Figuras No. 3 y 4 en el Apendice)

NOTA: Las abreviaturas usadas para calificar las bandas de absorción significan:

h: hombro
 f: fuerte
 m: mediano
 s: suave
 a: ancho
 d: delgado

C. Análisis por cromatografía de gases

1. Análisis de la composición de los ácidos grasos del aceite de jacaranda

Los perfiles cromatográficos fueron obtenidos a partir de soluciones en heptano de los ésteres metílicos de los ácidos grasos del aceite de jacaranda. Inmediatamente después de extraer el aceite de la semilla, se preparó estos derivados y se inyectó la solución sin dilación al cromatógrafo de gases; esto se hizo para evitar posibles cambios en la configuración de los dobles enlaces conjugados.

En los ensayos, se empleó columnas con los rellenos SP-216-PS al 10% y DEGS al 12%. Ambas son fases polares, en general adecuadas para resolver los ésteres metílicos componentes de aceites. La columna SP-216-PS no logró resolver las parejas ácido esteárico/oleico (C18:0/C18:1) y ácido jacárico/licánico. En la columna DEGS se obtuvo una resolución completa de la primera pareja, mas no de la segunda.

Los perfiles de cromatografía de gases de los ésteres metílicos del aceite de jacaranda en las columnas SP-216-PS y DEGS se hallan en las Figuras No. 5 y 6 del Apéndice.

Además de estas dos columnas, se utilizó la OV-275 al 15 %. Esta fase es recomendada para la resolución de isómeros cis y trans, pero no funcionó en la separación de las señales de los aceites de jacaranda y tung,

correspondientes a los esteres metilicos con tres dobles enlaces conjugados.

La asignacion de estructuras a las señales del perfil cromatográfico se hizo en base a patrones secundarios de los acidos grasos. Con este fin, se utilizo aceites vegetales de algodón y de tung de pureza garantizada y composición conocida que fueron analizados exactamente bajo las mismas condiciones del aceite de jacaranda. De esta manera se logró identificar todas las señales que aparecen en los perfiles, con excepción de los picos con tiempo de retención de 10.8 y 11.6 min de la Figura No. 5. Tampoco se logró identificar los picos de la Figura No. 6, cuyos tiempos de retención fueron de 13.67, 14,44 y 18,41 min 21.94 min (ver figura no. 6 de la sección de Apéndices). Estas señales presentan un tiempo de retención parecido al ácido eleostearico del aceite de tung y, por lo tanto, debe concluirse que corresponden a los ácidos jacárico y licánico.

En la Tabla No. 6.4 se hace una comparación de las composiciones de los ácidos grasos de jacaranda y tung obtenidas con la columna SP-216-PS. Los resultados obtenidos con la columna DEGS se hallan en la tabla No. 7.2.

2. Analisis de la composicion de los acidos grasos del aceite de tung

El aceite de tung fue adquirido en 1988 (Lab. unificado de control de alimentos y medicamentos, LUCAM). Se

obtuvo los perfiles cromatográficos a partir de soluciones de los ésteres metílicos de los ácidos grasos del aceite de tung, en heptano.

El aceite de tung fue ensayado bajo condiciones en parte comunes y en parte distintas a las del aceite de jacaranda. Se utilizó las columnas SP-216-PS al 10% y OV-1 al 3%. Esta última es una fase no-polar que puede resolver más eficientemente los ésteres metílicos con dobles enlaces conjugados. Sin embargo, este tipo de fase estacionaria es incapaz de resolver los ácidos oleico y linoleico (C18:1 y C18:2).

Los perfiles cromatográficos de los ésteres metílicos del aceite de tung, obtenidos con las columnas SP-216-PS y OV-1 se encuentran en las Figuras No. 7 y 7.A de Apéndices.

Para identificar las señales del cromatograma se utilizó los patrones secundarios y los informes de la literatura (Takagi et al., 1981) para distinguir los ácidos α - y β -eleosteárico.

Los resultados obtenidos con la columna SP-216-PS se muestran en la tabla no. 6.4 (el análisis realizado con la columna OV-1 puede ser observado en la tabla no. 7.2).

De acuerdo a los resultados presentados en la tabla No. 6.4. se observa que la concentración de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados en el aceite de tung es el doble que en el de jacaranda (70.6 % y 35.0 % de área relativa respectivamente).

TABLA No. 6.4

Análisis de la composición de los ésteres metílicos de los aceites de jacaranda y tung por cromatografía de gases (columna SP-210-PS al 10 %)

éster	jacaranda		tung	
	%	área relativa (TR)	%	área relativa (TR)
C14:0		trazas (2.7 min)		trazas (2.7 min)
C16:0	4.3 %	(5.6 min)	2.8 %	(5.5 min)
C18:0 y C18:1	17.4 %	(8.5 min)	0.9 %	(8.5 min)
C18:2	43.3 %	(9.4 min)	15.7 %	(9.3 min)
(*a)		trazas (10.8 min)		trazas (10.8 min)
(*a)		trazas (11.6 min)		trazas (11.7 min)
C18:3 (*b)	32.3 %	(16.2 min)	57.7 %	(16.3 min)
C18:3 (*b)	2.7 %	(18.1 min)	12.9 %	(18.1 min)

(ver Figuras No. 5 y 7 del Apendice)

NOTA: TR: tiempo de retención, en minutos.
 (*a): estos son picos no identificados.
 (*b): son ésteres metílicos con dobles enlaces conjugados.

3. Estudio de la composición de esteroides del aceite de jacaranda

Los esteroides fueron separados de la fracción insaponificable por cromatografía de capa fina en sílica gel. La prueba de Lieberman-Burchard fue utilizada para

identificar la fracción esterólica.

Los resultados obtenidos para los esteroides en cromatografía de gases se indican en la Figura No. 8 del Apéndice y en la Tabla No. 7.4.

La identificación de las señales se hizo en base a patrones de colesterol, campesterol, stigmasterol y β -sitosterol. Se asignó la estructura del brasicasterol a la señal con tiempo de retención 13.09 min en base a su tiempo de retención relativo de 1.3 min.

D. Ensayos de cromatografía líquida de alta resolución

En esta parte del trabajo, sólo se analizó los ésteres metílicos y no los ácidos grasos en sí.

1. Análisis de la composición de los ácidos grasos conjugados del aceite de jacaranda

El perfil de los ésteres metílicos conjugados del aceite de jacaranda se halla en la Figura No. 9 del Apéndice. La asignación de las señales se hizo en base a la comparación con el aceite de Tung (ver Discusión, VII.C).

El perfil de los ésteres metílicos de los ácidos grasos conjugados del aceite de jacaranda se obtuvo de una solución preparada a partir del aceite, y cuya concentración fue de 1.2000 ± 0.0005 g en 5 ml de heptano.

La resolución de estos componentes fue mejor que en cromatografía de gases. Se puede observar una ligera mejora en la separación de la línea base.

Los componentes correspondientes a los ácidos palmítico, esteárico, oleico y linoleico no aparecen en el perfil cromatográfico, puesto que no presentan absorción ultravioleta en la longitud de onda a la que fue fijado el detector.

En la Tabla No. 6.5 se presenta la composición de los ésteres metílicos de los ácidos grasos conjugados de jacaranda inyectados el mismo día, y varios meses después, cuando se extrajo el aceite de la semilla de jacaranda. La solución fue almacenada en la refrigeradora a 10 ° C. En este caso, la proporción de los ésteres varió al envejecer la solución (ver Figuras Nos. 9, 10 y 11 del Apéndice).

TABLA No. 6.5

Análisis por cromatografía líquida de alta resolución, de la composición de los ésteres metílicos de los ácidos grasos del aceite de jacaranda con tres dobles enlaces conjugados, a intervalos de un mes

éster	0 meses % A.R.	1 mes % A.R.	2 meses % A.R.	TR (min)
C18:3 ctc	78.8	60.5	46.8	10.0
C18:3 ctt	16.0	27.9	36.0	10.6
C18:3 ttt	5.6	11.6	12.0	12.0

(ver Figuras Nos. 9, 10 y 11 del Apéndice)

NOTA: La abreviatura **A.R.** significa área relativa y **TR** es tiempo de retención.

2. Analisis de la composicion de los acidos grasos conjugados del aceite de tung

El perfil de los ésteres metílicos conjugados del aceite de tung se halla en la Figura No. 12 del Apéndice.

La concentración de la solución de los ésteres metílicos fue de 1.2000 ± 0.0005 g en 5 ml de heptano.

La resolución de los ésteres de tung, al igual que la jacaranda, fue mucho mejor que en cromatografía de gases. Nuevamente, los ácidos grasos comunes no aparecen en el perfil, ya que no absorben a la longitud de onda del ensayo (272 nm).

En la Tabla No. 6.6, se presenta las proporciones relativas en que se encuentran los esterres metílicos conjugados de los aceites de jacaranda y tung extraídos ese mismo día (ver Figuras Nos. 9 y 12 del Apéndice). Las asignaciones de configuración son tentativas para el aceite de jacaranda.

TABLA No. 6.6

Análisis de la composición de los ésteres metílicos de los ácidos grasos conjugados de los aceites de jacaranda y tung por cromatografía líquida de alta resolución.

ácidos	Jacaranda	Tung
	% Area relativa (TR)	% Area relativa (TR)
C18:3 etc	78.8 (10.0 min.)	2.1 % (10.0 min.)
C18:3 ctt	16.0 (10.0 min.)	88.2 % (10.6 min.)
C18:3 ttt	5.6 (12.6 min.)	9.7 (12.6 min.)

(ver Figuras Nos. 9 y 12 del Apéndice)

NOTA: La abreviatura TR significa tiempo de retención.

También se inyectó una mezcla de ésteres metilados de jacaranda y tung (1:1) (ver Figura No. 13 del Apéndice): se obtuvo solo tres picos, cuyos tiempos de retención fueron iguales a los mencionados con anterioridad. La composición de los ésteres metílicos de esta solución se halla en la Tabla No. 6.11.

E. Aislamiento de los ésteres metílicos de jacaranda con tres dobles enlaces conjugados

1. Cromatografía de capa fina

Con los métodos de cromatografía en capa fina empleados (ver Metodología) no se obtuvo una separación nítida de los componentes correspondientes a los ácidos

conjugados. Las muestras analizadas por cromatografía de gases siempre mostraron la presencia de otros ácidos grasos que no pudieran separarse en el ensayo de cromatografía de capa fina.

2. Ensayo de cristalización

Se logró el aislamiento del ácido jacárico, mediante ensayos de cristalización a temperaturas menores de -30° C. Se recrystalizó tres veces con pentano y se analizó el ácido jacárico por cromatografía de gases y líquida de alta resolución. Además, se obtuvo el punto de fusión y el espectro ultravioleta. Ver las Figuras Nos. 14, 15 y 16 de Apéndices.

Como se observa en la Tabla No. 6.7, el rango de punto de fusión es pequeño (inferior a los 2° C), lo que indica que el ácido jacárico se hallaba puro. Además, en el perfil de cromatografía líquida de alta resolución, se obtiene una única señal correspondiente al ácido jacárico. Ver Figura No. 15 del Apéndice.

TABLA N^o: 6:7

Constantes físicas del ácido jacárico

Rango de punto de fusión ($\pm 0.1^{\circ}\text{C}$)	37.0 - 38.0 $^{\circ}\text{C}$
Máximo de absorbancia en UV (± 0.5 nm)	271 nm
Tiempo de retención en crom. de gases (± 0.5 min)	16.5 min
Tiempo de retención en crom. liq. de alta resolución (± 0.1 min)	10.0 min

(ver Figuras Nos. 14, 15 y 16 del Apéndice)

F. Aislamiento del ácido graso conjugado de jacaranda, con la función carbonilo cetónico

La señal (hombro) a 1680 cm^{-1} en el espectro IR del aceite de jacaranda, se debe, probablemente, a la presencia de un grupo carbonilo cetónico en uno de los ácidos grasos componentes del aceite. Esta señal está ausente en el aceite de tung. Ver Figuras Nos. 3 y 4 del Apéndice.

Para verificar esto, se agregó 2,4-dinitrofenilhidrazina a una solución de aceite de jacaranda en cloroformo. El resultado fue la formación de un precipitado de color naranja (formación de una hidrazona). Se aislo el derivado y se recuperó el ácido después de separarlo de la 2,4-dinitrofenilhidrazina por hidrólisis ácida (figura no. 18); las reacciones correspondientes a este procedimiento se

encuentran en la pagina 24. Se obtuvo el espectro UV, de la 2,4-dinitrofenilhidrazina en etanol (Figura No.17 del Apéndice) y el del ácido graso que tiene el grupo carbonilo cetónico en cloroformo. El espectro de la 2,4-dinitrofenilhidrazina fue obtenido para corroborar que el máximo obtenido a los 364 nm en el espectro del ácido graso que posee el grupo carbonilo cetónico, se debe a la presencia de trazas de 2,4-dinitrofenilhidrazina (ver Figura No. 18 del Apéndice).

El ácido graso recuperado se analizó por cromatografía líquida de alta resolución (Figura No. 19 del Apéndice) y se obtuvo el rango de punto de fusión (ver tabla No. 6.8). Tanto el perfil cromatográfico, como el rango de punto de fusión fueron obtenidos para garantizar la pureza del ácido graso y para comparar con los resultados obtenidos con el ácido jacárico.

TABLA No. 6.8

Constantes físicas del ácido graso con el grupo carbenilo cetónico y máximos ultravioleta de la 2,4-dinitrofenilhidrazina en etanol

Maximos UV de la 2,4-dinitrofenilhidrazina	349.8, 256.8, 202.2 nm
Máx. UV del ácido graso después de aislarlo	272.2 nm
Tiempo de retención del ácido graso en crom. líquida de alta resolución	10.11 min
Rango de punto de fusión del ácido graso	39.5 - 41.9 ° C
(ver Figuras Nos. 17, 18 y 19 del Apéndice)	

3. Polimero del aceite de jacaranda

Se notó que al dejar reposar, durante varios días, al aceite de jacaranda, éste se tornó en un sólido de color blanco.

La formación del material sólido fue acelerada al someter el aceite a la acción del calor (30 ° C), agua (2 ml), microondas y luz ultravioleta (254 nm). Este último agente fue el más efectivo en el proceso de solidificación, pues sólo se necesitó de 6 horas para la formación de los cristales.

En los otros casos fue necesario esperar 4 o 5 días para obtener la conversión.

AL agregar dos gotas de una solución de organo-cobalto

al 0.5% a 2ml de aceite, el sólido se formó inmediatamente. Al añadir $0.25000 \pm 1 \times 10^{-5}$ g de hidroquinona a 2ml de aceite éste permaneció líquido, aún después de dos meses.

El rango del punto de fusión del sólido fue de 156.3-158.4 $\pm 0.1^\circ$ C.

En la Tabla No. 6.9 se indica la solubilidad del aceite polimerizado del aceite de jacaranda.

TABLA No. 6.9

Solubilidad del aceite de jacaranda polimerizado

Solvente	Solubilidad
Hexano	insoluble
Heptano	insoluble
Acetona	insoluble
Eter de petróleo	insoluble
Metanol	insoluble
Etanol	insoluble
NaOH 0.5M	soluble

Se esterificó $0.71015 \pm 1 \times 10^{-5}$ g del sólido con trifluoruro de boro en metanol y se obtuvo $0.16430 \pm 1 \times 10^{-5}$ g de ésteres, los cuales fueron disueltos en 5 ml de heptano. Se obtuvo el cromatograma de gases de esta solución (ver

Figura No. 20 del Apéndice). No se observe algún cambio al inyectar la misma solución un mes después. Ver Tabla No. 6.10.

TABLA No. 6.10

Composición porcentual del polímero
obtenido del aceite de jacaranda,
por cromatografía de gases

Porcentaje de área, (TR)
trazas (1.4 min.)
1.3 % (2.6 min.)
13.2 % (5.6 min.)
0.6 % (6.6 min.)
0.6 % (7.0 min.)
65.9 % (8.2 min.)
7.2 % (9.2 min.)
4.3 % (11.2 min.)
1.4 % (12.0 min.)
1.1 % (13.0 min.)
0.9 % (14.0 min.)
1.4 % (15.0 min.)
2.1 % (17.1 min.)

(ver Figura No. 20 del Apéndice)

NOTA: La abreviatura TR significa tiempo de retención.

El perfil cromatográfico en fase gaseosa del material sólido es totalmente diferente al del aceite (ver Figuras Nos. 5 y 20 del Apéndice).

También se obtuvo el cromatograma líquido de alta resolución de los ésteres metílicos del sólido (ver Metodología y Figura No. 21 de Apéndice). Se obtuvo tres picos en el perfil, cuyos tiempos de retención fueron iguales a los de los ésteres de jacaranda y tung. La relación de áreas relativas de los picos fue más parecida a la de la solución de ésteres de tung y jacaranda (1:1) que a las de las soluciones sin mezclar (ver Figuras Nos. 10 y 21 del Apéndice).

TABLA No. 6.11

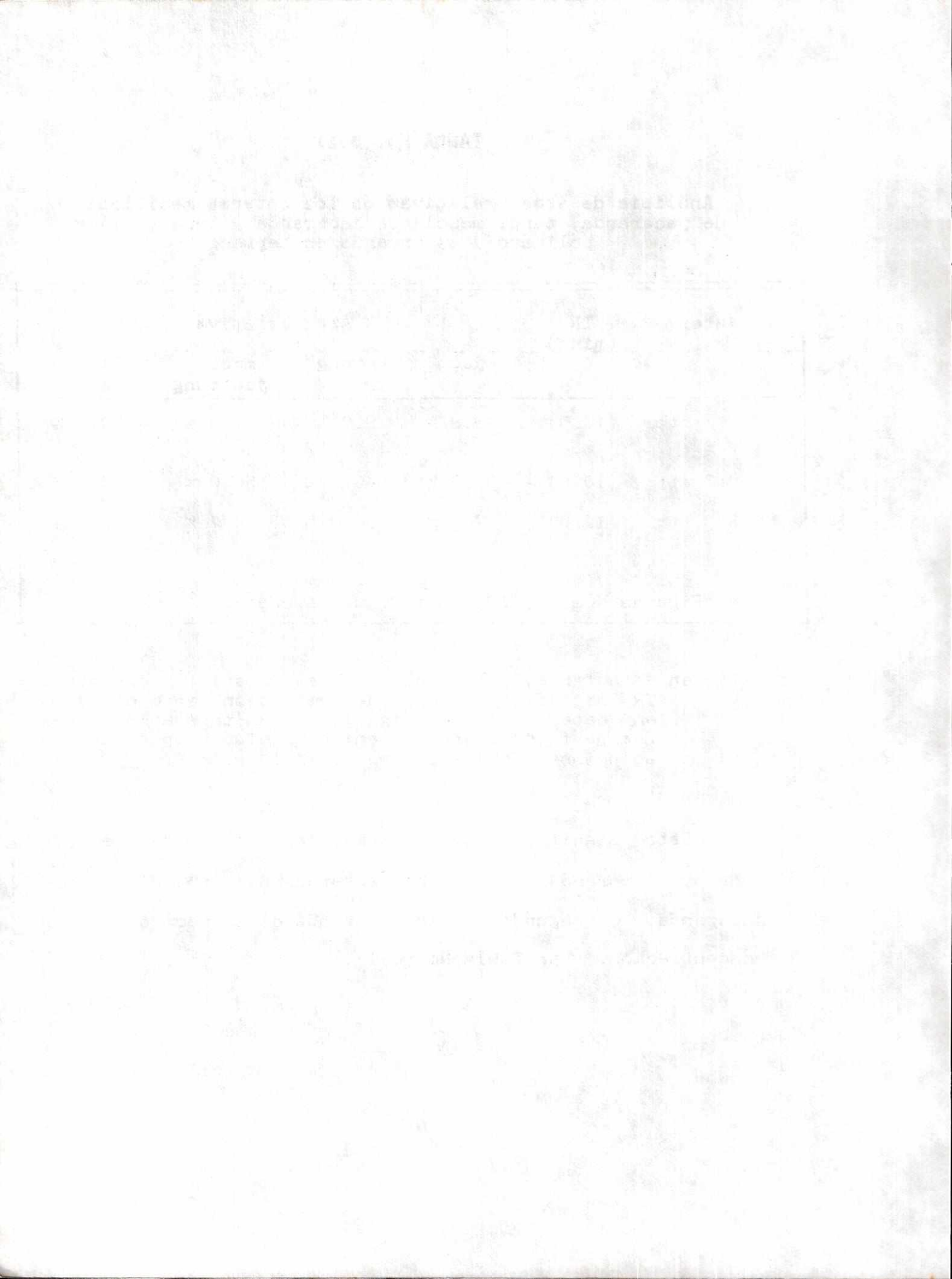
Análisis de áreas relativas de los ésteres metílicos de jacaranda, tung, mezcla de jacaranda y tung (1:1) y polímero de jacaranda en heptano

éster	TR (min.)	% Area relativa			
		jac.	tung	mezcla jac:tung	polímero jac.
C18:3 etc	(10.0)	46.8 %	9.2 %	35.3 %	22.3 %
C18:3 ett	(10.6)	36.0 %	40.8 %	50.0 %	58.7 %
C18:3 ttt	(12.0)	17.2 %	50.0 %	14.7 %	18.9 %

(ver Figuras Nos. 9, 12, 13 y 21 del Apéndice)

NOTA: en esta tabla, A.R significa área relativa porcentual; TR significa tiempo de retención en minutos y, en este caso, es igual en las tres soluciones. Los perfiles fueron obtenidos recién preparadas las soluciones de los ésteres metílicos.

Esto significa, que en la mezcla (1:1) de ésteres de tung y jacaranda, y en los ésteres del sólido de la jacaranda, el segundo pico corresponde al isómero de mayor concentración. Ver Tabla No. 6.11.



VII. DISCUSION

A. Extracción del aceite de la semilla de jacaranda

El porcentaje de aceite en la semilla, observado en los experimentos de extracción es de aproximadamente 32% (p/p). Este rendimiento es similar al de la semilla de algodón y superior al de la semilla de soya; éstas poseen un contenido de aceite de 31.8 % (p/p) y 18.06 % (p/p), respectivamente (Morris, 1989: 184). Aún así, no puede considerarse a la jacaranda como semilla oleaginosa, pues no alcanza la cifra crítica de 40% (p/p). (Leonard, 1990: 228).

El método de soxhlet para extraer el aceite no produjo resultados mejores que el de agitación, el cual consistió en la simple maceración de las semillas en éter de petróleo; no se observarán mejoras, siempre que este proceso se lleve a cabo durante un mínimo de 24-36 horas. A pesar que el método de maceración se lleva a cabo a temperatura ambiente, el proceso no es más conveniente que la extracción con soxhlet, pues el aceite de jacaranda no sufre descomposición a las temperaturas usadas en éste último (aproximadamente 55-60 ° C; esta temperatura corresponde al punto de ebullición del éter de petróleo).

Como es de esperarse, el aceite de jacaranda es soluble en solventes no polares como alcanos, etc. y es insoluble en los polares como alcoholes, agua, etc.

B. Composicion de los acidos grasos del aceite de tung

Los resultados experimentales de los análisis del aceite de tung están de acuerdo con la información en la literatura (Takagi, et al., 1981:553). El índice de refracción, n_D a 24°C , es consistente con la presencia de dobles enlaces conjugados en la estructura de los ácidos grasos. Los espectros ultravioleta e infrarrojo del aceite (Figuras Nos. 3 y 4 del Apéndice) experimentales son iguales a los teóricos (Ahlers, 1953:438 y Smith, 1984:329); estos corroboran la existencia de ácido α -eleostearico con tres dobles enlaces conjugados de configuración 9c-11t-13t. Las áreas relativas corresponden a los acidos grasos mostradas en las Tablas Nos. 7.1 y 7.2 y fueron calculadas con base en los cromatogramas de gas y líquido.

TABLA No: 7.1

Areas relativas de los ésteres metílicos
del aceite de tung

Identificación	columna SP-216-PS	columna OV-1	A.R total
C14:0 ác. mirístico	trazas	-	trazas
C16:0 ác. palmítico	2.8 %	2.4 %	2.6 %
C18:0 ác. esteárico	10.9 %	2.7 %	2.7 %
C18:1 ác. oleico		16.2 %	8.2 %
C18:2 ác. linoleico	15.7 %		
C18:3	trazas	-	trazas
C20:0	trazas	-	trazas
C18:3 conjugados	70.6 %	78.4 %	70.4 %

(Ver Tabla No. 6.4 y Figuras Nos. 7 y 7.A. del Apéndice)

NOTA: En la Tabla No. 7.1, el área relativa total fue calculada en base a las áreas relativas obtenidas con ambas columnas; en algunos casos, se obtuvo un promedio de las áreas relativas de ambas columnas, y en otras se obtuvo la solución de un sistema de ecuaciones de dos variables. Los corchetes indican que para esa columna, el área relativa corresponde a dos ésteres metílicos que no se lograron resolver.

En los cromatogramas de gases (ver Figuras Nos. 7 y 7.A del Apéndice) se puede observar dos señales correspondientes a compuestos con tres dobles enlaces

conjugados. La señal con tiempo de retención intermedio (21.94 min en la Figura No. 7.A) debe corresponder al β -eleosteárico producido a partir del isómero (18.88 min en la Figura No. 7.A). (Takagi *et al.*, 1981). Esta conversión se debe, probablemente, al largo tiempo de almacenamiento de la muestra del aceite de tung.

TABLA No. 7.2

Comparación de las áreas relativas de los ésteres metílicos con tres dobles enlaces conjugados, del aceite de tung en cromatografía de gases y líquida de alta resolución

Ester	Crom. Gases		HPLC
	columna SP-216-PS	columna OV-1	columna C-18
C18:3 etc	{ 80.6 %	trazas	2.1 %
C18:3 ett		68.5 %	88.2 %
C18:3 ttt	19.4 %	30.8 %	9.7 %

(Ver Tablas Nos. 6.4, 6.6 y Figuras Nos. 7, 7.A. y 12 del Apéndice)

NOTA: El corchete indica que para esa columna, el área relativa corresponde a dos ésteres metílicos que no se lograron resolver.

C. Composición de los ácidos grasos del aceite de jacaranda

El índice de refracción del aceite, n_D a 24° C. es 1.5110. Este valor, relativamente alto para un aceite

vegetal, es evidencia de grupos funcionales en las cadenas hidrocarbonadas de los ácidos grasos componentes (Chisholm *et al.*, 1962: 178).

La naturaleza de estos grupos funcionales es revelada por el espectro ultravioleta del aceite de jacaranda, el cual es muy similar al de tung (ver Figuras Nos. 1 y 2 del Apéndice). La absorción UV en este último se debe a la presencia del ácido Δ -eleostearico, cuya característica estructural es la presencia de tres dobles enlaces conjugados. Como puede apreciarse en la Tabla No. 6.2, los máximos de absorción del aceite de jacaranda están desplazados ligeramente a una mayor longitud de onda en relación al aceite de tung. Al comparar ambos espectros, cabe suponer que la absorción ultravioleta del aceite de jacaranda se debe a la presencia de ácidos grasos componentes con tres dobles enlaces conjugados.

Los espectros infrarrojo de los aceites de tung y jacaranda también son similares (ver Figuras Nos. 3 y 4 del Apéndice). Sin embargo, las bandas de absorción debidas a los tres dobles enlaces conjugados son diferentes. En el aceite de jacaranda, la banda a 960 cm^{-1} es menos intensa que la del aceite de tung. Además, aparece una banda a los 920 cm^{-1} que corresponde a la presencia de dobles enlaces en configuración *cis* (Ahlers *et al.*, 1953: 439). En el aceite de tung, esta banda se halla a los 940 cm^{-1} . Estas características de los espectros ultravioleta e infrarrojo

se deben a la presencia del ácido jacarico reportado por Chisholm y Hopkins (1962:3138) en el aceite de jacaranda. En la Tabla No. 7.3, se puede observar la asignación de bandas del espectro infrarrojo.

TABLA No. 7.3

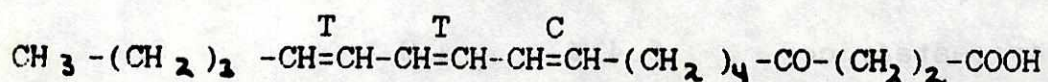
Asignación de las bandas de absorción de los espectros
infrarrojo de los aceites de jacaranda y tung
(Ahlers et al, 1953: 439)

Bandas de Absorción (Número de onda)	Explicación
2950, 2850, 2800 cm^{-1} (jac. y tung)	bandas debidas a combinación de vibración de C-H de los grupos metilo y metileno y vibración O-H del grupo carboxílico.
1715 cm^{-1} (jac. y tung)	banda debida a la vibración del doble enlace C=O del grupo éster.
1680 cm^{-1} (jacaranda)	vibración del grupo carbonilo cetónico
1440 cm^{-1} (jac. y tung)	vibración de deformación de los grupos metilo y metileno.
1380 cm^{-1} (jac. y tung)	vibración del enlace simple C-O del grupo éster
1140 cm^{-1} (jac. y tung)	vibración de deformación del C-O del grupo éster.
960 cm^{-1} (jac. y tung)	vibración del doble enlace trans.
940 cm^{-1} (tung)	vibración del doble enlace cis.
920 cm^{-1} (jac.)	vibración del doble enlace cis.
860, 840, 750, 720 cm^{-1} (jac y tung)	vibraciones de absorción de los H de los grupos metilo, metileno, etc.

(Ver Figuras Nos. 3 y 4 del Apéndice)

El espectro IR del aceite de jacaranda presenta, además, una característica no mencionada anteriormente en la literatura. El hombro en la banda correspondiente al grupo éster, a 1680 cm^{-1} , probablemente se deba a un grupo carbonilo cetónico. Para confirmar esta conjetura, se efectuaron ensayos con 2,4-dinitrofenilhidrazina. La adición de este reactivo a una mezcla de ácidos grasos del aceite de jacaranda provocó la formación de un precipitado. El precipitado, de color naranja fuerte, es resultado de la formación de una 2,4-dinitrofenilhidrazona. Esta reacción es característica de triglicéridos que poseen un grupo carbonilo cetónico. La hidrazona resultante se descompone en un medio ácido (Litchfield, 1972). La formación del precipitado confirma la presencia de un ácido graso con un grupo carbonilo en la cadena alifática. Luego de aislar este precipitado, se recuperó el ácido original mediante una hidrólisis ácida (las reacciones generales de este proceso se hallan en la página 24). Las Figuras Nos. 18 y 19 del Apéndice corresponden al espectro ultravioleta y al cromatograma de fase líquida de este componente. El espectro ultravioleta es similar al del aceite de jacaranda. Esta similitud permite inferir que el grupo carbonilo no está conjugado con los tres dobles enlaces (si así fuera, el espectro ultravioleta del componente sería totalmente diferente al del aceite de jacaranda). Además, el color amarillo fuerte del precipitado también indica que el grupo

carbonilo cetónico no está conjugado a un doble enlace (Fessenden, 1983). El único ácido graso natural conocido, que posee un grupo funcional carbonilo en la cadena alifática (además de tres dobles enlaces conjugados) es el ácido licánico. Tentativamente, se asigna la estructura del ácido licánico, ácido 4-ceto-9-cis-11-trans-13-trans-octadecatrienónico, al componente aislado en el aceite de jacaranda:



La composición de ácidos grasos del aceite de jacaranda puede deducirse de los ensayos de cromatografía de gas y líquida. El perfil cromatográfico obtenido con la columna para fase gaseosa DEGS (ver Figura No. 6 del Apéndice) resuelve todos los ésteres metílicos de los ácidos grasos componentes del aceite de jacaranda, menos la pareja de ésteres correspondientes a los ácidos jacárico/licánico. La columna para fase gaseosa SP-216-PS no es capaz de separar las parejas estearico/oleico y jacárico/licánico, pero es ligeramente mejor en la separación de los ésteres metílicos de los ácidos grasos conjugados. Ver Tabla No 7.4.

En la Figura No. 6 del Apéndice se puede observar la presencia de tres componentes con tres dobles enlaces conjugados. Dos de ellos no están completamente resueltos (20.37 min) y el tercero, en cantidades muy pequeñas,

aparece a tiempos de retención superior (21.94 min).

TABLA No. 7.4

Area relativa de los ésteres metílicos del aceite de jacaranda según cromatografía de fase gaseosa

éster	columna SP-216-PS	columna DEGS al 12%	Area total calculada
C14:0 ác. mirístico	trazas	-	trazas
C16:0 ác. palmítico	3.3 %	3.4 %	3.3 %
C18:0 ác. esteárico	5.4 %	4.9 %	5.2 %
C18:1 ác. oleico	10.9 %	10.9 %	10.9 %
C18:2 ác. linoleico	41.3 %	41.5 %	41.4 %
C18:3	trazas	1.3 %	1.3 %
C20:0	trazas	trazas	trazas
C18:3 conjugados	35.0 %	38.0 %	36.5 %

(Ver Tabla No. 6.4 y Figuras Nos. 5 y 6 del Apéndice)

NOTA: En la Tabla No. 7.4, el área relativa total fue calculada en base a las áreas relativas obtenidas con ambas columnas; en algunos casos, se obtuvo un promedio de las áreas relativas de ambas columnas, y en otras se obtuvo la solución de un sistema de ecuaciones de dos variables.

El ensayo de cromatografía líquida de alta resolución es el más adecuado para la separación de los ésteres metílicos de los ácidos grasos con tres dobles enlaces

conjugados. En este último, sólo se analizaron los ésteres metílicos, preparados poco antes de inyectarlos en el cromatografo líquido de alta resolución. Esto se debió a que en las referencias encontradas en la literatura (Takagi *et al*, 1981: 548), sólo analizaban los ésteres metílicos y no los ácidos grasos.

En la Figura No. 9 del Apéndice puede apreciarse que los tres componentes están resueltos casi completamente. Ver tabla No. 7.5.

TABLA No. 7.5

Comparación de las áreas relativas de los ésteres metílicos con tres dobles enlaces conjugados del aceite de jacaranda en cromatografía de fases líquida y gaseosa.

Éster	Crom. Gases		HPLC
	columna SP-216-PS	columna DEGS	columna C-18
C18:3 etc	{ 98.6 %	{ 97.1 %	78.8 %
C18:3 ctt			16.0 %
C18:3 ttt	1.4 %	2.9 %	5.6 %

(Ver Tablas Nos. 6.4, 6.5, 7.4, 7.5 y Figuras Nos. 5, 6 y 9)

NOTA: El área relativa de los ésteres metílicos con tres dobles enlaces conjugados fue obtenida de la Figura No. 9 del Apéndice. Los corchetes indican que para esa columna, el área relativa corresponde a dos ésteres metílicos que no se lograron resolver.

Es significativo el hecho que ambos metodos cromatográficos producen los resultados parecidos (en los dos casos se distinguen tres componentes en proporciones parecidas. Cabe suponer que las altas temperaturas del ensayo de cromatografía de gases no produce cambios en la configuración de los tres dobles enlaces conjugados.

D. Asignación tentativa de estructuras a las señales de ácidos grasos con tres dobles enlaces conjugados en el aceite de jacaranda

El perfil del ensayo de cromatografía líquida de alta resolución de los ésteres metílicos de los ácidos grasos del aceite de jacaranda muestra tres señales (ver la Figura No. 9 del Apéndice). La mezcla de aceites de jacaranda y tung (solución 1:1) produce también tres señales con los mismos tiempos de retención (ver Figura No. 13 del Apéndice). La señal principal (tiempo de retención 10.0 min) en el perfil de los ésteres metílicos de los ácidos grasos del aceite de jacaranda corresponde, sin lugar a dudas, al ácido jacárico. Este ácido fue aislado mediante recristalizaciones a bajas temperaturas y su tiempo de retención coincide con el del pico principal del perfil de cromatografía de fase líquida del aceite de jacaranda (ver Figuras Nos. 9 y 14 del Apéndice). El componente minoritario coincide con el tiempo de retención y es análogo al ácido β -

eleostearico de configuracion 9t-11t-13t (tiempo de retención 12.0 min), pero los tres dobles enlaces trans se hallan en las posiciones 8, 10 y 12. Takagi ha observado que este isómero con todos los dobles enlaces en configuración trans tiene el tiempo de retención más alto (1981: 547). En el experimento realizado por Takagi, para el análisis de los ésteres metílicos, se utilizó las mismas condiciones que en el presente trabajo (i.e. acetonitrilo-agua (80 %-20 %) como fase móvil y una columna C-18). La presencia de este componente en el aceite de jacaranda es aceptable, puesto que es el isómero, termodinámicamente, más estable. Las estructuras de las señales de los ésteres metílicos del aceite de tung en cromatografía de fase líquida fueron asignadas de acuerdo a la información encontrada en la literatura (Takagi, 1981:547).

Por último, el pico central del perfil de cromatografía de fase líquida es probable que corresponda al ácido licánico. No es de esperar que la columna y las condiciones utilizadas durante el ensayo sean capaces de separar la pareja licánico/ α -eleosteárico. Este hecho es explicable si se considera que ambos miembros tienen la misma configuración de sus enlaces conjugados, 9c-11t-13t; la única diferencia estructural es un átomo de oxígeno en el carbono 4. El reemplazo de dos átomos de hidrógeno por uno de oxígeno no altera sensiblemente la polaridad de la molécula y es por ello que la columna utilizada no puede

resolver esta pareja de ácidos al analizar una solución 1:1 de ésteres metílicos de jacaranda y tung.

E. Estudio de la composición de esteroides del aceite de jacaranda

El perfil de cromatografía de gases de los esteroides se halla en la Figura No.8 del Apéndice.

La identificación de las señales se hizo con base en patrones de colesterol, campesterol, stigmasterol y β -sitosterol. Se asignó la estructura del brasicasterol a la señal con tiempo de retención 13.09 min con base en su tiempo de retención relativo de 1.3 min. Este valor coincide con los datos de literatura reportados para el brasicasterol (Copius-Peereboom, 1965: 325).

TABLA No. 7.6

Esteroides presentes en el aceite de jacaranda	
Esterol	Area relativa (Tr)
colesterol	10.47% (10.08 min)
brasicasterol	6.05% (13.09 min)
campesterol	5.06% (16.39 min)
stigmasterol	5.22% (17.40 min)
β -sitosterol	73.20% (19.85 min)

(Ver Figura No. 8 del Apéndice)

NOTA: La abreviatura TR significa tiempo de retención.

Las señales con tiempo de retención inferior a la del colesterol son impurezas, debidas probablemente a alcoholes o hidrocarburos presentes en la fracción insaponificable del aceite de jacaranda.

F. Polimero del aceite de jacaranda

Al agregar una solución de cobalto al aceite de jacaranda, se observa la inmediata formación de un sólido blanco; lo contrario sucede al agregar hidroquinona. Se sabe que existen ciertos compuestos, conocidos como catalizadores de Ziegler-Natta, que se usan principalmente en la aceleración de la formación de polímeros derivados de olefinas y dienos (Boor, 1983). La solución de organo-cobalto es un catalizador de Ziegler -Natta (el mecanismo por medio del cual se lleva a cabo la aceleración no es conocido).

Además, se ha presentado evidencia que la hidroquinona inhibe la formación de polímeros al competir por los radicales libres formados por el iniciador (Flory, 1985); las posibles reacciones de inhibición se hallan en la página 16.

Todo esto parece indicar que el sólido obtenido a partir del aceite de jacaranda es un polimero, el cual se forma a través de un mecanismo de radicales libres.

Al someter el aceite a calor, adición de agua,

microondas y ultravioleta, el solido se forme mas rapido con la luz UV (254 nm); no se sabe cual es el mecanismo de reaccion, aunque es posible que la reaccion de radicales libres es iniciada por la luz ultravioleta (i.e, ésta rompe la molécula de oxígeno en dos radicales libres). (Fessenden, et al., 1983).

VIII. CONCLUSIONES

- La semilla de jacaranda tiene un contenido de aceite de 32 % (p/p) y, puede compararse favorablemente a otras semillas como la de soya y algodón. Aún así, no puede considerarse como una semilla oleaginosa.
- El aceite de tung tiene un índice de refracción de 1.5127 a 24 ° C. El valor alto de n_D indica la presencia de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados en el aceite de tung (Takagi et al., 1981:1953).
- El aceite de jacaranda tiene un índice de refracción de 1.5110 a 24 ° C; al igual que en el aceite de tung, este valor relativamente alto (Chisholm et al., 1962:3137) para un aceite extraído de una planta, parece indicar la presencia de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados.
- El espectro ultravioleta del aceite de tung concuerda con el encontrado en la literatura, e indica la presencia de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados. El espectro confirma la existencia de los ácidos α - y β -eleosteáricos (Smith, 1984:329).
- La absorción ultravioleta del aceite de jacaranda es característica de la presencia de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados.

- El espectro infrarrojo del aceite de tung muestra bandas de absorción indicativas de la presencia de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados en configuración cis y trans. Esta absorción se debe al ácido α -eleosteárico (ácido 9c-11t-13t-octadecatrienóico).
- El espectro infrarrojo del aceite de jacaranda muestra bandas de absorción indicativas de la presencia de ácidos grasos con dobles enlaces conjugados en posición cis y trans. Pero al contrario del aceite de tung, el espectro del aceite de jacaranda parece indicar que hay más dobles enlaces cis que trans.
- Además, el espectro infrarrojo del aceite de jacaranda presenta una banda de absorción a 1680 cm^{-1} que indica la presencia de un grupo funcional carbonilo cetónico.
- De acuerdo a los perfiles de cromatografía en fase gaseosa y líquida, y lo encontrado en la literatura (Takagi et al., 1981:553), el aceite de tung está constituido por los siguientes ácidos grasos: mirístico, palmítico, esteárico, oleico, linoleico, α - y β -eleosteárico.
- De acuerdo al perfil de cromatografía de gases (ver Figuras Nos. 5 y 6 del Apéndice), el aceite de jacaranda tiene en su composición, aproximadamente 30 % de ácidos grasos con tres dobles enlaces conjugados. El análisis de cromatografía líquida de alta resolución

muestra tres componentes de esta clase. El componente mayoritario es el ácido jacárico (ácido 8c-10t-12c octadecatrienónico. Al componente intermedio se asignó tentativamente la estructura del ácido licánico, poseedor de un grupo carbonilo cetónico (ácido 4ceto-9c-11t-13t octadecatrienónico). El tercer componente es, probablemente un ácido graso análogo al β -eleosteárico (i.e posee tres dobles enlaces en posición trans).

-Además de los ácidos grasos mencionados anteriormente, el aceite de jacaranda tiene, de acuerdo al perfil de cromatografía de gases, los siguientes ácidos grasos: palmitico, estearico, oleico y linoleico.

-EL ácido jacárico, aislado y purificado, tiene un rango de punto de fusión de 37.0-38.0 °C. Su máximo de absorbancia ultravioleta es de 271.0 nm. Esto coincide con lo reportado en la literatura (Chisholm et al, 1962:3138).

-El ácido al cual se le asignó tentativamente la estructura del ácido licánico tiene un rango de punto de fusión de 39.5-41.9 °C y un máximo de absorbancia ultravioleta de 272.2 nm.

-Los esteroides presentes en el aceite de jacaranda son los siguientes: colesterol, brasicasterol, campesterol, stigmasterol y β -sitosterol.

-Al exponer el aceite de jacaranda a condiciones ambientales por un intervalo de varios días, este se

convierte en un polímero.

-Al exponer el aceite de jacaranda a radiación ultravioleta (254 nm) se acelera el proceso de polimerización. Es probable que éste pueda ser explicado por un mecanismo de radicales libres, en el cual la luz UV es el iniciador de la reacción.

-El rango de punto de fusión del polímero del aceite de jacaranda es de 156.3-158.4 °C.

IX. RECOMENDACIONES

- Se recomienda estudiar el ácido graso, con el grupo carbonilo cetónico, para verificar si es el ácido licánico o un isómero posicional del mismo.
- Sería conveniente obtener espectros de resonancia magnética nuclear de H de los ácidos jacárico y licánico para confirmar las asignaciones estructurales que se hizo a estos compuestos. En este trabajo no se logró obtener estos espectros, pues no se tuvo acceso a este instrumento.
- También es necesario estudiar los mecanismos que llevan a la formación del polímero que se forma a partir del aceite de jacaranda.
- A pesar que la semilla de jacaranda no es oleaginosa, su contenido de aceite y sus peculiares propiedades ameritan estudiar posibles aplicaciones en la formulación de barnices y pinturas. Previamente, deberían estudiarse las características que determinan si un aceite es un buen secante (i.e. elasticidad y dureza del film, color, resistencia a ácidos y álcalis, etc.)

X. BIBLIOGRAFIA

- Ahlers, N., Brett R. y N. M. Taggart. "An infrared study of the cis and trans isomers of some C18 fatty acids". Journal of Applied Chemistry. (U.S.A.); 1953 **22**: 433-442.
- Association of Official Analytical Chemists, Washington D.C. 1984 Official methods of analysis of the AOAC, 14th ed. Washington D.C., pp. 500-501.
- Batzer, H. Introduction to Macromolecular Chemistry. 2nd. Ed., U.S.A, John Wiley and Sons. 1986 pp. 1983
- Boor, J. Ziegler-Natta Catalysts and Polimerizations. U.S.A, Academic Press Inc. 779 pp. 1983
- Carrick, L. "Vegetable Oil Paints". Journal of American Oil Chemists' Society (U.S.A.); 1950 **37**: 513-522.
- Chisholm, M. y C. Hopkins. "Isolation and structure of a new conjugated triene fatty acid". Journal of Organic Chemistry (U.S.A.), 1962 **27**: 3137-3141.
- , "A survey of the conjugated fatty acids of seed oils". Journal of American Oil Chemists' Society (U.S.A), 1962b **45**: 176-182.
- , "Theories of biosynthesis of fatty acids". Journal of American Oil Chemists' Society (U.S.A), 1985 **35**: 271-274.
- Cohen, I. Polymer Chemistry. Oxford (England), Pergamon Press. 354 pp. 1985
- Copius-Peereboom. Gas Chromatography of Phytosterol Mixtures. Part 1. new york (USA), University Press. 325 pp. 1965

Deuel, G. "Chemistry of fatty acids". Lipids (U.S.A.); **10**:
1951 62-90.

Earle, F., C. A. Glass, G. C. Geisinger, I. A. Wolff y Q.
1960 Jones. "Search for new industrial oils". Journal
of American Oil Chemists' Society (U.S.A.); **37**:
176-182.

-----, Q. Jones, R. W. Miller e I. A. Wolff. "Search
1964 for new industrial oils. Cuphea, a versatile
source of fatty acids". Journal of American Oil
Chemists' Society (U.S.A.); **41**: 279-283.

Ettinger, C., A. Malanowski y H. Kirshenbaum. "Sterols:
1980 detection and estimation by gas chromatography".
Journal of American Oil Chemists' Society.
(U.S.A.); **45**: 210-214.

Fessenden, R. y J. Fessenden. Química Orgánica. 2a. ed.
1983 México, Grupo Editorial Iberoamérica. 1078 pp.

Flory, P. Principles of Polymer Chemistry. 4th. Ed., Great
1985 Britain, Cornell University Press. 672 pp.

—>Hilditch, T. y P. N. Williams. The chemical constitution of
1964 natural fats. Fourth Ed., Edited by John Wiley,
New York (U.S.A.), University press. 549 pp.

Krewson, C. y W. Scott. Euphorbia lagascae Spreng., an
1966 abundant source of epoxyoleic acid; seed
extraction and oil composition". Journal of
American Oil Chemists' Society (U.S.A.); **43**: 171-
176.

Leonard, E. "Production and use of fatty acids". Journal
1979 of American Oil Chemists' Society (U.S.A.); **24**:
12-14.

-----, "Production of fats". Journal of Lipid Research
1990 (U.S.A.); **5**: 228-233.

Litchfield, E. y R. Carter. Analysis of triglycerides. New
1972 York (U.S.A.), Academic Press. 355 pp.

- Littlewood, A. Gas chromatography principles, Techniques and Applications. Second Edition. New York (U.S.A.), Academic Press Inc. 276 pp. 1972
- Lowry, R. e I. Tinsley. "Separation of fatty acid methyl esters on the basis of the number of double bonds using alumina plates". Journal of American Oil Chemists' Society (U.S.A.); 60: 792-794. 1983
- Mangold, H. y D. Malins. "Fractionation of fats, oils and waxes on thin layers of silicic acid". Journal of American Oil Chemists' Society (U.S.A.); 37: 383-384. 1974
- Marpley, M. "Spectral properties of fatty acids". Lipids (U.S.A.); 11: 379-410. 1970
- Metcalf, L., A. A. Schmitz y J. R. Pelka. "Natural triglycerides". Analytical Chemistry (U.S.A); 38:515-529. 1966
- Mielke, S. "World supply and demand situation for oilseeds, oils and meals" . Journal of American Oil Chemists' society, (U.S.A.); 53:224-231. 1976
- Mordret, F. y J. Wolff. "Report on fats, oils and waxes. Journal of Analytical Chemistry (U.S.A); 49:71-73. 1977
- Morris, L. "Fats and oil news". Journal of American Oil Chemists' Society (U.S.A.); 66: 182-188. 1989
- ; Holman, R. y K. Fontell. "Alteration of some long-chain esters during gas-liquid chromatography". Journal of Lipid Research (U.S.A.); 1: 412-420. 1960
- Smith, C. Progress in the Chemistry of Fats and Other Lipids. Edited by R. T. Holman. Oxford (England), Pergamon Press, (Vol. II, Part 1). 362pp. 1980
- , "An ultraviolet Study of the isomers of some fatty acids". Journal of American Oil Chemists' Society (U.S.A); 52:325-330. 1984

Stahl, E. Thin layer chromatography. 2nd. Ed. Berlin
1966 (Germany), Springer Verlag. 266 pp.

Takagi, T. e Y. Itabashi. "Ocurrence of geometrical isomers
1981 of conjugated octadecatrienoic acids in some seed
oils: analysis by open tubular liquid
chromatography and high performance liquid
chromatography". Lipids (U.S.A.); **16**: 546-561.

Touchstone, J. y M. Dobbins. Practice of Thin Layer
1983 Chromatography. 2nd. Ed., Canada, John Wiley
and Sons. 405 pp.

Willard, H., Merritt, L. y J. Dean. Métodos instrumentales
1984 de análisis. México, Editorial Continental, 907 pp.

Wolf, R., S. A. Graham y R. Kleiman. "Fatty acid composition
1983 of Cuphea seed oils". Journal of American Oil
Chemists' Society (U.S.A.); **60**: 103-105.

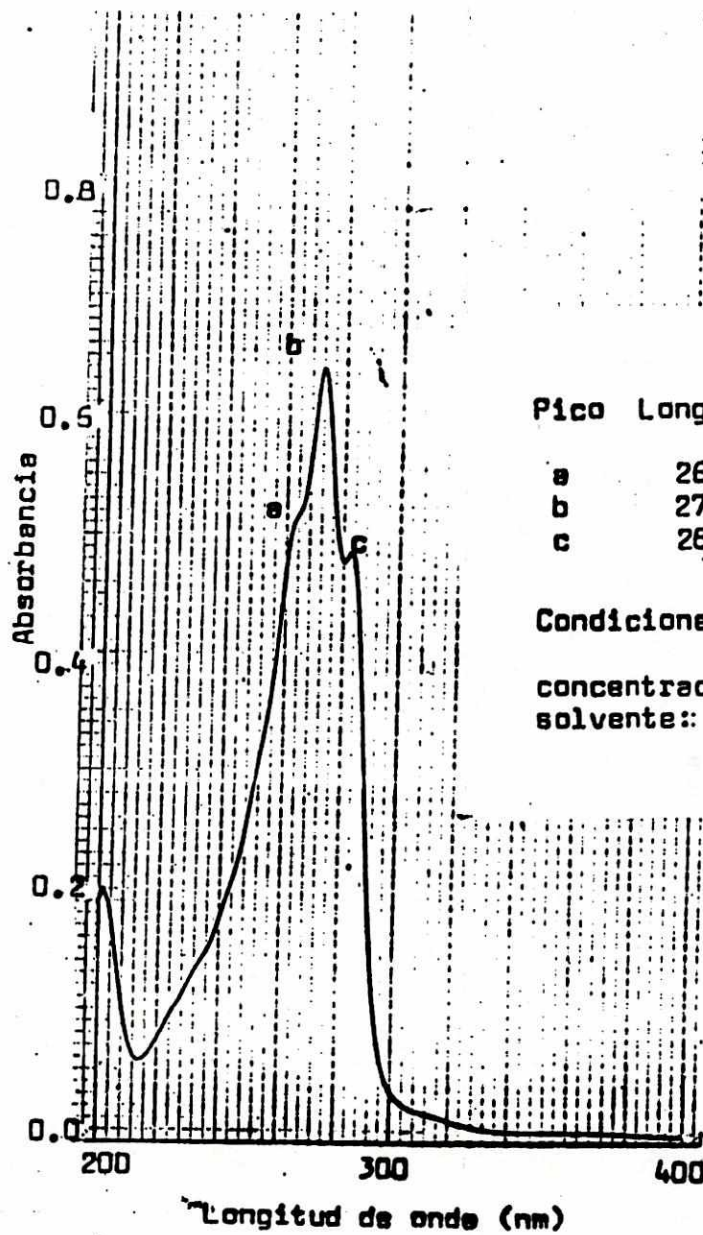
Wolff, A. "Seed lipids". Science (U.S.A.); **154**: 1140-1149.
1966

APENDICE

ESPECTROS INFRARROJO Y ULTRAVIOLETA.
CROMATOGRAFAS DE FASE GASEOSA Y LIQUIDA
(Figuras Nos. 1 a 21)

Figura No. 1

Espectro UV del aceite de jacaranda en hexano



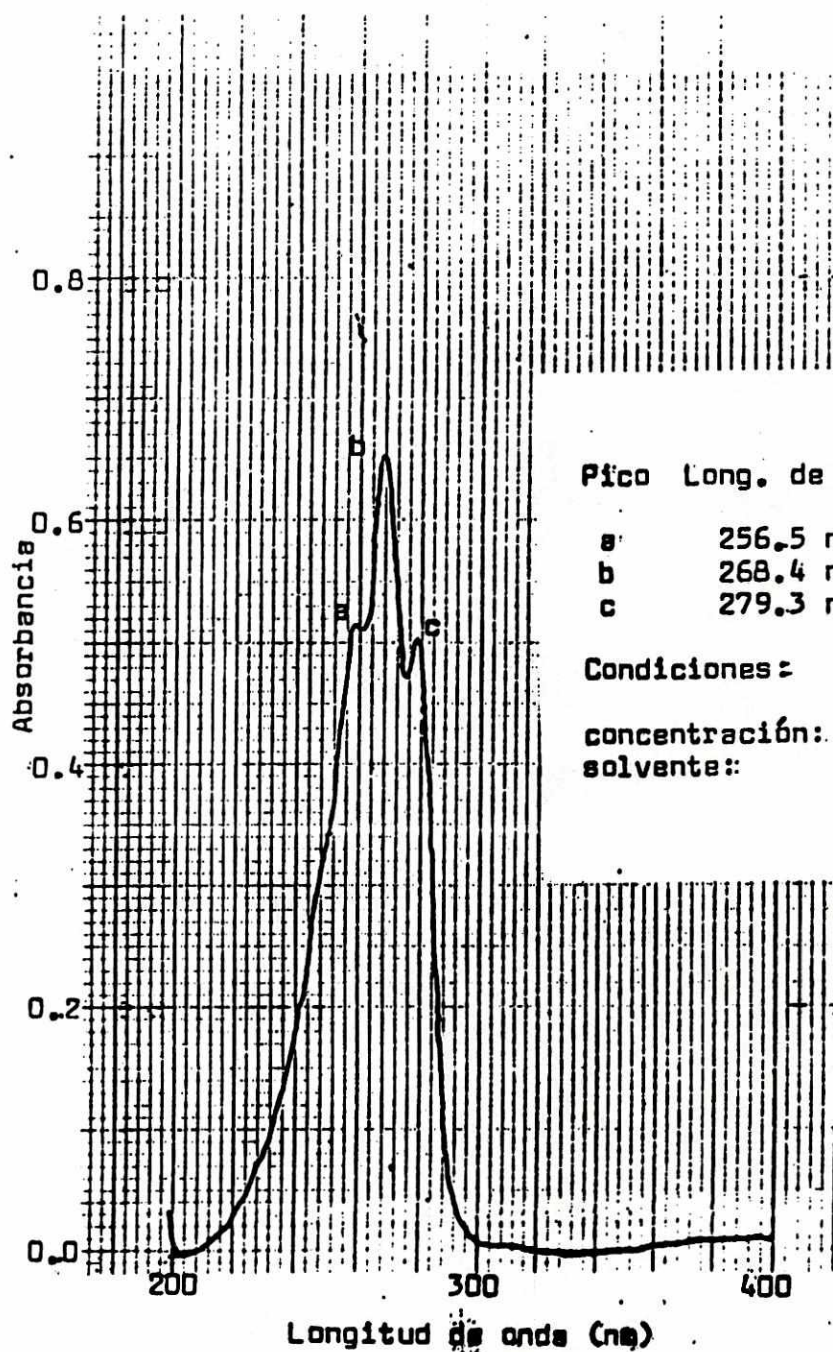
Pico	Long. de onda	Absorbancia
a	262.8 nm	0.515 A
b	272.0 nm	0.640 A
c	283.2 nm	0.487 A

Condiciones:

concentración:: 0.618 mg/100 ml
solvente:: hexano

Figura No. 2

Espectro UV del aceite de tung en hexano



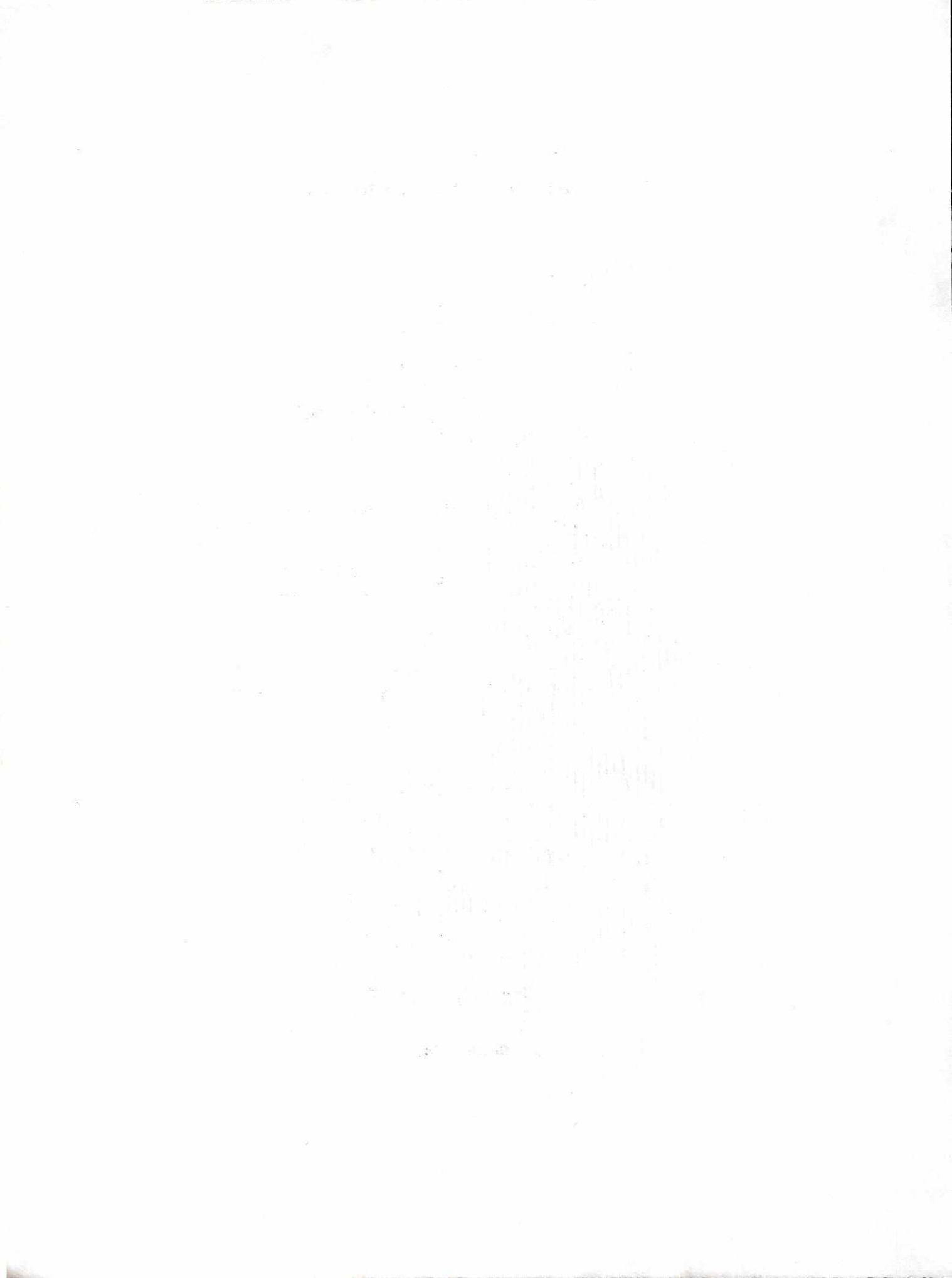


Figura No. 3

Espectro IR del aceite de jacaranda puro

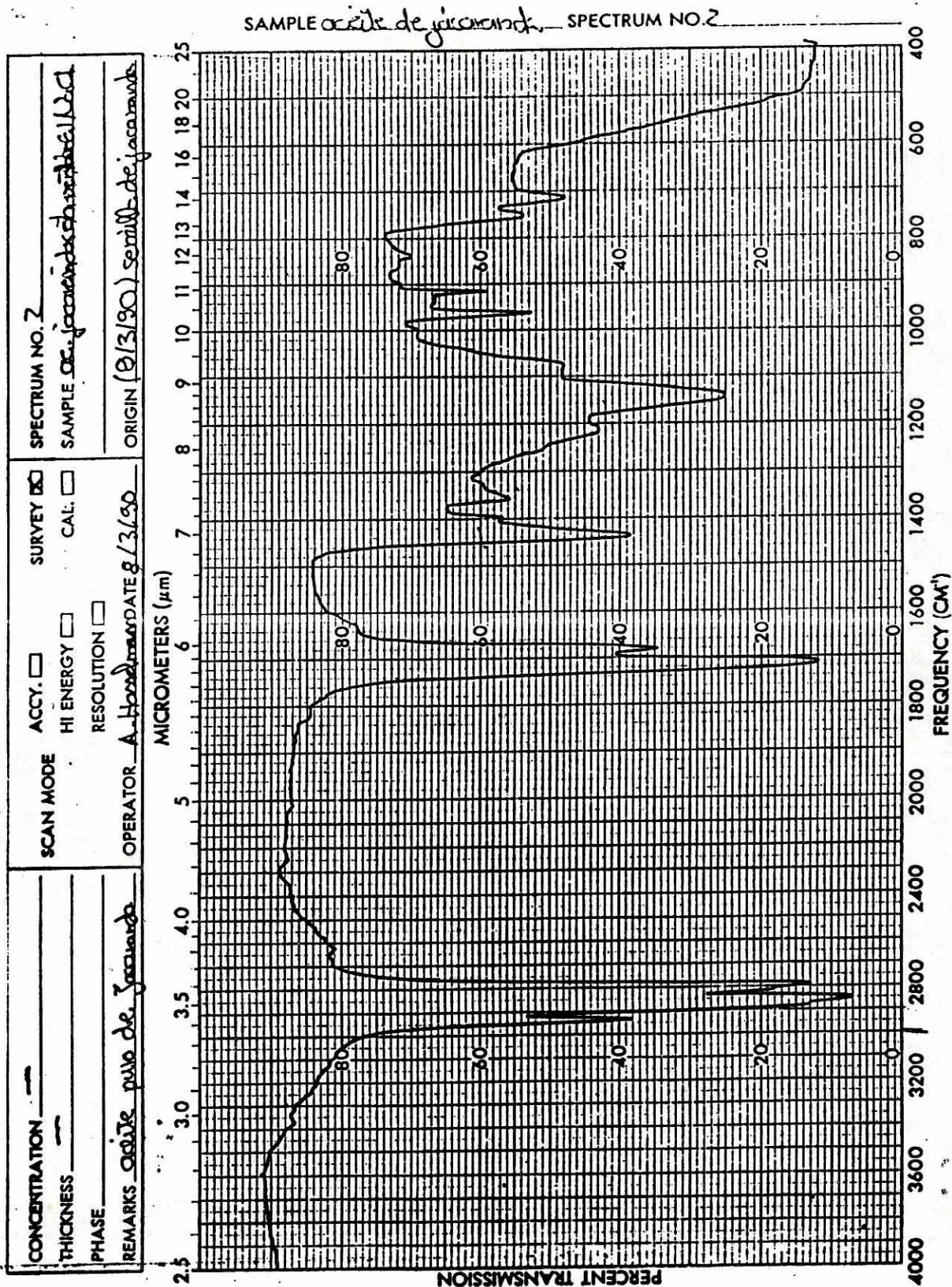


Figura No. 4

Espectro IR del aceite de tung puro

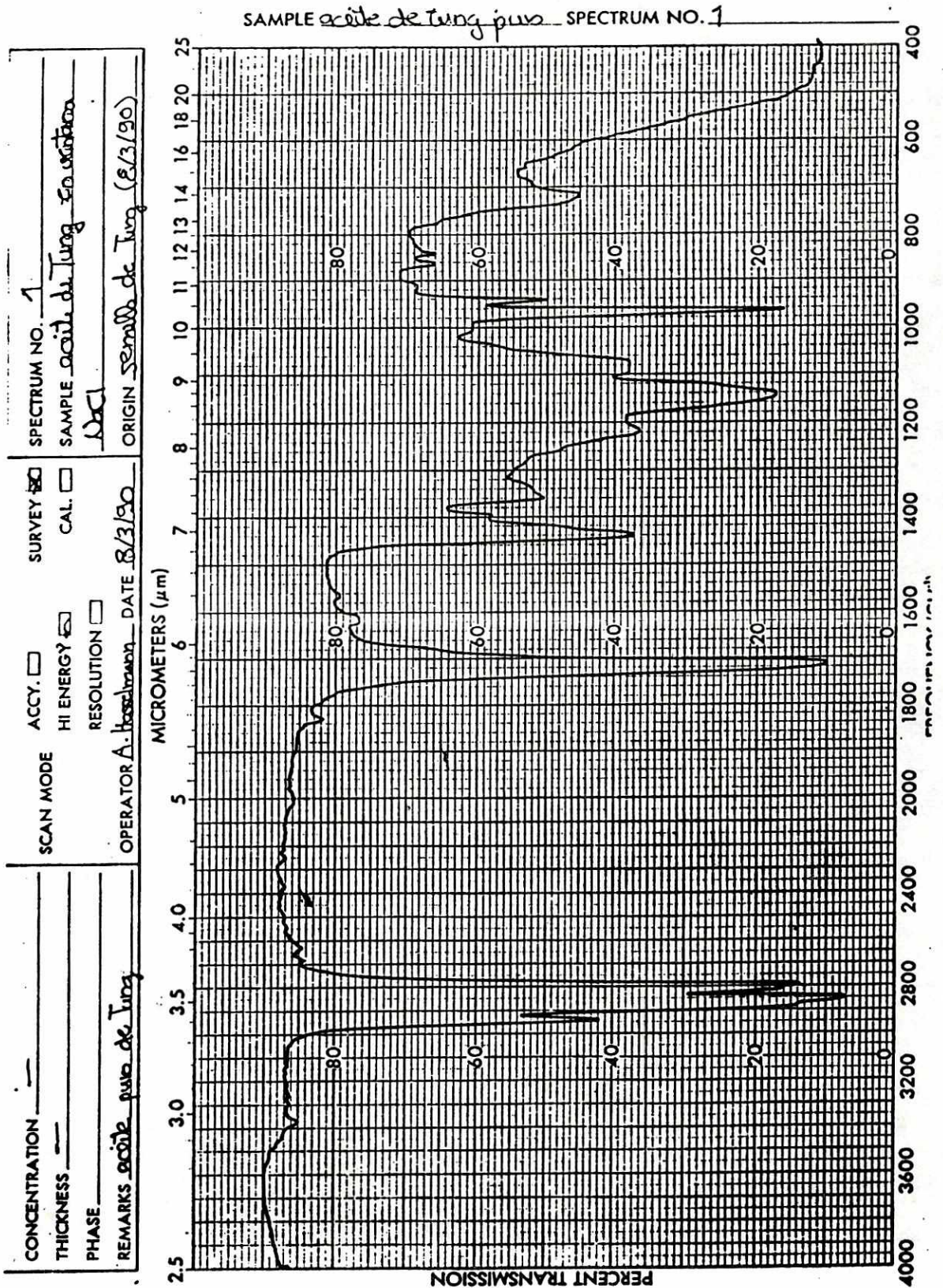
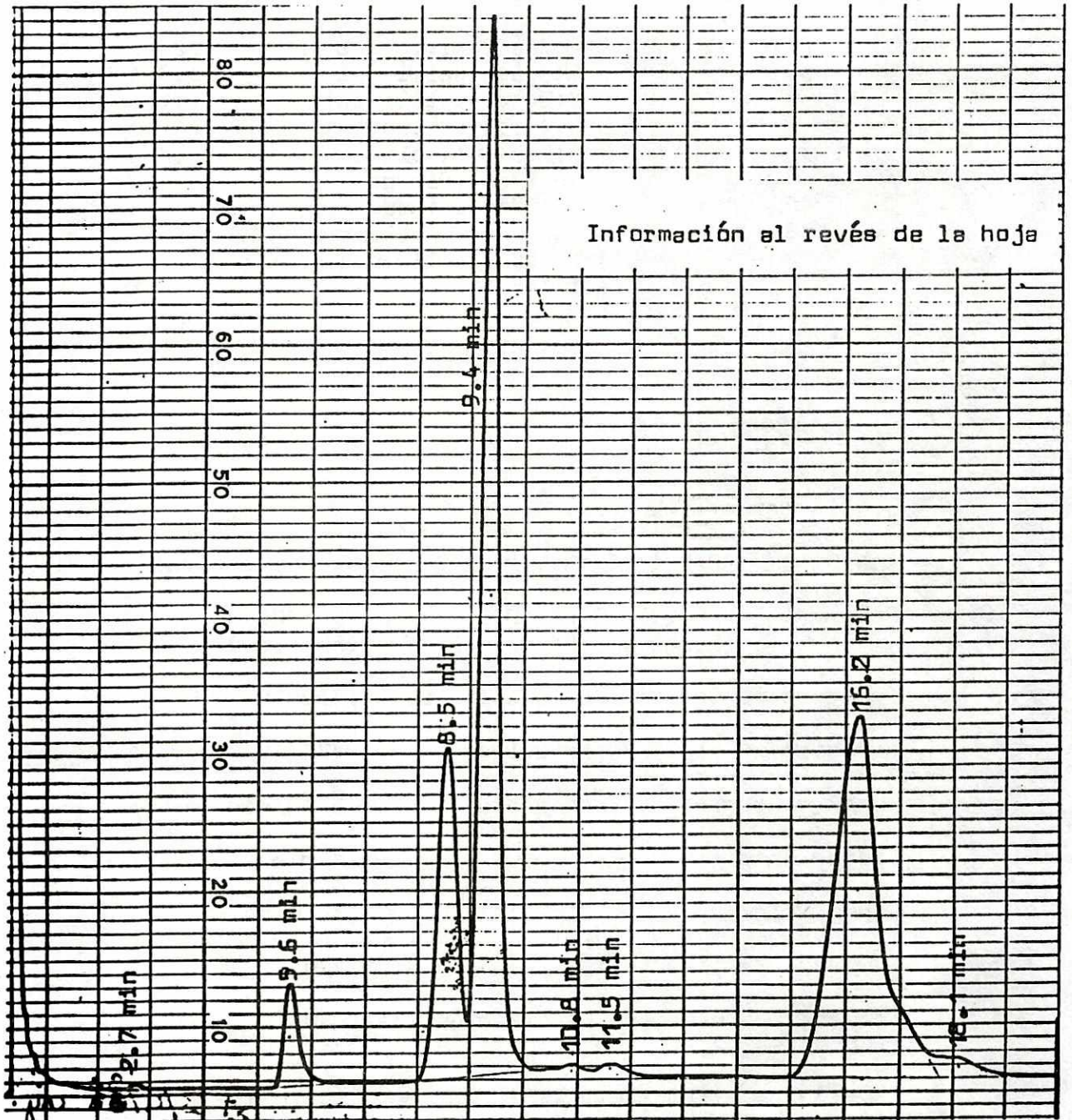


Figura No. 5

Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos
de jacaranda en columna SP-216-PS al 10 %



Tr	Identificación	% de Area
2.7 min	C14:0 ác. mirístico	trazas
5.6 min	C16:0 ác. palmítico	3.3 %
8.5 min	C18:0 ác. esteárico	5.4 %
	C18:1 ác. oleico	
9.4 min	C18:2 ác. linoleico	41.3 %
10.8 min	no identificado	trazas
11.6 min	no identificado	trazas
16.2 min	C18:3 ctc ác. jacárico	32.3 %
	C18:3 ctt ác. licánico	
18.1 min	C18:3 ttt -----	2.7 %

Condiciones:

Aparato: Perkin Elmer, Mod. Sigma 28, (U. del Valle)

Columna: SP-216-PS al 10 %, "mesh" 80/100, 6 pies de largo y 1/8" de diámetro (Supelco)

Temperatura inicial de la columna: 130 °C

Temperatura final de la columna: 170 °C

Razón de aumento de temperatura: 5 °C/min

Tiempo inicial: 1 min

Tiempo final: 35 min

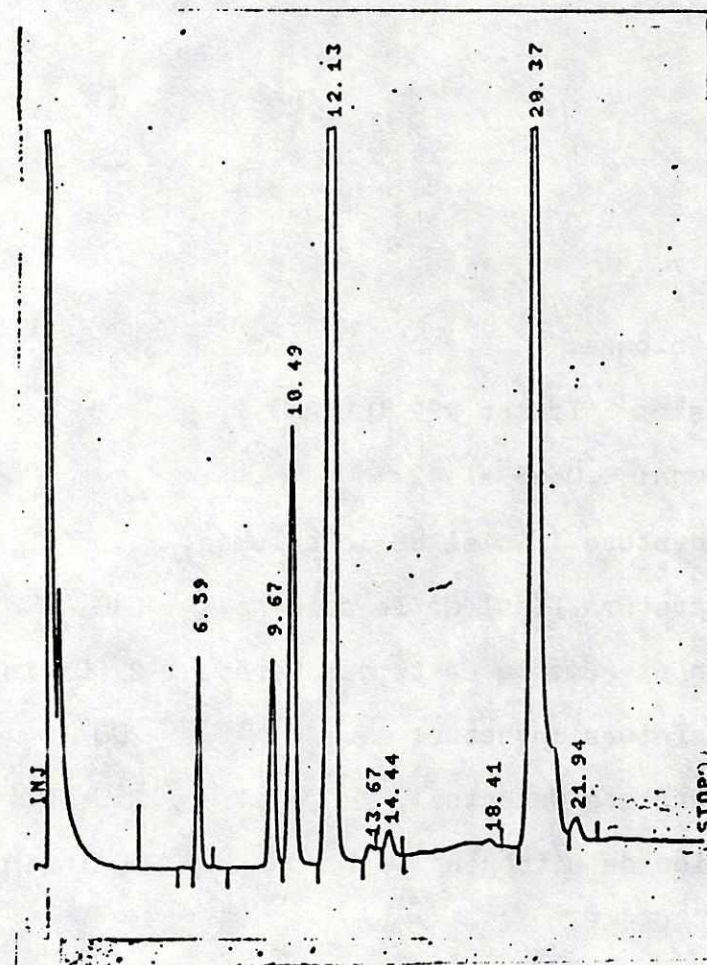
Temperatura inyector: 170 °C

Temperatura detector (ionización de: llama) 250 °C

Presión de Nitrógeno: 30 lb/in²

Figura No. 6

Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos de jacaranda en columna DEGS al 12 %



Tr	Identificación	% de Area
6.59 min	C16:0 ác. palmítico	3.4 %
9.67 min	C18:0 ác. esteárico	4.9 %
10.49 min	C18:1 ác. oleico	10.9 %
12.13 min	C18:2 ác. linoleico	41.5 %
13.67 min	no identificado	1.3 %
14.44 min	no identificado	trazas
18.41 min	no identificado	trazas
20.37 min	C18:3 ctc, ác. jacárico	38.0 %
	C18:3 ctt, ác. licánico	
21.94 min	C18:3 ttt, ác. -----	trazas

(condiciones al reverso de la hoja)

Condiciones:

Aparato: Tracor 222 (LUCAM)

Columna: DEGS al 12 %

Temperatura inicial de la columna: 170 °C

Temperatura final de la columna: 210 °C

Razón de aumento de temperatura: 2 °C/min

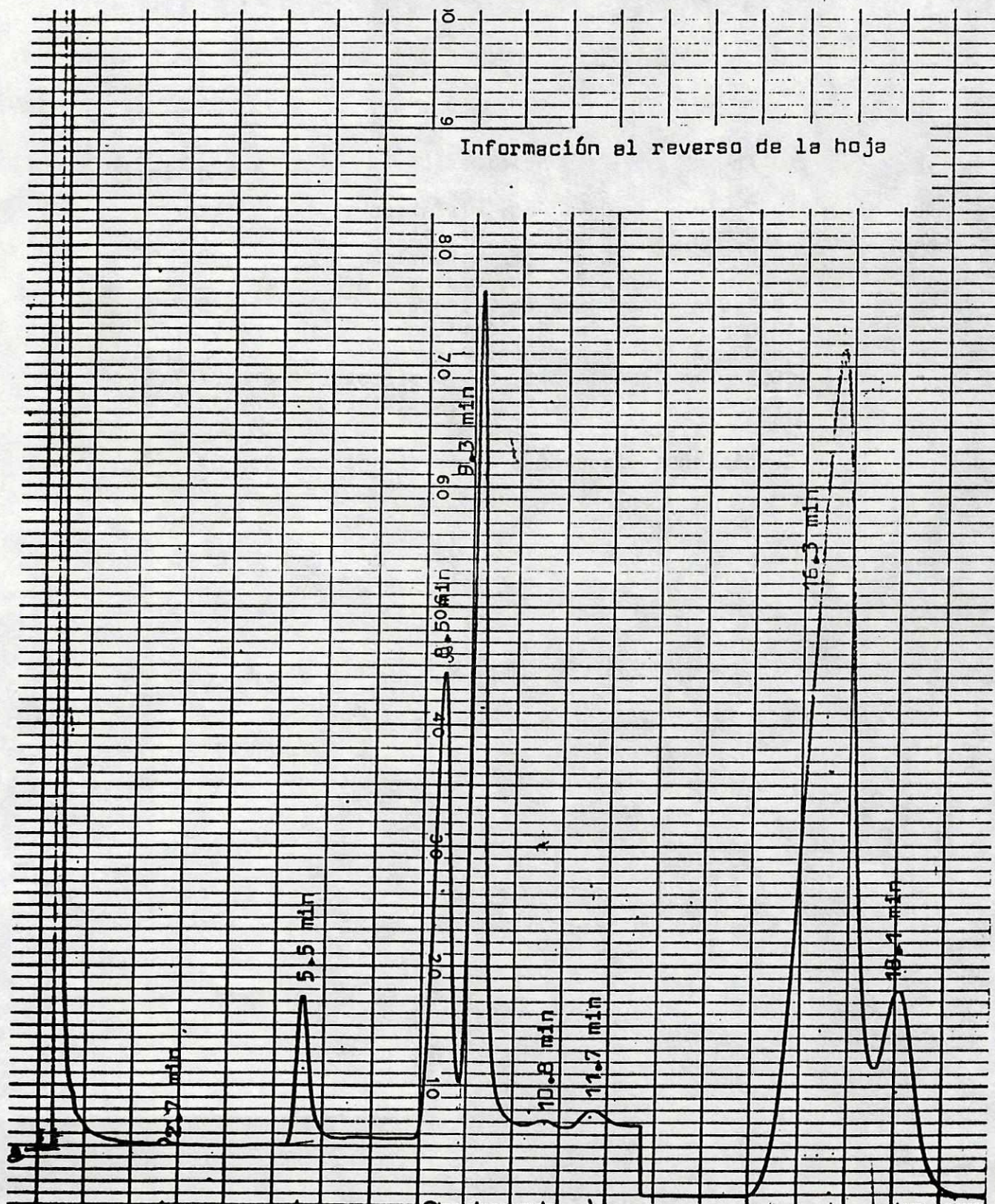
Temperatura inyector: 200 °C

Temperatura detector: 250 °C

Presión de nitrógeno: 30 lb/in²

Figura No. 7

Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos de tung en columna SP-216-PS al 10 %

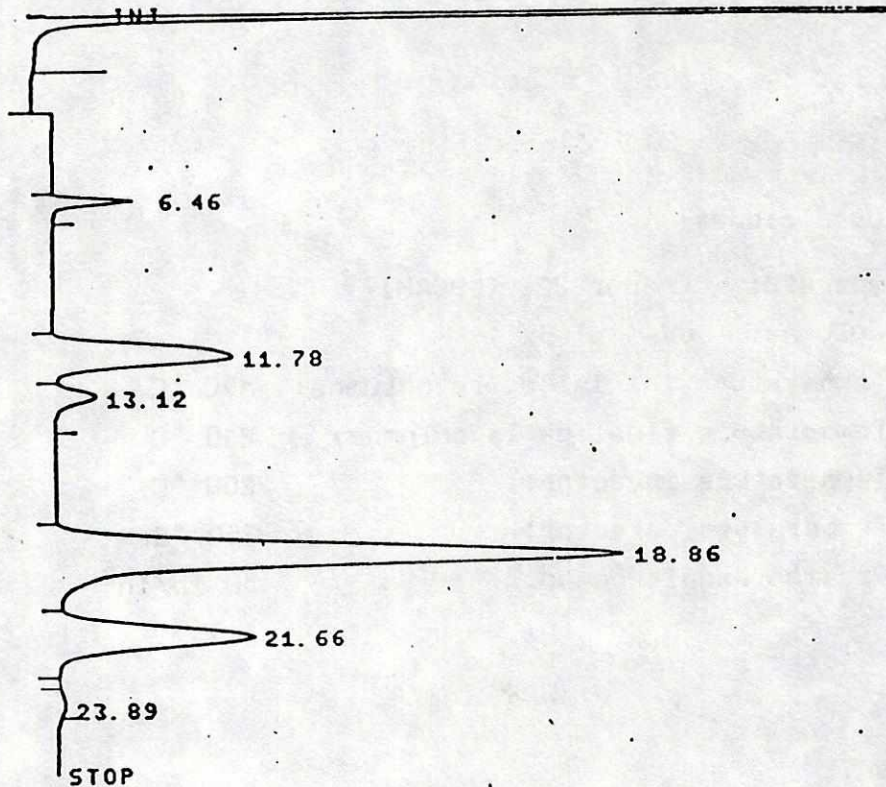


Tr	Identificación	% de área
2.7 min	C14:0 ác. mirístico	trazas
5.5 min	C16:0 ác. palmítico	2.8 %
8.5 min	C18:0 ác. esteárico	10.9 %
	C18:1 ác. oleico	
9.3 min	C18:2 ác. linoleico	15.7 %
10.8 min	no identificado	trazas
11.7 min	no identificado	trazas
16.3 min	C18:3 ctt, ác. α -eleosteárico	57.7 %
18.1 min	C18:3 ttt, ác. β -eleosteárico	12.9 %

Condiciones: iguales a las de la Figura No. 5)

Figura No. 7A

Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos de tung en columna OV-1 al 3 %



I/4

ACEITE DE TUNG

TRIM	Identificación	% de Area
6.46 min	C14:0 ác. mirístico	2.4 %
11.78 min	C18:0 ác. esteárico	16.2 %
13.12 min	C18:1 ác. oléico	2.7 %
	C18:2 ác. linoléico	
18.86 min	C18:3ctt ác. α -eleosteárico	58.7 %
21.66 min	C18:3ttt ác. β -eleosteárico	20.0 %
23.89 min	C18:3ctc -----	trazcs

(Condiciones al reverso de la hoja)

Condiciones::

Aparato: Tracor 222 (LUCAM)

Columna: OV-1 al 3%

Temperatura inicial de la columna: 170 °C

Temperatura final de la columna: 210 °C

Temperatura inyector: 200 °C

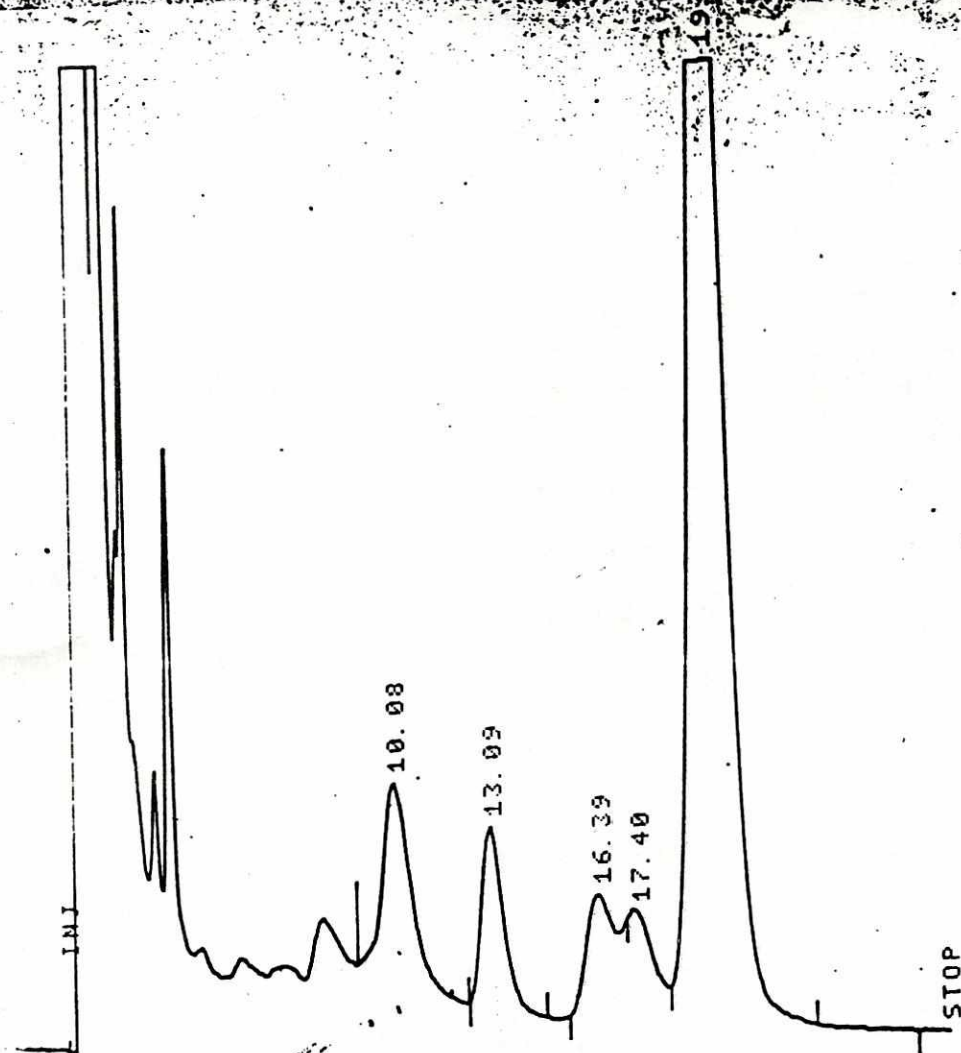
Temperatura detector: 250 °C.

Presión de nitrógeno: 30 lb/in²

Figura No. 8

Cromatograma, fase gaseosa, de los esteroides
de jacaranda en columna OV-1 al 3 %

ESTEROLES (Acetatos) Noviembre 23, 1987



Tr	Identificación	% de área
10.08 min	colesterol	10.47 %
13.09 min	brassicasterol	6.05 %
16.39 min	campesterol	5.06 %
17.40 min	stigmasterol	5.22 %
19.85 min	β -sitosterol	73.20 %

(Condiciones al reverso de la hoja)

Condiciones:

Aparato: Tracor 222 (LUCAM)

Columna: OV-1 al 3%, Chromosorb, 6 pies de largo, 1/4 " de diámetro

Temperatura de la columna: 270 °C

Temperatura del inyector: 280 °C

Temperatura del detector: 280 °C

Presión de Nitrógeno: 40 lb/in²

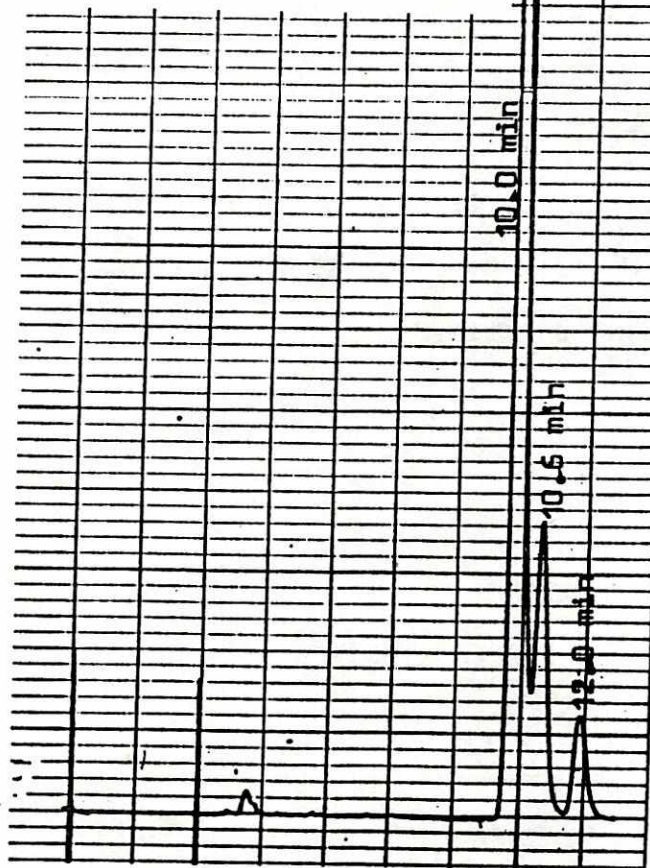
Figura No. 9

Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos
de jacaranda en columna C-18 (0 meses)



Tr	Identificación	% de área
10.0 min	C18:3 ctc	78.8 %
10.6 min	C18:3 ctt	15.0 %
12.0 min	C18:3 ttt	5.6 %

(condiciones al reverso de la hoja)



Condiciones:

Aparato: Varian, Mod. Vista 5500 (U. del Valle)

Columna: C-18 fase reversa, Nova Pak (Waters),
3.9 mmx1.5cm

Temperatura: ambiente, no controlada

Flujo: 1.2 ml/min

Detector: UV

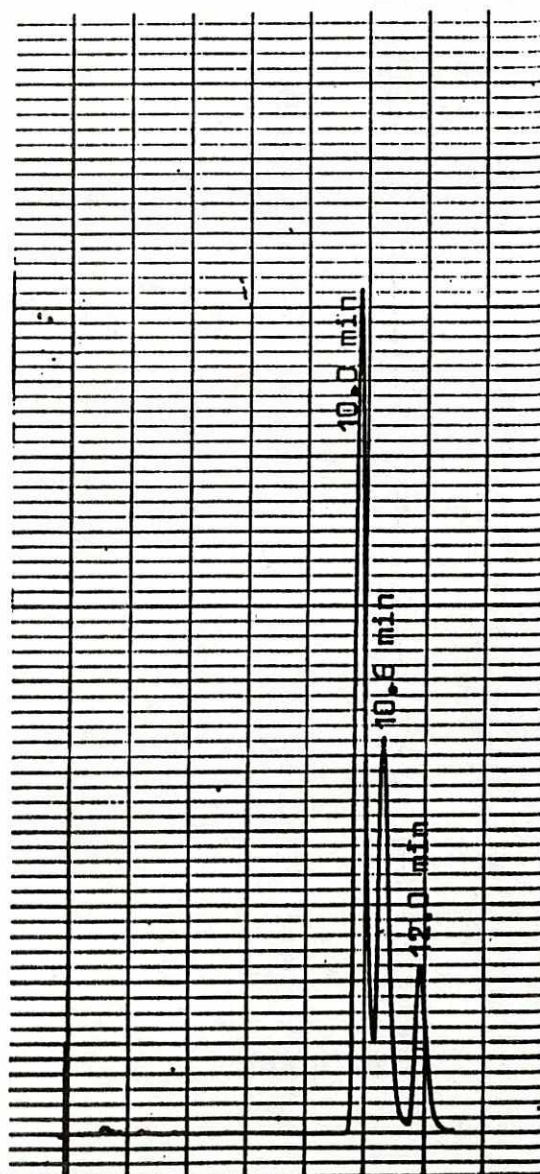
Long. de onda trabajada: 272 nm

Fase Móvil: Acetonitrilo-Agua (80%-20%)

Presión: aproximadamente 86 atm.

Figura No. 10

Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos
de jacaranda en columna C-18 (1 mes)

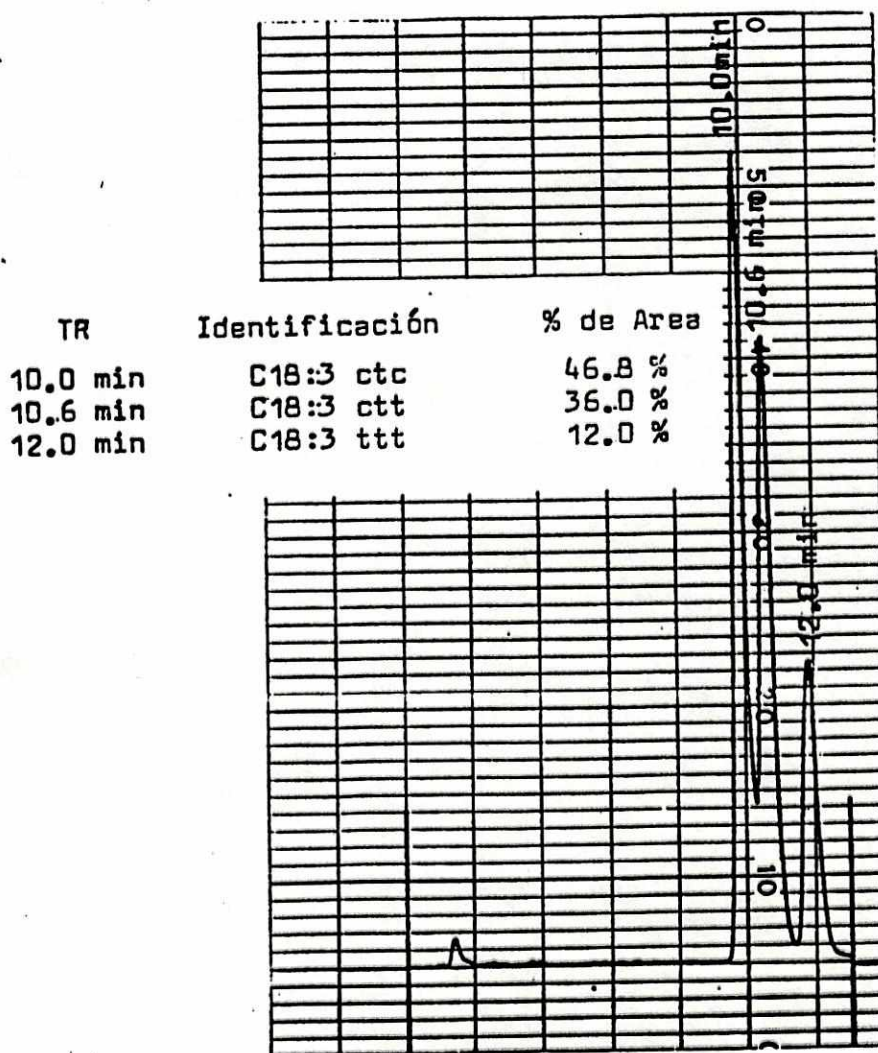


Tr	Identificación	% de área
10.0 min	C18:3 ctc	60.5 %
10.6 min	C18:3 ctt	27.9 %
12.0 min	C18:3 ttt	11.6 %

(Condiciones iguales a las de la Figura No. 9)

Figura No. 11

Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos de jacaranda en columna C-18 (2 meses)



(Condiciones iguales a las de la Figura No.9)

Figura No. 12

Cromatograma, fase líquida de los ésteres metílicos
de tung en columna C-18 (0 meses)

Tr	Identificación	% de área
10,0 min	C18:3 ctc	2.1 %
10,6 min	C18:3 ctt	88.2 %
12,0 min	C18:3 ttt	9.7 %

(Condiciones iguales a las de la Figura No. 9)

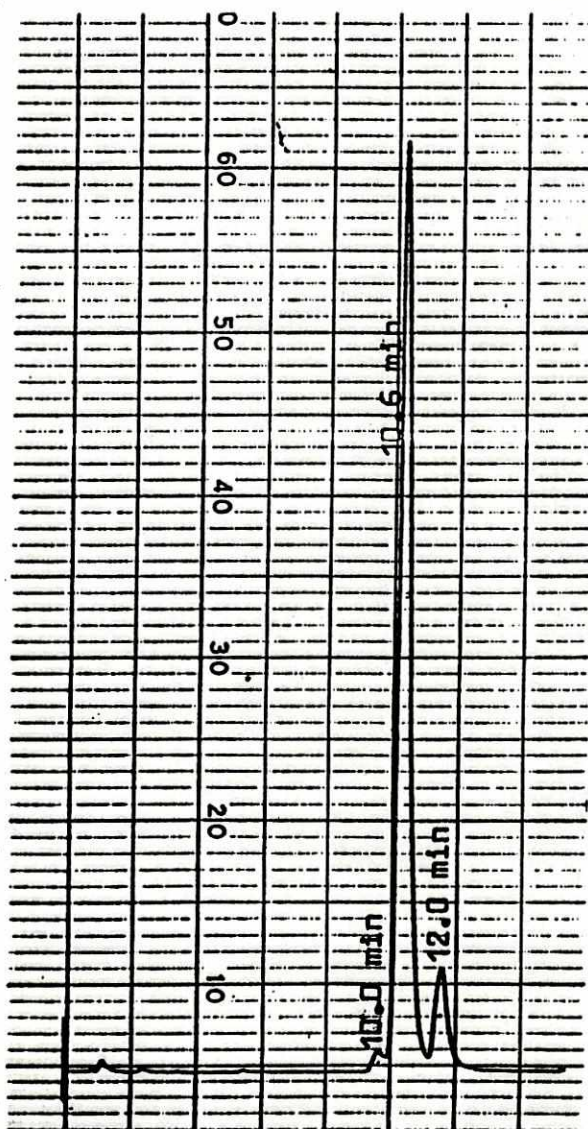


Figura No. 13

Cromatograma, fase líquida de los ésteres metílicos
de la solución jacaranda-tung (1:1) en columna C-18 (0 meses)

Tr	Identificación	% de área
10.0 min	C18:3 ctc	35.3 %
10.6 min	C18:3 ctt	50.0 %
12.0 min	C18:3 ttt	14.7 %

(Condiciones iguales a las de la Figura No. 9)

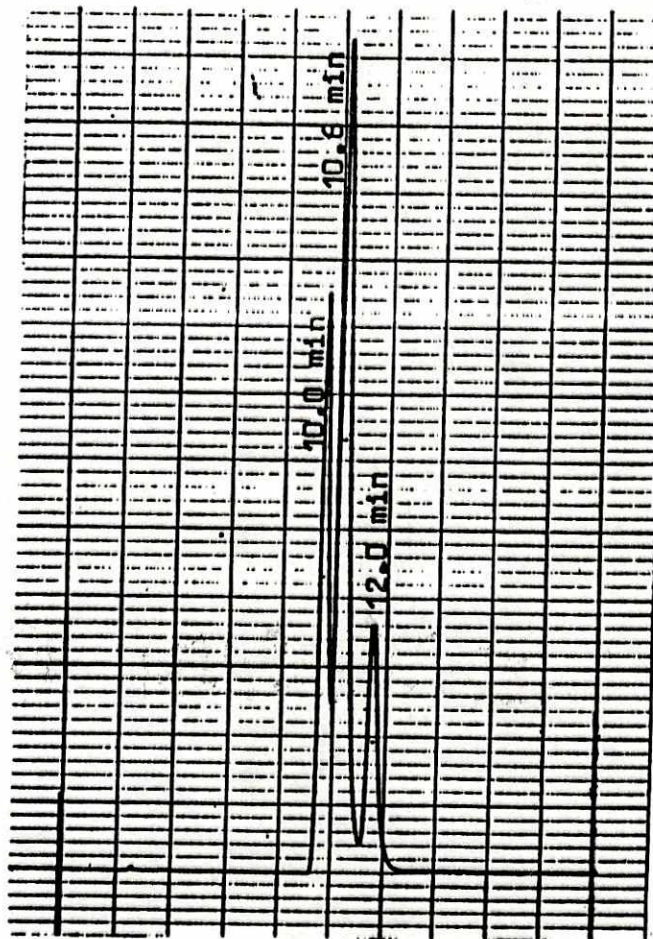


Figura No. 14

Cromatograma, fase gaseosa, del éster metílico
del ácido jacárico puro en columna SP-216-PS al 10 %

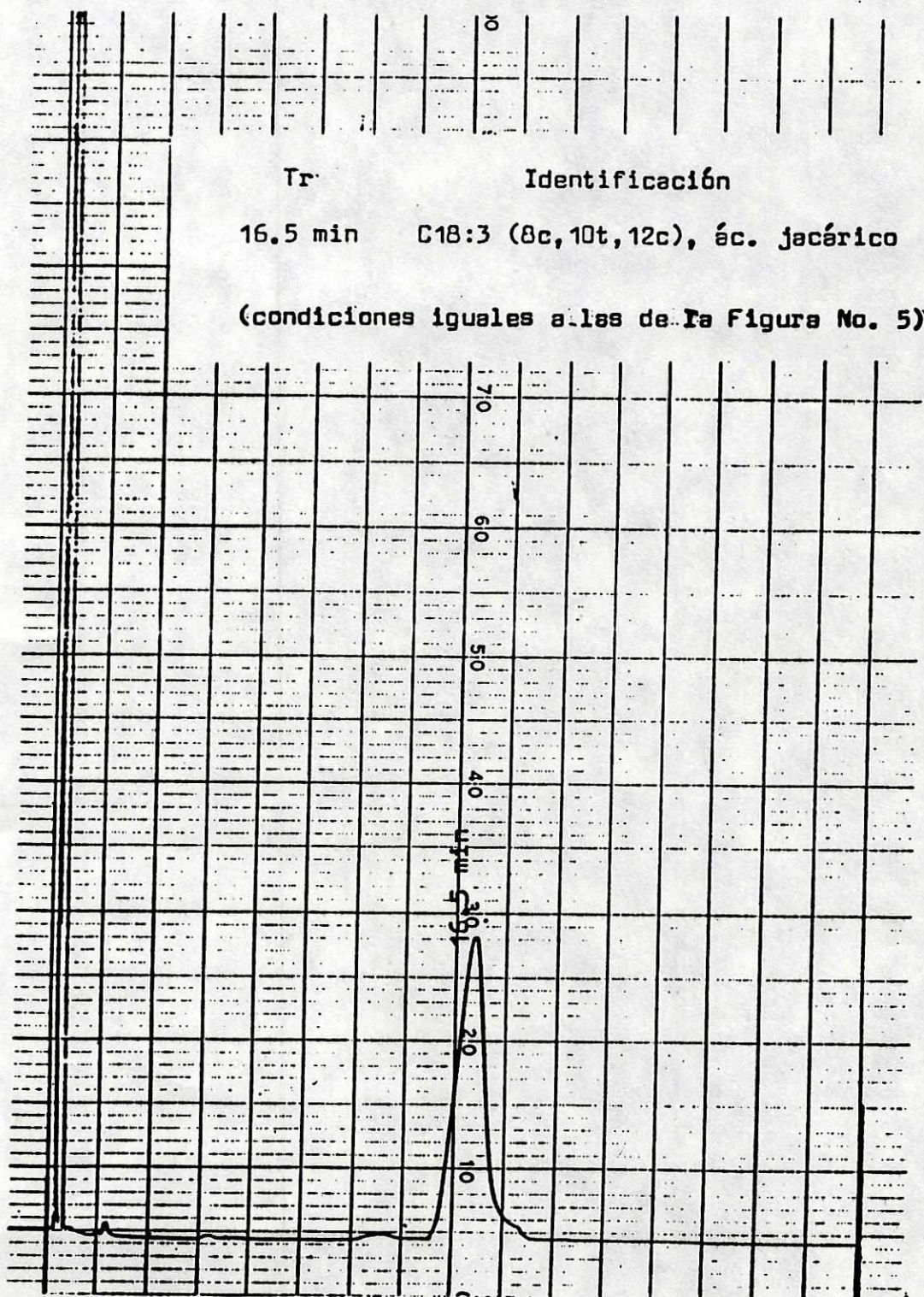


Figura No. 15

Cromatograma, fase líquida, del éster metílico
del ácido jacárico puro en columna C-18

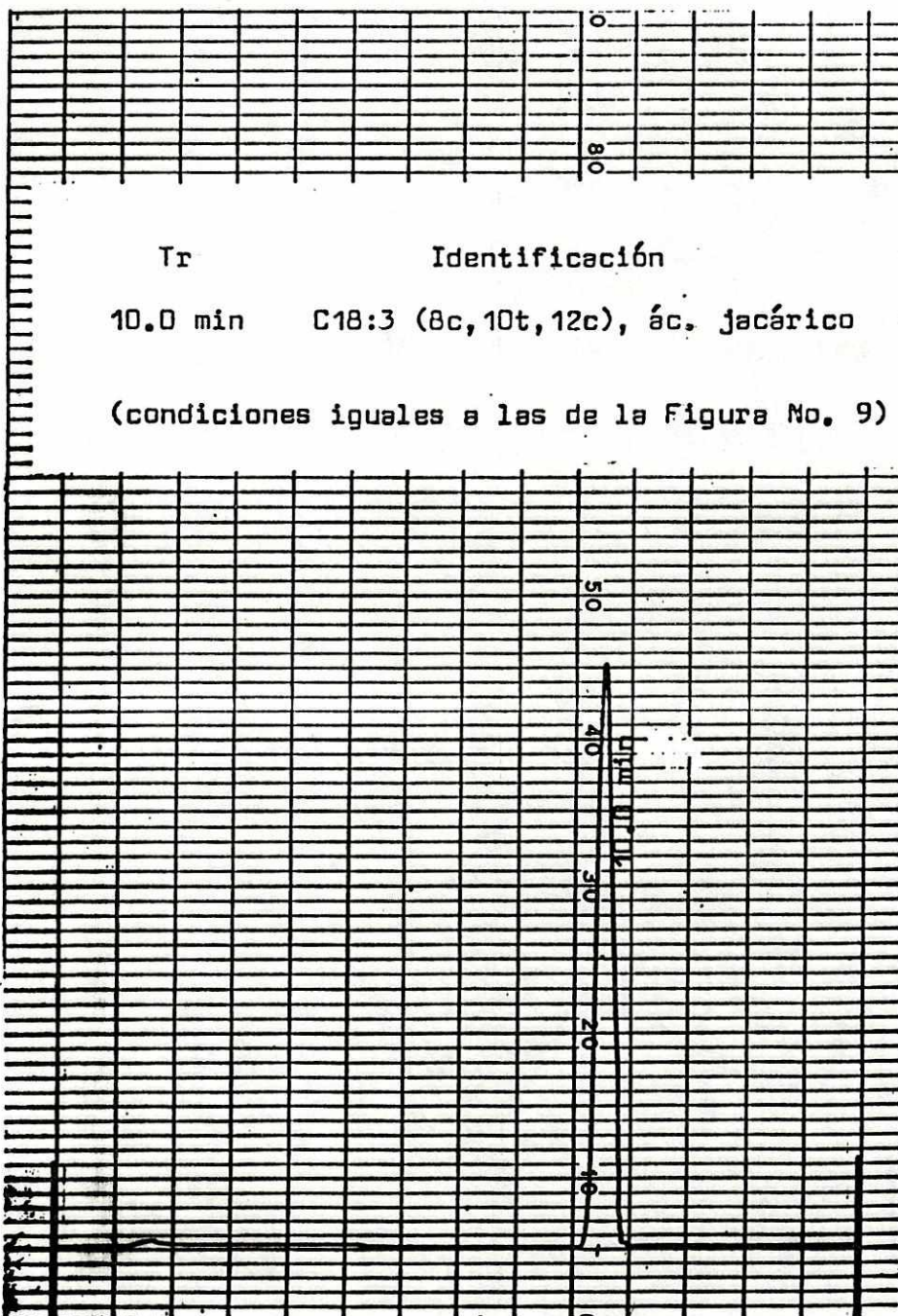


Figura No. 16

Espectro UV del ácido jacárico en heptano

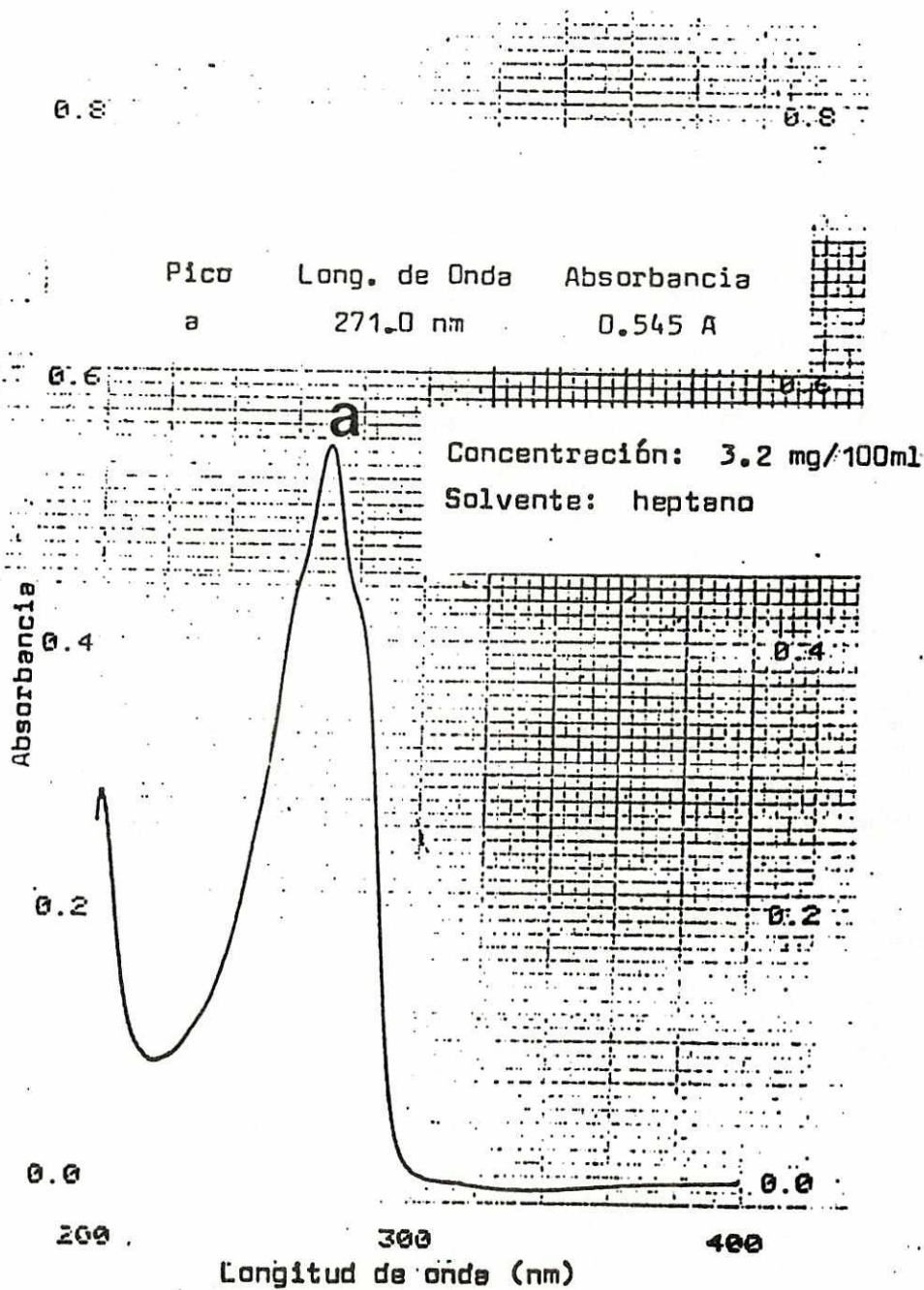
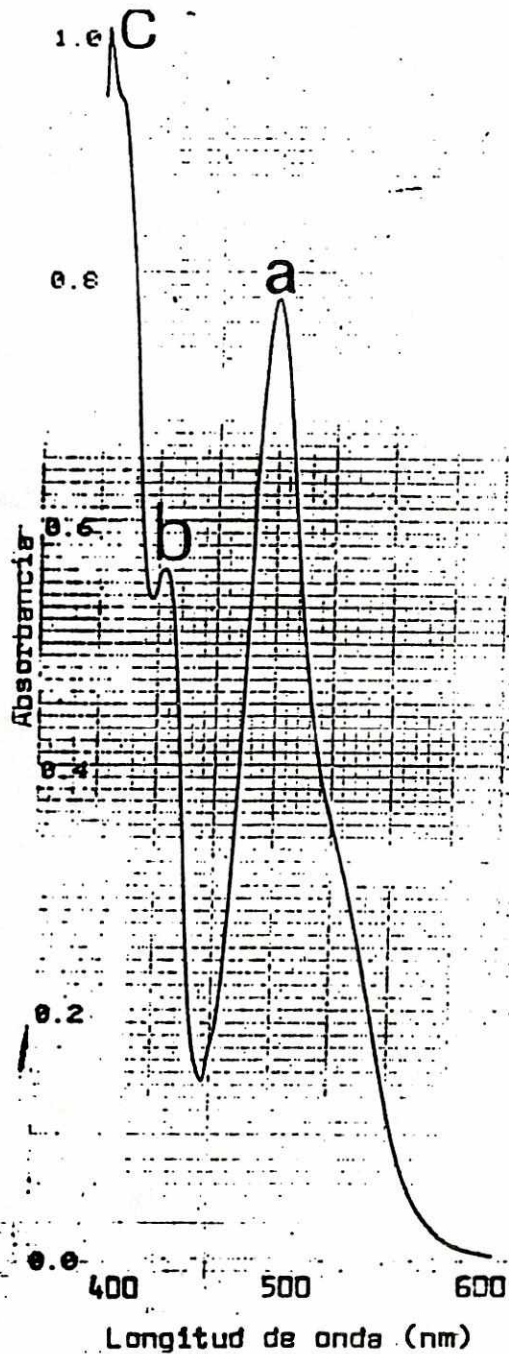


Figura No. 17

Espectro UV de la 2,4-dinitrofenilhidrazina

en etanol



PERKIN-ELMER
LAMBDA 5 UV/VIS SPECTROPHOTOMETER
DATE 90-06-29 12:10
METHOD SCAN/MANUAL

SAMPLE	CYCLE	ABSCISSA	ORDINATE
a	12:06	+ 349.8 NM	0.785 A
b		+ 256.8 NM	0.566 A
c		+ 202.2 NM	1.008 A

Concentración: 50 mg/100ml

Solvente: etanol

Figura No. 18

Espectro UV del éster metílico con el grupo carbonilo cetónico, presente en el aceite de jacaranda

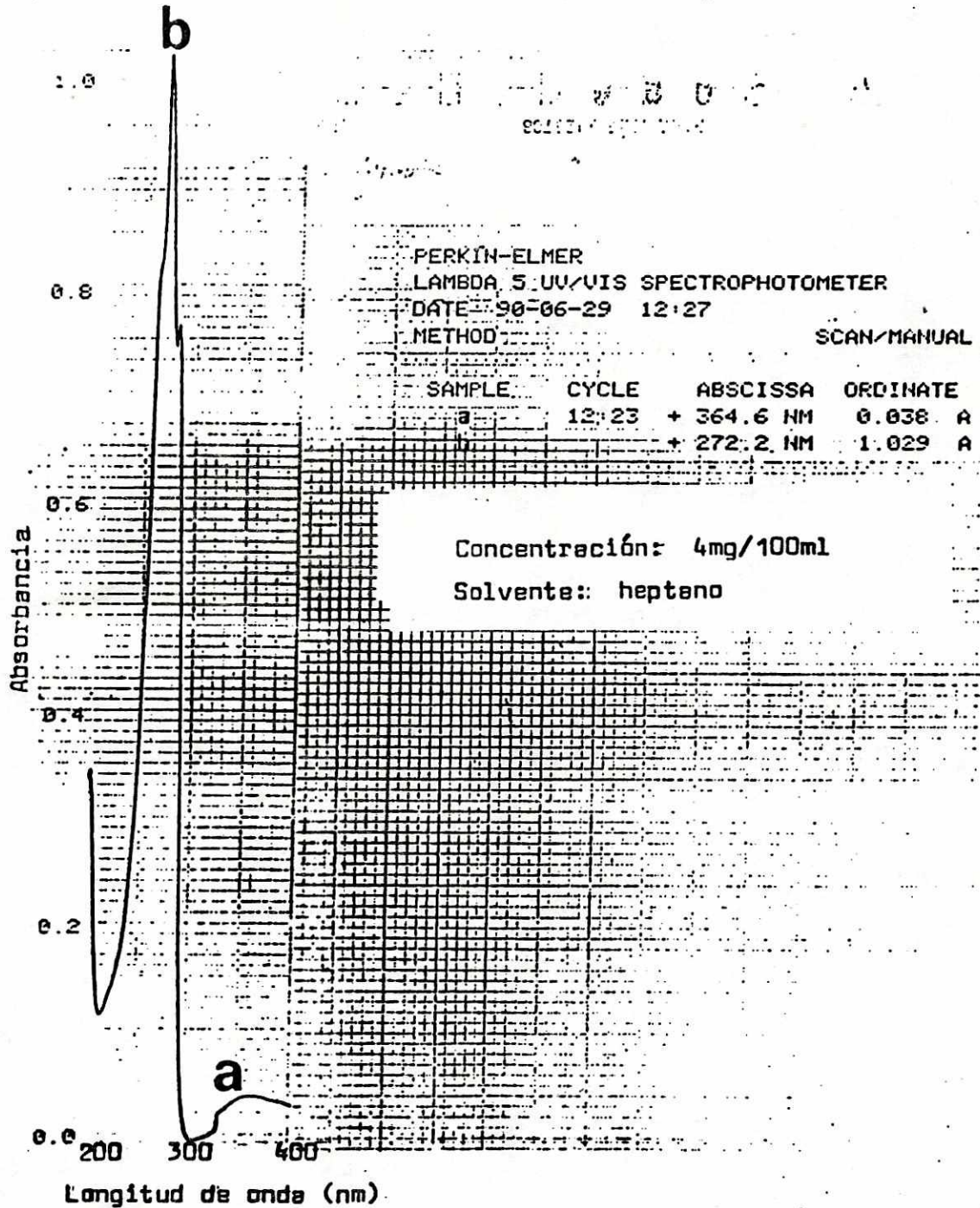
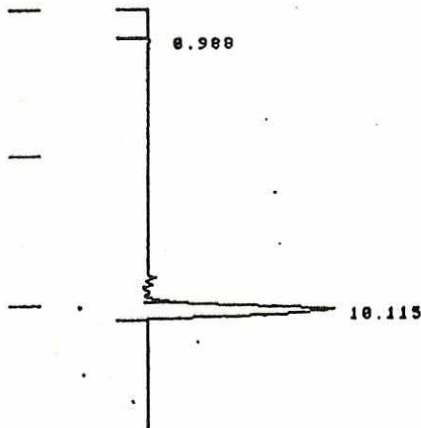


Figura No. 19

Cromatograma, fase líquida, del éster metílico con el grupo carbonilo cetónico, presente en el aceite de jacaranda (columna C-18)

CHART SPEED 0.5 CM/MIN
ATTEN:1024 ZERO: 5% 5 MIN/TICK



RECALCULATE ON FILE: CORRIDA020

CHANNEL: 1A - 1 TITLE: ESTER DE JACARANDA

6:48 18 AUG 90

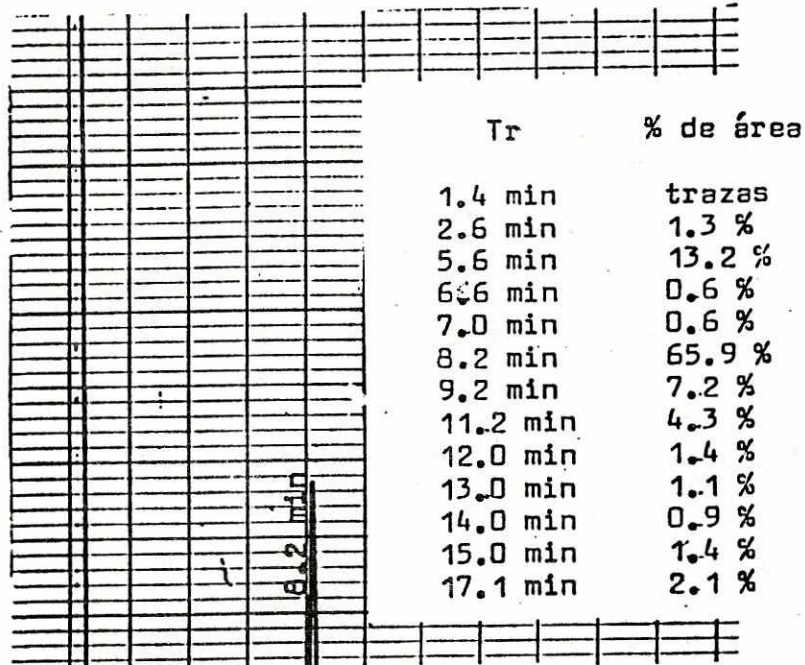
SAMPLE: ESTER DE JAC METHOD: JACARANDA CALCULATION: AX - ANALYS

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT AREA%	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		100.0000	10.115	4124	BB
TOTALS:		100.0000		4124	
MULTIPLIER:		1.00000			

NOTES:
NOVA PAK C-18 (WATERS) 3.9MMX1.5CM
AN:AGUA 80:20
1.2ML/MIN 272NM 86ATM

Figura No. 20

Cromatograma, fase gaseosa, de los ésteres metílicos del polímero del aceite de jaceranda en columna SP-216-PS al 10 %



(condiciones iguales a las de la Figura No.5)

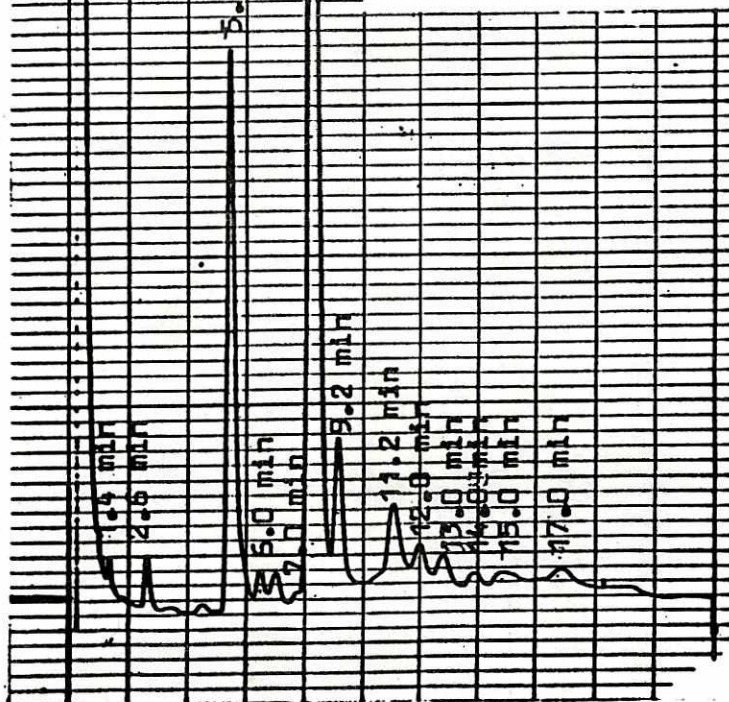


Figura No. 21

Cromatograma, fase líquida, de los ésteres metílicos del polímero del aceite de jacaranda en columna C-18



Tr	Identificación	% de área
10.0 min	C18:3 ctc	22.3 %
10.6 min	C18:3 ctt	58.7 %
12.0 min	C18:3 ttt	18.9 %

(condiciones iguales a las de la Figura No. 9)

