

TRABAJO EXPERIMENTAL

-23-

Se hizo una destilación por arrastre con vapor de agua de 280 gr. de tallo seco y molido. El destilado se extrajo con éter etílico, el cual posteriormente se evaporó a temperatura ambiente, obteniéndose 0.68 gr. (0.24%) de un aceite de color amarillo y olor agradable (DV-A). Dió positivas las pruebas de Liebermann-Burchard, de 2-4 dinitrofenilhidracina, de Tollens, de Baeyer, de bromo en tetracloruro de carbono, de cloruro férrico y de gelatina-cloruro de sodio.

Una cromatografía en capa delgada de este aceite, usando como disolvente cloroformo-benceno (2:1 v/v) y como revelador reactivo de Liebermann-Burchard, mostró la presencia de cuatro manchas, cuyos Rf fueron: 0.10 (color café), 0.27 (color violeta), 0.31 (amarillo pálido) y 0.42 (amarillo) (figura 3).

Se corrió una nueva cromatografía en capa delgada, usando como disolvente cloroformo-benceno (2:1 v/v) y como revelador cloruro férrico al 1% en agua, mostrando el cromatograma la presencia de una sola mancha, cuyo Rf fué 0.46 (color verde).

El espectro infrarrojo (fig.1) (CHCl_3) mostró bandas a: $\bar{\nu}$ 3,500 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 2,900 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 1,640 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 1,480 cm^{-1}

$\bar{\nu}$ 1,400 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 1,360 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 1,320 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 1,280 cm^{-1} , ----
 $\bar{\nu}$ 1,150 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 1,100 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 1,040 cm^{-1} , $\bar{\nu}$ 940 cm^{-1} y $\bar{\nu}$ 880 cm^{-1} .

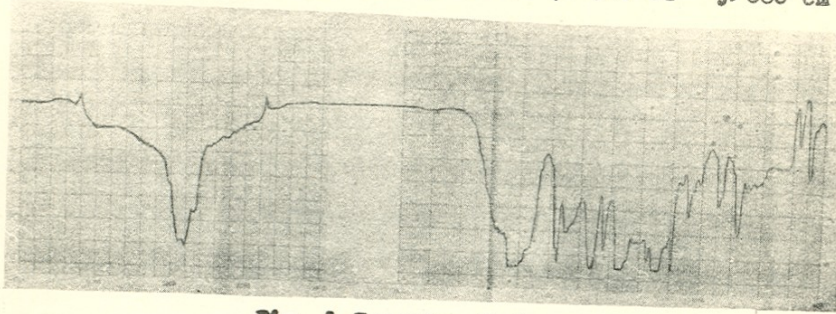


Fig. 1 Espectro Infrarrojo de DV-A

EXTRACCION CONTINUA CON ETER DE PETROLEO.

Se extrajeron con éter de petróleo 2.100 kg. de material seco y molido en un extractor tipo Soxhlet, - continuo, durante 260 horas. El extracto obtenido consistió en una goma E-G₁ (48 gr.) de color café oscuro y un líquido de color amarillo-verdoso, el cual se puso en el refrigerador, donde se observó la formación de un precipitado blanco (E-P) aproximadamente a los 15 minutos. Este precipitado se separó por filtración, se recristalizó repetidas veces en metanol y finalmente se recristalizó en acetona, obteniéndose 0.3975 gr. (0.018%), de p.f. 60-70°C, siendo soluble en cloroformo y benceno e insoluble en agua, HCl al 10% y NaOH al 10%. Dió positivas las pruebas de Baeyer y de 2-4 dinitrofenilhidracina, siendo negativas las pruebas de Liebermann-Burchard y de Tollens.

El análisis elemental de E-P, dió valores para fórmula molecular de $C_{40}H_{72}O_4$ (PM=624), calculada para:
C: 77.60% H: 12.26% O: 9.72%

El espectro infrarrojo de E-P (Fig. 2) ($CHCl_3$) mostró bandas a $\bar{\nu} 2,920 \text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu} 2,840 \text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu} 1,740 \text{ cm}^{-1}$, -- $\bar{\nu} 1,630 \text{ cm}^{-1}$ y $\bar{\nu} 1,450 \text{ cm}^{-1}$.

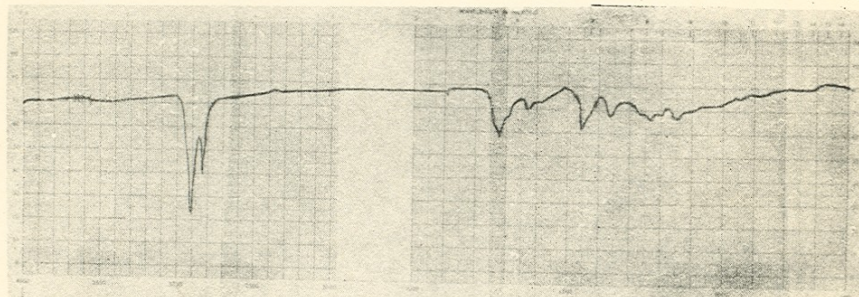


Fig. 2 Espectro Infrarrojo de E-P

El filtrado de E-P se evaporó a presión reducida y a baja temperatura en un evaporador tipo "Flash", continuo, obteniéndose 56 gr. de una goma, E-G₂, de color café-amarillento. A esta goma se le hizo una destilación por arrastre con vapor de agua y el destilado se extrajo con éter etílico, el cual posteriormente se evaporó a temperatura ambiente, obteniéndose 5.3 gr. (0.25%) de un aceite de color amarillo y olor agradable (E-G_{2A}). Dió positivas las pruebas de Liebermann-Burchard, de 2-4 dinitrofenilhidracina, de Baeyer, de bromo en tetracloruro de carbono, de cloruro férrico y de gelatina-cloruro de sodio.

Se corrió una cromatografía en capa delgada de E-G₂A, usando como disolvente cloroformo-benceno (2:1 v/v), la cual al revelarse con reactivo de Liebermann-Burchard, mostró la presencia de 6 manchas, cuyos Rf fueron: 0.10 (color café), 0.27 (color violeta), 0.31 (amarillo pálido), 0.42 (amarillo), 0.74 (violeta pálido) y 0.79 (violeta pálido). (Fig.3).

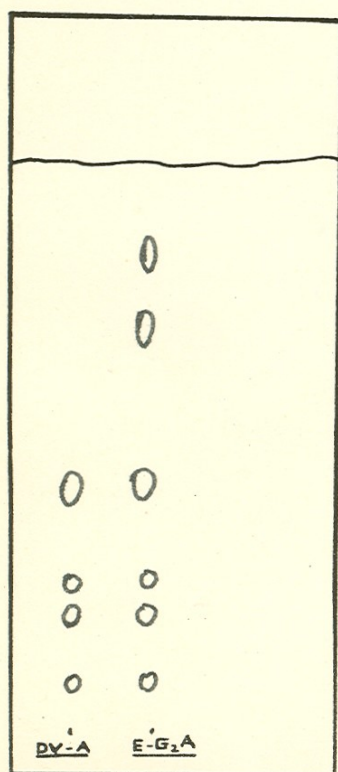


Fig. 3

Se corrió una nueva cromatografía en capa delgada, usando como disolvente cloroformo-benceno (2: 1 v/v) y como revelador cloruro férrico al 1% en agua, mostrando el cromatograma la presencia de una sola mancha, cuyo Rf fué 0.46 (color verde).

Como la goma E-G₁ dió positiva la prueba de Liebermann-Burchard, se reflujo con una solución al 10% de KOH en metanol durante 12 horas. El material insaponificable se extrajo con éter etílico, que al evaporarse dejó un producto, el cual fué pasado por una columna cromatográfica, empacada

con 500 gr. de alúmina neutra Merck y cuyas dimensiones - fueron: 6 cm. de diámetro por 50 cm. de longitud. Los elu- yentes utilizados fueron en orden de polaridad creciente: benceno, benceno-cloroformo, cloroformo y cloroformo-eta- nol. Las fracciones obtenidas con benceno dejaron un resi- duo muy pequeño al evaporarse. Las fracciones obtenidas - con benceno-cloroformo, cloroformo y cloroformo-etanol, - al evaporarse dejaron un residuo de color café o amarillo, de naturaleza resinosa. Estos residuos no se pudieron -- cristalizar, por lo cual no se continuó investigando.

EXTRACCION CONTINUA CON ACETONA.

El extracto acetónico consistió en una goma - de color café oscuro, un precipitado amarillo (Ac-P) y un líquido de color café-rojizo (Ac-L).

La goma se disolvió totalmente en agua, obte- niéndose una solución de color café-rojizo (Ac-Ga).

Por evaporación de Ac-L se obtuvo otra cosecha de Ac-P; tanto éste como el primero se lavaron varias ve- ces con metanol. Se obtuvieron 0.5515 gr. (0.026%), de -- p.f. 73-75°C, siendo soluble en cloroformo e insoluble en agua, HCl al 10% y NaOH al 10%. Dió positivas las pruebas de Baeyer, de 2-4 dinitrofenilhidracina y de vanadio-oxi-

na, siendo negativas las pruebas de Liebermann-Burchard y de Tollens.

El análisis elemental de Ac-P dió valores para fórmula molecular de $C_{33}H_{62}O_5$ (FM=542), calculado para:
C: 73.75% H: 11.16% O: 13.46%

El espectro infrarrojo de Ac-P (Fig. 4) ($CHCl_3$) mostró bandas a $\bar{\nu} 3,600\text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu} 2,900\text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu} 2,820\text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu} 1,730\text{ cm}^{-1}$, $\bar{\nu} 1,450\text{ cm}^{-1}$, y $\bar{\nu} 1,000\text{ cm}^{-1}$,.

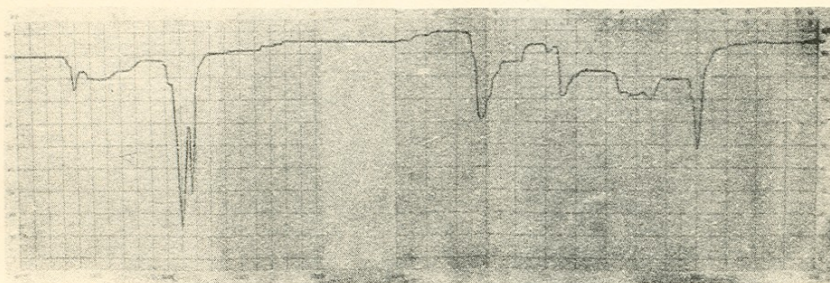


Fig. 4 Espectro Infrarrojo de Ac-P

La solución Ac-Ga dió positivas las pruebas de Resorcinol y Molisch para azúcares solubles en agua y la de Fehling para azúcares reductores.

Una cromatografía en papel de Ac-Ga, usando como disolvente Isopropanol-Piridina-Agua-Acido Acético (8:8:4:1) y como revelador fosfato de anilina-difenilamina, mostró la presencia de dos manchas de Rf 0.657 y-

0.702, respectivamente. Se volvió a correr una cromato --
grafía en las mismas condiciones, utilizando como mues --
tras testigo, soluciones al uno por ciento de glucosa, xi --
losa y arabinosa. En el revelado de este último cromato -
grama se encontraron los siguientes Rf: para glucosa, --
0.657; para xilosa, 0.730 y para arabinosa, 0.703.

DIAGRAMA DE FLUJO.

MATERIAL SECO Y MOLIDO
extracción
etérea

