



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLÁN

“Estudio Comparativo de la Extracción de
Perezona de *Acourtia Platyphylla* Empleando
Fuentes Alternas de Activación.”

T E S I S

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

QUÍMICO

P R E S E N T A:

ARMANDO MARTÍNEZ GONZÁLEZ

ASESOR: DR. RENÉ MIRANDA RUVALCABA

CUAUTITLÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO 2019



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Votos aprobatorios



FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN SECRETARÍA GENERAL DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTO APROBATORIO

M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN
PRESENTE

ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORTAZAR FIGUEROA
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales
de la FES Cuautitlán.

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: **Trabajo de Tesis**

Estudio Comparativo de la Extracción de Perezona de *Acourtia Platyphylla* Empleando Fuentes Alternas de Activación

Que presenta el pasante: **Armando Martínez González**
Con número de cuenta: **307165718** para obtener el Título de la carrera: **Licenciatura en Química**

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el **EXAMEN PROFESIONAL** correspondiente, otorgamos nuestro **VOTO APROBATORIO**.

ATENTAMENTE
"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"
Cuautitlán Izcalli, Méx. a 04 de Marzo de 2019.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	Dr. René Miranda Ruvalcaba	
VOCAL	QFB. Brígida del Carmen Camacho Enriquez	
SECRETARIO	Dr. Gabriel Arturo Arroyo Razo	
1er. SUPLENTE	Dr. Benjamín Velasco Bejarano	
2do. SUPLENTE	Dra. María Olivia Noguez Cordova	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

LMCF/lmcf*

AGRADECIMIENTOS

Gracias a la Universidad Nacional Autónoma de México por haberme permitido convertirme en un profesional de lo que más me apasiona ya que bajo sus aulas pude desarrollarme personal y académicamente.

Agradezco a mi familia, mi madre Arminda, mi hermano Víctor y mi primo Pedro ya que, sin su incondicional y constante apoyo, todo este proceso no hubiera sido posible, gracias por creer en mí.

A mi tutor, el Doctor René Miranda Ruvalcaba por su gran ayuda y colaboración en cada momento de consulta y soporte en este trabajo de investigación.

A mis asesores, el Dr. Benjamín, el Dr. Gabriel, la Dra. Olivia y la profesora Brígida por estar involucrados en este proceso.

Al Laboratorio Nacional de Prevención y Control del Dopaje por permitirme crecer profesionalmente junto a los compañeros que tuve el gusto de conocer, los cuales tuvieron la paciencia de orientarme constantemente y enseñarme a disfrutar del día a día.

A mis amigos y compañeros, gracias Andrea por todo lo que me has ayudado y apoyado, al Dr. René Escobedo y especialmente a Cristina, por escucharme, aguantarme y animarme a seguir adelante, gracias por estar no sólo en los buenos momentos.

Gracias a todas las personas que fueron partícipes de este proceso, ya sea de manera directa o indirecta, gracias a todos ustedes, por realizar su pequeño aporte, el cual se ve reflejado en la culminación de este trabajo.

Gracias a Dios, que fue mi principal apoyo y motivador para mantenerme firme y no dejarme vencer a pesar de las adversidades.

LUGAR DONDE SE REALIZÓ EL TRABAJO

Este trabajo fue realizado en el laboratorio L-122 que se encuentra dentro de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán Campus 1. En la sección de química orgánica, departamento de Ciencias Químicas con el domicilio: avenida 1° de mayo s/n CP. 54740 Cuautitlán Izcalli edo. de México donde se enseña y aprende química verde, bajo la dirección del Dr. René Miranda Ruvalcaba, Las condiciones de cada metodología fueron seleccionadas de acuerdo a la disponibilidad de los equipos usados, así como de los materiales disponibles en este laboratorio.

CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	2
2. ANTECEDENTES	4
2.1 Química Verde	6
2.2 Los Doce Principios	7
2.3 Cinética Química	9
2.4 Tratamiento térmico convencional (decocción)	10
2.5 El espectro electromagnético	11
2.6 Infrarrojo	12
2.7 Microondas	15
3. OBJETIVO GENERAL	18
3.1 Objetivos Particulares	19
4. HIPÓTESIS	19
5. PARTE EXPERIMENTAL	20
6. COLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DEL ESPÉCIMEN VEGETAL	21
7. MÉTODO DE SECADO	22
8. MOLIENDA Y CONSERVACIÓN	23
9. EXTRACCIÓN	23
9.1 Radiación infrarroja	24
9.2 Microondas	27
9.3 Método clásico	29
10. RESULTADOS	30
11. CUANTIFICACIÓN	31
12. IDENTIFICACIÓN	35
13. ANÁLISIS ESTADÍSTICO	41
13.1 Análisis de varianza de un solo factor	43
13.2 Prueba de Tukey	46
14. CONCLUSIONES	49
15. REFERENCIAS	50
16. ANEXOS	53

1. INTRODUCCIÓN

La Química Verde es una filosofía que trata sobre la prevención de la contaminación, a través del diseño ambientalmente compatible de productos y procesos químicos.

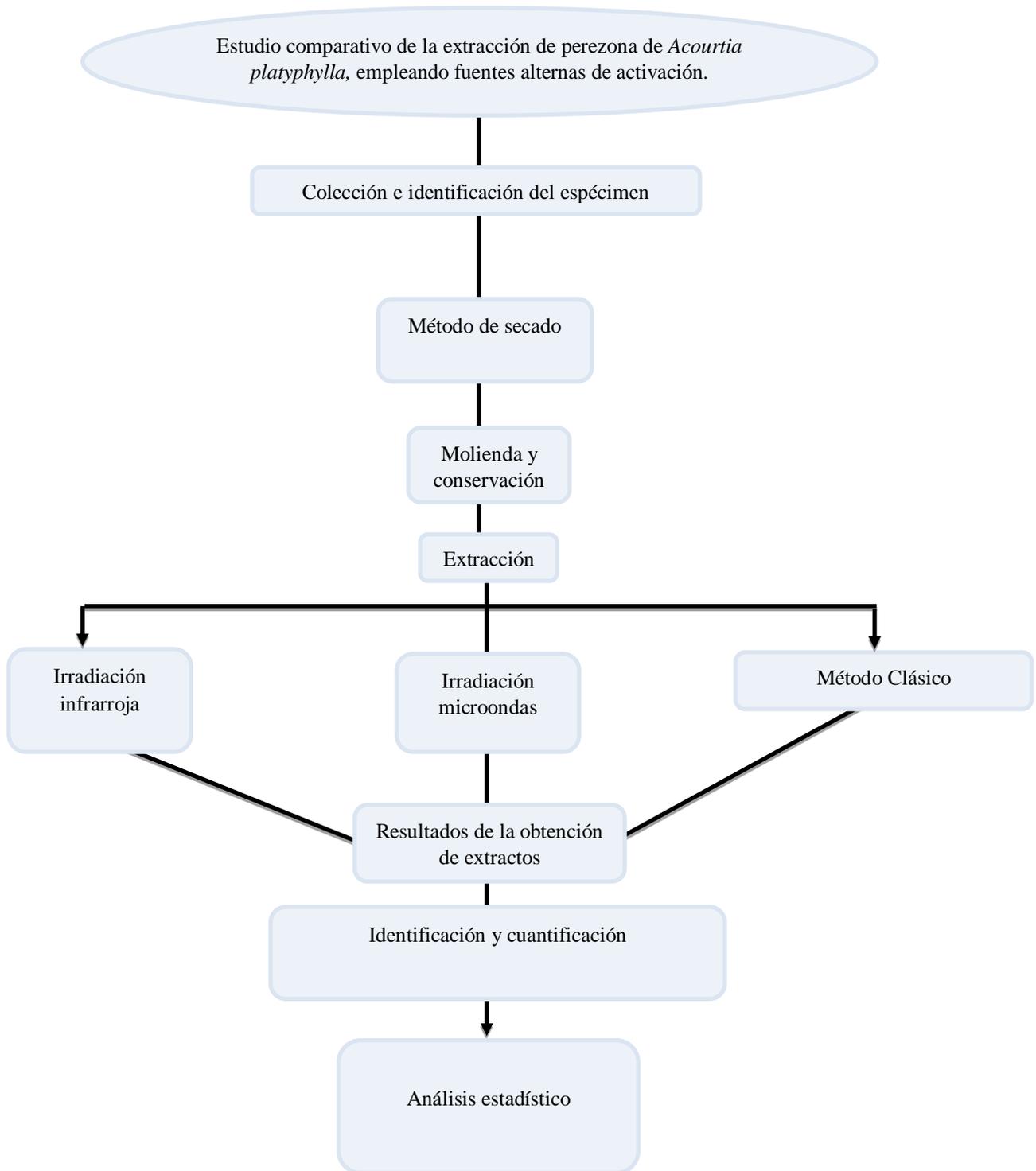
Esta filosofía está fundamentada en 12 *principios* que promueven el desarrollo de los procesos de transformación, para que sean respetuosos con el ambiente y que el uso los recursos naturales sean más eficientes, la mayoría de los procesos químicos, involucran el uso de fuentes de energía térmica, a través de parrillas o mantillas de calentamiento, lo que representan un gasto energético elevado.

Con el fin de minimizar los gastos de energía, se deben investigar nuevas posibilidades y hacer que el gasto de energía en los sistemas químicos sea lo más eficiente posible (Rodríguez-Hernández *et al.*, 1994).

Con respecto a lo anteriormente mencionado, en este trabajo se realizó una contribución, a la química de la perezona, con un enfoque en la Química Verde, incidiendo en el *principio 6* "eficiencia energética" y esto último mediante un estudio comparativo del empleo de diferentes energías de activación para la extracción de perezona (radiaciones infrarrojas y microondas), comparándose los resultados obtenidos con el tratamiento térmico convencional (**Esquema 1**).

La identificación de la molécula objetivo se realizó mediante una reacción de derivatización y su posterior análisis por cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas, es importante resaltar que con la radiación infrarroja se obtuvieron los mejores resultados.

Esquema 1. Metodología general empleada.



2. ANTECEDENTES

Durante el desarrollo de la humanidad, siempre se ha tomado de la naturaleza lo necesario para la subsistencia, sin embargo, la explotación de los recursos naturales ha ido aumentando debido al incremento de la población y de la demanda de tecnologías que ayuden en las actividades diarias, sobrepasando cada vez con más frecuencia la capacidad del medio natural para mantenerse en equilibrio. Esto es en parte a que la complejidad de la actividad humana ya no comprende sólo la subsistencia sino todo aquello que contribuya a aumentar el nivel de bienestar.

Nuestra calidad y expectativa de vida ha aumentado en gran parte gracias a la industria química que en un esfuerzo multidisciplinario nos ha otorgado productos que han llegado a ser indispensables en nuestra vida diaria como son: los medicamentos, las fibras sintéticas, los plásticos, combustibles, etc.

Evidentemente parte de los problemas del pasado han sido resueltos gracias a las ciencias en particular la Química. Sin embargo, la mala práctica, ética y aplicación de metodologías, sumadas a una producción cada vez mayor de residuos industriales ha generado problemas de contaminación, provocando accidentes que han afectado los ecosistemas y la vida de miles de seres humanos, los cuales pudieron haber sido evitados,

Esto implica una oportunidad de seguir aportando al bienestar y progreso de la humanidad, pero con compromisos éticos que eviten los efectos ambientales negativos. Cabe señalar que no basta la promulgación de leyes que limiten la actividad química si no que son necesarias propuestas que ésta misma promueva para un desarrollo sostenible.

(Osorio, R., & Di Salvo, A. 2008 p 12-13)

El ácido pipitzahoico o perezona, es una quinona sesquitérpica (**Figura 1**), la cual está reconocida como el primer metabolito secundario aislado en el nuevo mundo. Este metabolito secundario fue identificado y aislado a partir de un espécimen del género *perezia* (actualmente *Acourtia*), por el científico mexicano Leopoldo Río de la Loza (1911).

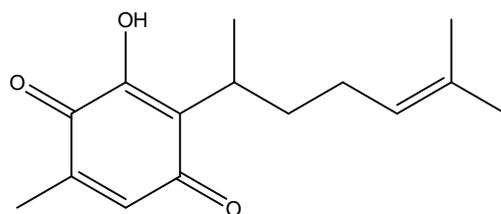


Figura 1. Estructura de la perezona

Garritz (2017) menciona que Leopoldo Río de la Loza nació el 15 de noviembre de 1807 en México, Distrito Federal, fue profesor de química y estudió los productos naturales existentes en diversos vegetales mexicanos, fue el descubridor del ácido pipitzahoico o perezona, este trabajo lo hizo merecedor de un importante premio internacional en 1856, por la Sociedad Universal Protectora de las Artes Industriales de Londres.



Figura 2. Don Leopoldo Río de la Loza y carátula del libro de sus escritos.

Garritz Andoni (abril 2007) Educación Química, 200 aniversario del nacimiento de Leopoldo Río de la Loza Vol. 18, No 2. Recuperado de <http://www.revistas.unam.mx/index.php/req/article/view/65956/57880>.

La perezona es considerada una molécula importante, entre otras cosas estos son algunos de los trabajos que podemos encontrar acerca de ella:

- Componentes activos en las raíces de perezia (Enríquez, Ortega y Lozoya. *et al.*, 1980)
- Transformación de perezona-pipitzol (Sánchez I. *et al.*, 1981).
- La química de la perezona y sus consecuencias. (Nathan-Joseph *et al.*, 1989).
- Isomerización de perezona en isoperezona (Rodríguez-Hernández *et al.*, 1994).
- Perezia cuernavacana (Arellano, Vázquez J, *et al.*, 1996).

- Reordenamientos de perezona. (Burgueño-Tapia E, Nathan-Joseph P, 1997)
- Efecto de la perezona en arritmias y marcadores celulares en ratas anestesiadas. (Téllez, Carvajal, Cruz, Cárabaz y Chávez, 1999)
- Efecto de la perezona, sobre la agregación plaquetaria. (De la Peña A., *et al.*, 2001)
- Actividad fitotóxica de perezona. (Burgueño-Tapia, Castillo, González-Coloma y Nathan-Joseph 2008).
- Eco-contribución a la química de la perezona (Martínez, J *et al.*, 2008).
- Muerte celular por Perezona e isoperezona (Sánchez-Torres *et al.*, 2010).
- Evaluaciones citotóxicas de derivados de perezona. (Concepción Lozada *et al.*, 2012).

2.1 Química Verde

El concepto de Química Verde (QV), proviene del idioma inglés, Green Chemistry, y tiene como principal objetivo la “prevención de la contaminación”.

La Química Verde implica el desarrollo de técnicas que mejoren la calidad de vida del ser humano teniendo en cuenta el impacto al ecosistema, por lo que busca mejorar procesos en todas las áreas posibles, tan diversas como son la salud, la higiene, el desarrollo de nuevos materiales con una mayor compatibilidad ambiental en comparación con los disponibles actualmente. Además, la Química Verde se enfoca entre otras cosas, en la disminución de sustancias peligrosas, ya que es necesario comprender y anticiparse a las posibles consecuencias en la elaboración de procesos y productos tanto para el uso doméstico como industrial (Sierra A *et al* 2014).

De la Hoz (2009) menciona que los químicos en el ejercicio de su actividad profesional tienen la gran responsabilidad de preocuparse por la salud de sus compañeros y los consumidores de los productos al mismo tiempo que sirven al avance científico y al interés público evitando la contaminación y protegiendo el ambiente. Todo esto siguiendo el código de conducta de la American Chemical Society.

2.2 Los Doce Principios

La sostenibilidad, es el crecimiento de nuestra civilización depende de sí podemos suministrar fuentes de energía, alimentos y productos químicos a la creciente población sin comprometer la salud de nuestro planeta a largo plazo.

En el área de la química uno de los conceptos que más se apega al propósito de lograr la sostenibilidad, son los *doce principios*, que rigen la Química Verde.

Principios propuestos por Anastas y Warner (1998) y que proponen un conjunto de estrategias, que tienen como objetivo el desarrollo de productos y procesos químicos con el compromiso ético de la conservación del medio ambiente, evitando utilizar sustancias tóxicas y previniendo las que pueden ser formadas en las actividades industriales, académicas y de investigación. Así como maximizar los recursos empleados en la creación de un producto final.

En resumen, el empleo de estas estrategias, es el camino correcto que nos podría acercar a un mundo sostenible.

Cabe mencionar que no es de carácter obligatorio el empleo de todas las estrategias en un mismo proceso, ya que en todos los casos no es posible, modificar o cambiar alguno o algunos de los materiales necesarios en los procesos químicos, sin embargo, con la aplicación de al menos uno de los doce principios, es posible innovar cualquier proceso, y siguiendo la metodología adecuada siempre se puede mejorar un proceso químico. (Doria, 2009 p 412).

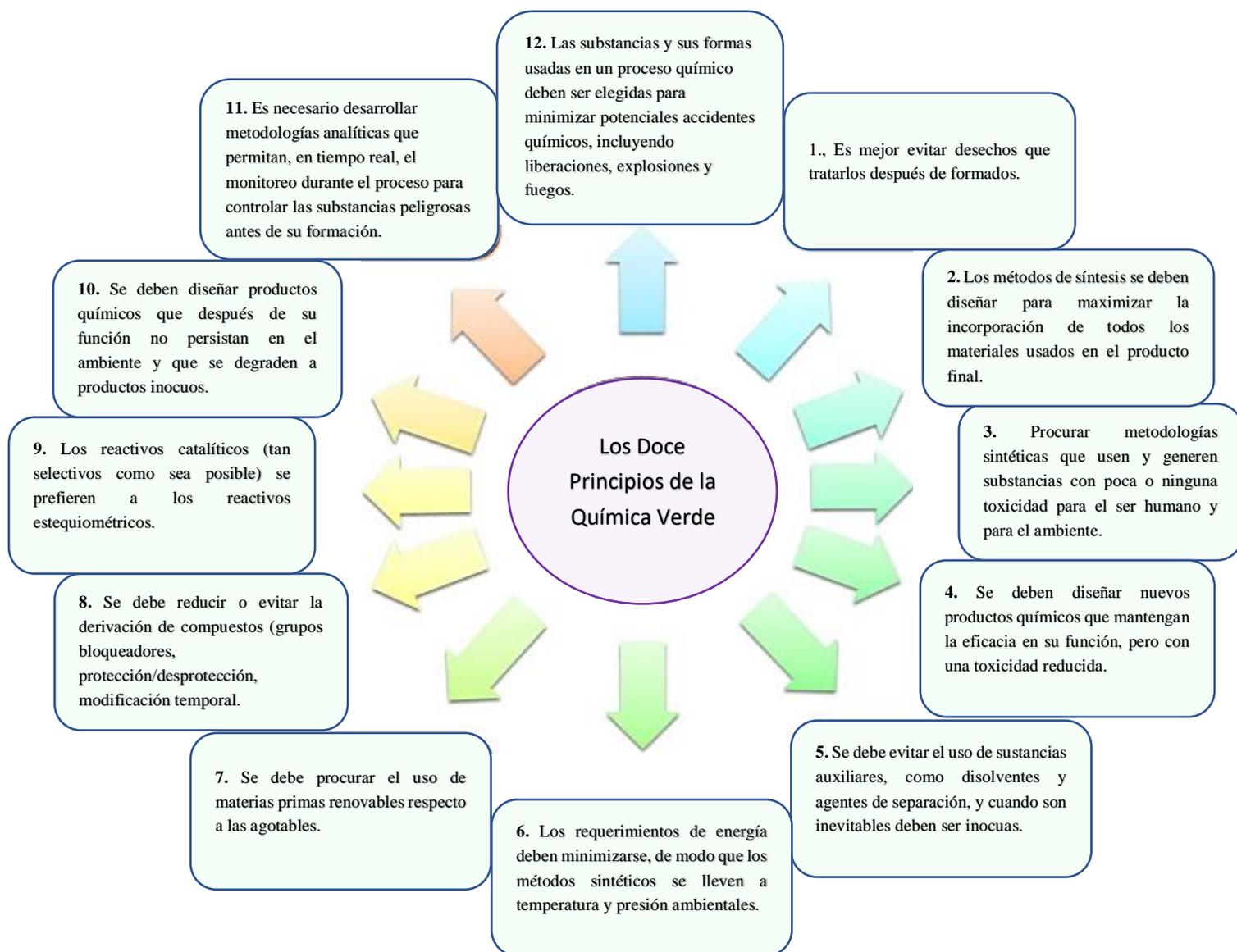


Figura 3. Los 12 principios de la química verde

Figura adaptada de: Sierra, Angelica. *et al*, (Julio-diciembre, 2014). RIDE Revista Iberoamericana para la Investigación y el Desarrollo Educativo, vol. 5, núm. 9 Recuperado de <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=498150317001>.

2.3 Cinética Química

El control de una serie de variables como presión, temperatura, tiempo, pH, disolventes, agitación, concentración, etc. son condiciones necesarias para lograr la extracción de las sustancias químicas requeridas, por lo que la aplicación de estrategias de la química verde permite optimizar tiempos, disminuir la generación de sustancias contaminantes y en algunos casos, prescindir del uso de disolventes, entre otras cosas, permitiendo condiciones de extracción más suaves, todo lo anterior basado en los 12 principios de la Química Verde.

En un inicio, la manera de suministrar energía a las diferentes extracciones químicas se realizaba empleando fuego, lo cual significaba cierta cantidad de energía no focalizada que terminaba por desperdiciarse, sin embargo, en 1855 esta manera cambio gracias a Bunsen quien creo el mechero, consecuentemente se aplicaron otras metodologías de suministrar energía a las extracciones, empleando baños de aceite, arena, mantillas de calentamiento etc. (Kappe, 2004).

Actualmente se busca utilizar fuentes energéticas alternas a la térmica convencional, tanto en la activación de reacciones como en los procesos de extracción, el empleo de sonicación, microondas, ultrasonido, y radiación infrarroja, son algunos ejemplos, que destacan principalmente por mejorar la cinética en las reacciones y disminuir los tiempos requeridos en las extracciones, mejorando el rendimiento de productos y evitando la formación de subproductos no deseados (Escobedo, Miranda y Martínez, 2016, p.1).

A continuación, se presentan los aspectos teóricos fundamentales que soportan el empleo de las fuentes alternas de activación

2.4 Tratamiento térmico convencional (decocción)

Una definición ampliamente aceptada del proceso de extracción es la separación de una sustancia inmersa en una mezcla, por la acción de un disolvente que la disuelve selectivamente.

En el proceso de decocción, el material debe ser preferentemente fragmentado, con el fin de aumentar la superficie de contacto, favoreciendo la interacción entre el material y el disolvente, convenientemente escogido, y calentado al punto de ebullición. Debido a que un calentamiento prolongado de la solución podría conducir a la evaporación total del disolvente, se emplea un matraz (el cual contiene el material a extraer más el disolvente) conectado a un refrigerante por el cual generalmente fluye agua disminuyendo el calor del sistema para condensar el disolvente y que este regrese al medio de reacción, y así mantener una temperatura y presión constante permitiendo una mejor extracción de los componentes deseados.

Este método presenta el inconveniente de que muchos compuestos termolábiles se alteran o descomponen a la temperatura de ebullición del disolvente, y por lo general requiere de largos tiempos de extracción (Lamarque, *et al.*, 2008)

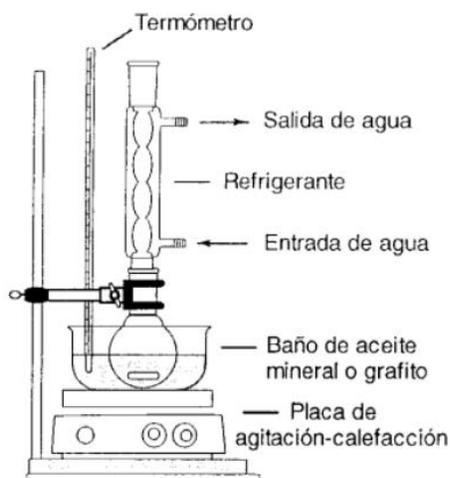


Figura 4. Esquema de la extracción por decocción.

Figura obtenida de: Practicas de Química Orgánica, II, Universidad de Sevilla. Recuperado de: <http://personal.us.es/gdegonzalo/uploads/Docencia/Qu%C3%ADmica%20Org%C3%A1nica%20II/QOII%20Pr%C3%A1cticas%20Manual%20alumnos%202014-15.pdf>

2.5 El espectro electromagnético

El espectro electromagnético es el conjunto de todas las frecuencias (número de ciclos de la onda por unidad de tiempo) En las que se produce radiación electromagnética, debido a que las ondas electromagnéticas no interactúan de la misma manera con la materia, el espectro electromagnético, convencionalmente, se divide en bandas de frecuencia de menor a mayor longitud de onda.

Esta división del espectro, contempla diversos criterios y en algunos casos podría existir algún tipo de solapamiento entre las bandas provocando que alguna frecuencia quede incluida en dos intervalos, ya sea por los fenómenos físicos que generan la radiación o por el aprovechamiento de esta energía a una frecuencia (Luque Ordóñez, 2012).

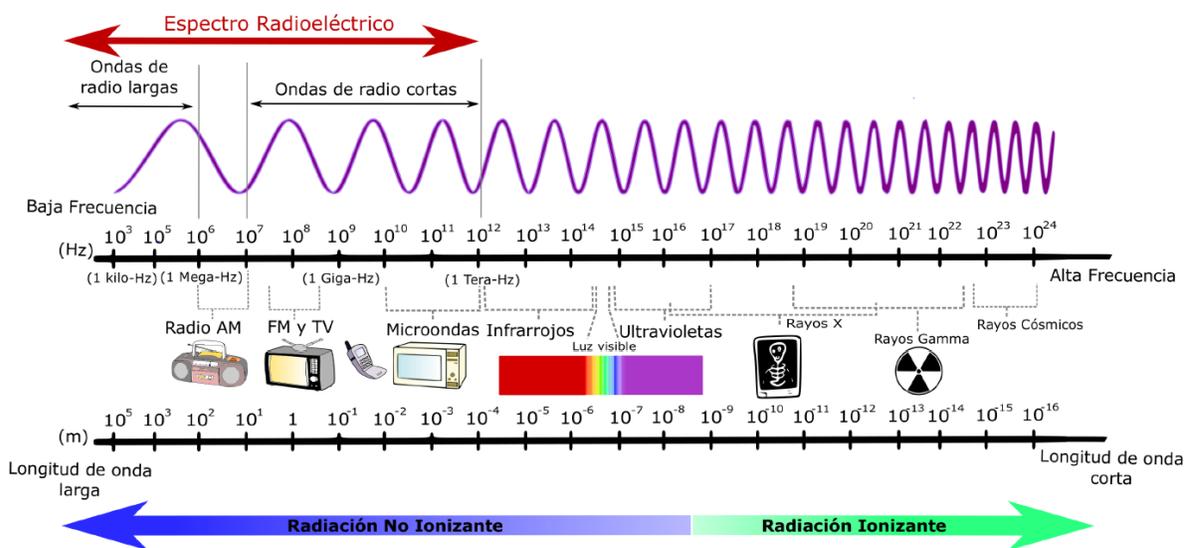


Figura 5. Espectro electromagnético.

Figura obtenida de: Esopo, El Espectro electromagnético
Recuperado de: <https://iie.fing.edu.uy/proyectos/esopo/eem/>

Para este trabajo las radiaciones de mayor interés, son las infrarrojas y microondas, debido a que su interacción con las moléculas facilita la extracción de los compuestos de interés.

2.6 Infrarrojo

La radiación infrarroja (IR) es un tipo de radiación electromagnética, que fue descubierta en 1800 por el astrónomo inglés William Herschel, quien, colocó un termómetro de mercurio en el espectro obtenido, de la luz visible, por un prisma de cristal con el fin de medir el calor emitido por cada color. Descubrió que el calor era más fuerte al lado del rojo del espectro y observó que allí no había luz. Esta es la primera experiencia que muestra que el calor puede transmitirse por una forma invisible de luz. El nombre de infrarrojo, que significa por debajo del rojo, proviene precisamente de que su frecuencia está justo por debajo de la luz roja (Riovalle F., 2004, p. 3)

La radiación infrarroja se encuentra entre las radiaciones microondas y el espectro de luz visible y tiene un rango de 780 nm hasta 10,000 nm y se le puede subdividir en tres zonas: infrarrojo cercano (IRA), medio (IRB) y lejano (IRC).

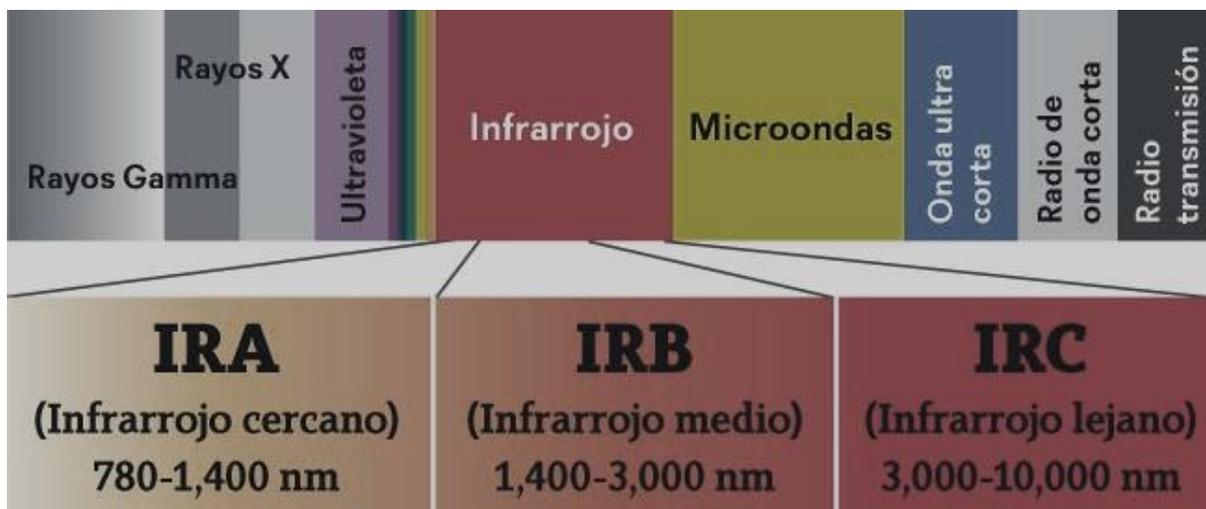


Figura 6. Localización de la radiación infrarroja zonas en las que se divide la región del infrarrojo.

Figura adaptada de: JM Ocean Avenue Salud Integral USA.

Recuperada de: <http://jmoasaludintegralusa.blogspot.com/2015/11/aniones-infrarojo-lejano-magnetismo-y.html>

El calor en los materiales, es debido a la absorción de la radiación infrarroja por parte de las moléculas, las cuales, no son del todo estructuras rígidas, debido a que los átomos que las conforman, oscilan o vibran constantemente alrededor de sus posiciones de equilibrio, y su frecuencia de vibración es de la misma magnitud que de la radiación infrarroja. De esta manera el calentamiento por infrarrojo es más efectivo debido a que el calor se produce directamente en las moléculas y este se dispersa desde el centro del disolvente hacia el exterior.

Para comprender mejor el mecanismo de absorción de la radiación infrarroja se usará el caso más sencillo de vibración de una molécula diatómica heteronuclear, tomando como ejemplo, la molécula de HCl, una molécula diatómica puede considerarse como un sistema mecánico formado por dos masas m_1 y m_2 unidas por un muelle perfectamente elástico, que hiciese las veces de enlace químico entre ambos átomos. Debido a la diferencia de electronegatividad de los dos átomos que forman la molécula, los electrones no están distribuidos simétricamente respecto al centro del enlace, sino que están desplazados hacia el átomo más electronegativo, en este caso hacia el cloro lo que genera un momento dipolar, que se representa por μ_e . Al vibrar la molécula, los átomos se separan y se acercan periódicamente (Morcillo R. J., 1974 pp. 1-7).

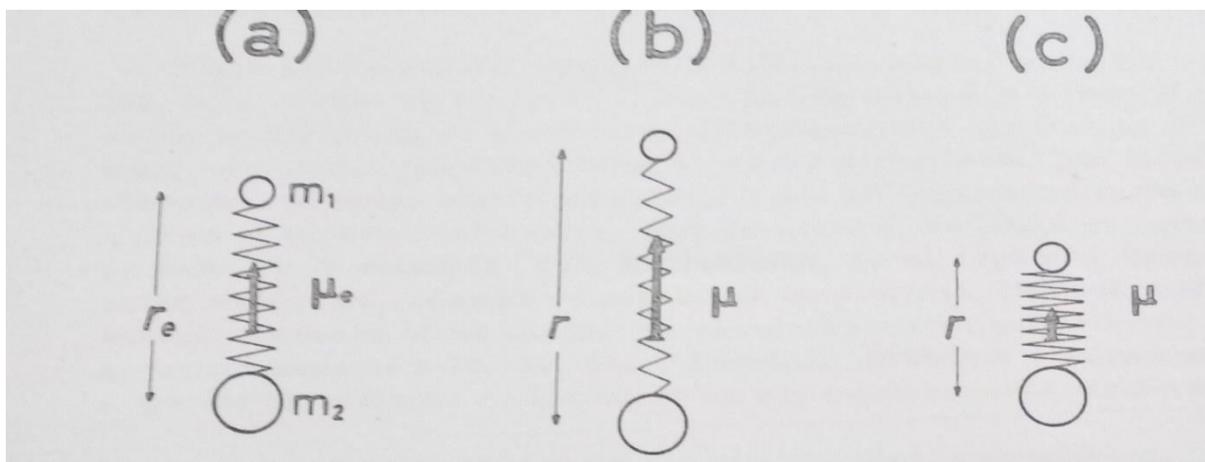


Figura 8. Vibración de una molécula diatómica: a) posición de equilibrio; b) y c) posiciones de elongación máxima y mínima respectivamente. (Morcillo R. J., 1974 p. 4).

La vibración existente entre los diferentes enlaces de las moléculas se incrementará si son expuestas a las longitudes de onda de las radiaciones infrarrojas, las cuales son:

- Estiramiento o tensión.
- Flexiones o deformaciones en el plano.
- Flexiones o deformaciones fuera del plano



Figura 9. Vibraciones que una molécula puede experimentar.
Figura obtenida de <http://www.ehu.es/imacris/PIE06/web/IR.htm>.

2.7 Microondas

Las microondas, en un sentido estricto, no contienen la energía suficiente para provocar cambios químicos por ionización, por lo que se le conoce como una energía no ionizante y tiene como ventaja el incremento en la cinética química, una mayor selectividad en las reacciones (economía atómica) e incluso en algunos casos el empleo de este tipo de radiación puede evitar el uso de disolventes (uso de sustancias auxiliares), caso contrario que el tratamiento clásico, (Álvarez, *et al.*, 217. p)

El intervalo de frecuencia es del orden de 300 MHz a 30 GHz, lo que en términos de longitud de onda equivale de 1 cm a 1 m.

Designación	Longitud por intervalos en cm	Frecuencias en múltiplos de Hertz	Usos reportados
Frecuencias muy altas (VHF)	10^5 a 10^2	30 a 300 MHz	Radio FM y televisión
Frecuencias ultra altas (UHF)	10^2 a 10	300 MHz a 3 GHz	Hornos de microondas, radar y algunas diatermias
Frecuencias super altas (SHF)	10 a 1	3 a 30 GHz	Radar, comunicaciones con microondas (telefonía celular)
Frecuencias extra altas (EHF)	1 a 0.1	30 a 300 GHz	Comunicaciones entre satélites y la tierra

Figura 10. Regiones en las que se subdivide la región de las microondas

Juaristi Eusebio, (2009) Aplicaciones de microondas en química y en biología, El Colegio Nacional p. 4

esta región del espectro electromagnético está muy controlada por la Comisión Federal de telecomunicaciones (FCC por sus siglas en inglés) de los Estados Unidos, la cual ha establecido los intervalos de frecuencias para uso doméstico, industrial, científico y médico (Juaristi 2009)

Como menciona Aradilla (2009) “La radiación microondas consiste en un campo eléctrico y un campo magnético, aunque solamente el campo eléctrico transfiere energía en forma de calor a la sustancia con la que dicha radiación entra en contacto” (p. 55).

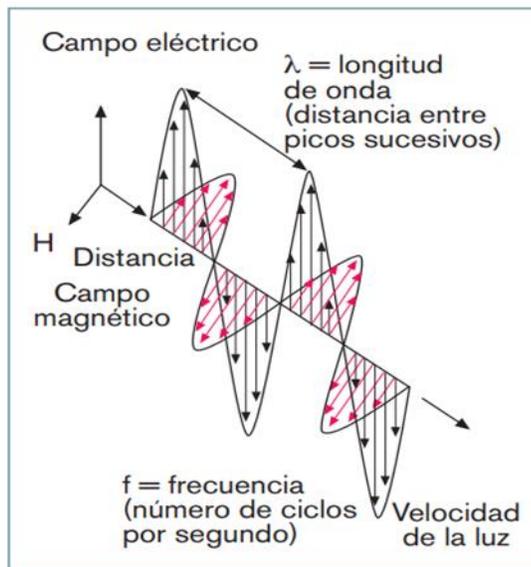


Figura 11. Propagación de la onda electromagnética (Aradilla *et al* 2009 p. 56).

La radiación de microondas al incidir sobre la materia, deja intacta la estructura molecular, mientras que afecta la rotación de las moléculas y por ello esta fuente de calentamiento es favorable en las aplicaciones químicas (Aradilla *et al* 2009 p. 55).

Tanto las moléculas contenidas en los alimentos, así como el agua, en contacto con la radiación de microondas, sufren el efecto conocido como polarización dipolar que consiste en la orientación en el campo eléctrico de las microondas rotando conforme el campo eléctrico y va cambiando de una cresta a un valle a la velocidad de la luz, esta rotación de las moléculas, provoca que exista fricción entre ellas, lo que genera calor de forma inmediata (Correa *et al* 2011p 7).

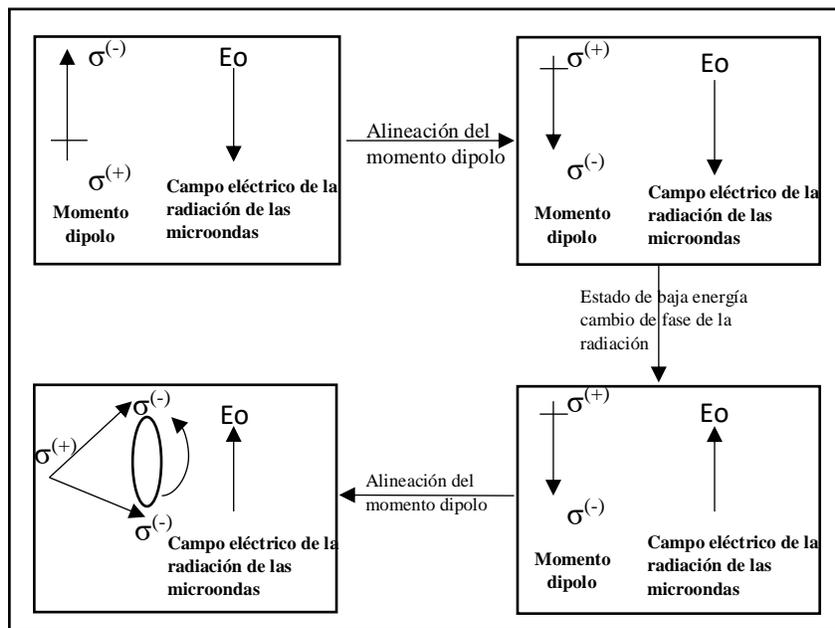


Figura 12. Interacción de las microondas con las moléculas polares.

Figura adaptada de: Juaristi Eusebio, (2009) Aplicaciones de microondas en química y en biología, El colegio nacional p. 6

El calentamiento producido por la radiación de las microondas se lleva a cabo directamente en el interior del medio, mientras que, en el proceso convencional, el calentamiento se produce en un principio, en las paredes del recipiente y este calor se propaga hacia el interior del medio que contiene a los reactivos.

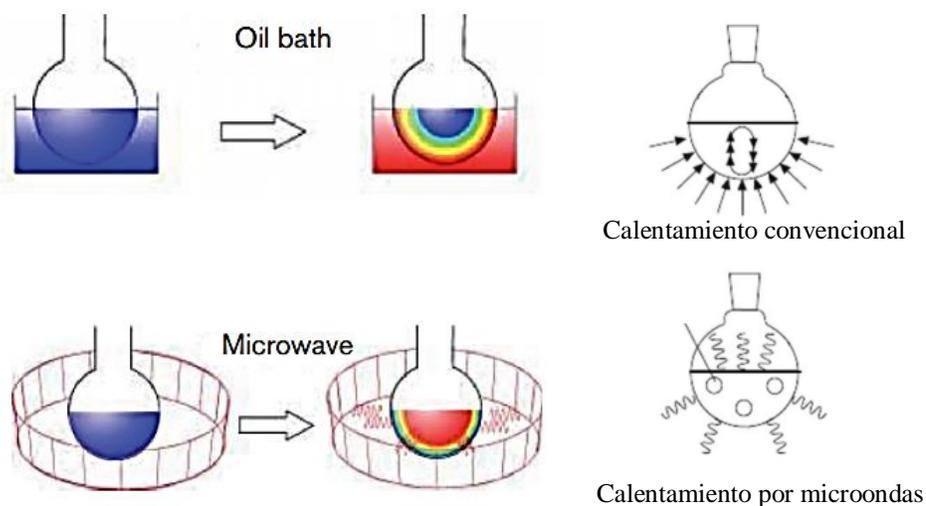


Figura 13. Mecanismo de calentamiento por radiación de microondas (Figura adaptada de Aradilla *et al.*, 2009 p. 56).

Los mecanismos de transferencia de la energía de la radiación de microondas para conseguir el calentamiento en la materia son: **la rotación dipolar y la conducción iónica** resultando en un calentamiento focalizado e independiente de la conductividad térmica del recipiente

Rotación dipolar. La rotación dipolar es una interacción en la cual las moléculas polares intentan alinearse sobre el campo eléctrico de la radiación microondas mientras éste cambia, consiguiendo de esta forma una transferencia de energía

Conducción iónica. La conducción iónica se da cuando hay especies iónicas libres o iones libres presentes en una disolución. El campo eléctrico genera un movimiento iónico en el cual las especies intentan orientarse de acuerdo al cambio del campo eléctrico de la radiación microondas, de forma análoga a la rotación dipolar. La conductividad iónica, también es afectada por la temperatura de la sustancia, dado que, sí la temperatura incrementa, la transferencia de energía llega a ser más eficiente.

Es importante señalar la diferencia entre un microondas domestico (multimodal, en el que la energía se disipa en múltiples direcciones) **Figura 14 a)** de uno químico (focalizado, la energía viaja en una sola dirección), logrando una mayor cinética en las extracciones y alcanzando mayores temperaturas, **Figura 14 b).**

Por todo lo anterior la radiación microondas es una alternativa eficaz a los métodos convencionales que se adapta a la sostenibilidad del medio ambiente de acuerdo con la filosofía de la Química Verde (Aradilla *et al.*, 2009 p.55-58).

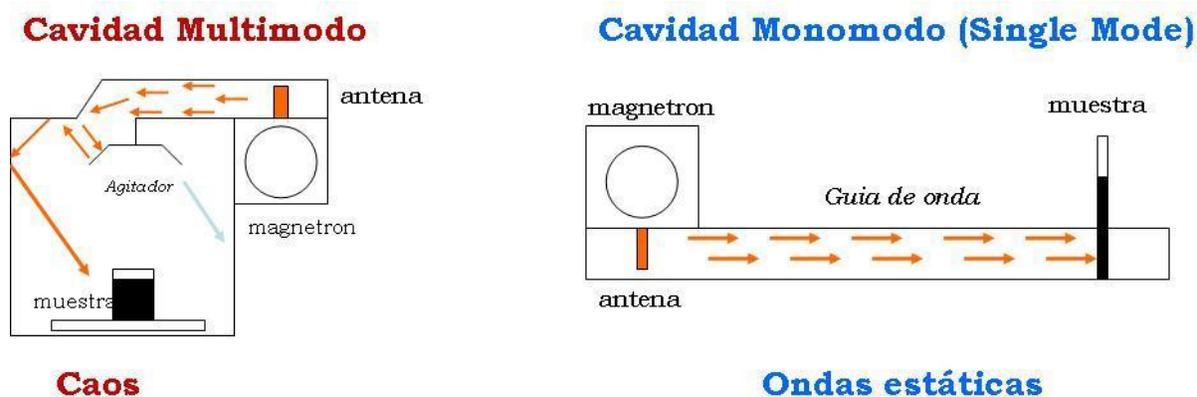


Figura 14. Microondas multimodal y monomodal Figura obtenida de: <http://cerev.info/addzthis-monomodo-vs-multimodo.htm>

3.1 Objetivos Particulares

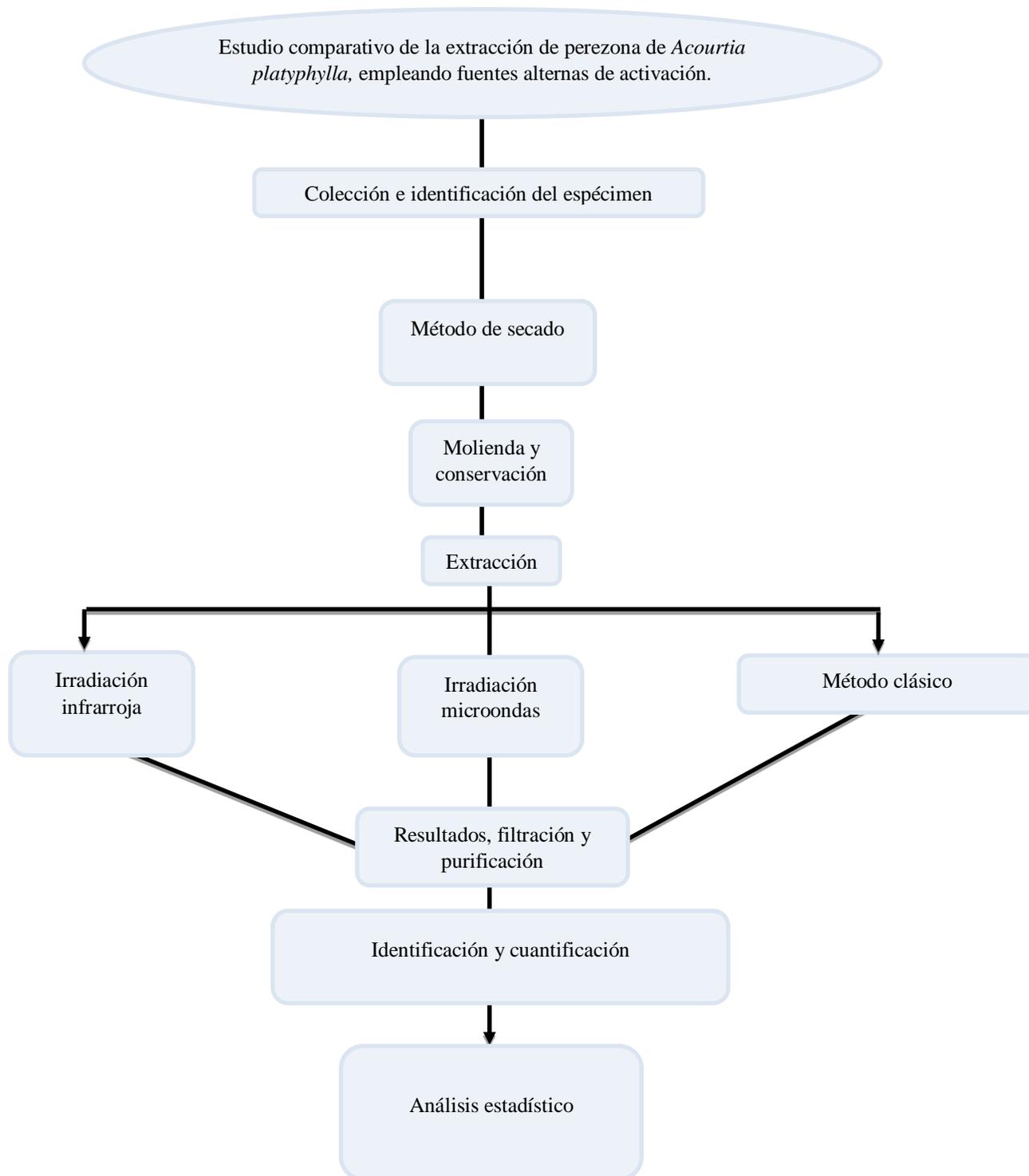
- Comparar las irradiaciones electromagnéticas de infrarrojo, microondas y el método clásico en la extracción de perezona de la especie *Acourtia platyphylla*.
- Encontrar las mejores condiciones de tiempo y temperatura en la extracción de perezona de la especie *Acourtia platyphylla*.
- Obtener los espectros de resonancia magnética nuclear de ^1H y espectrometría de masas de los compuestos aislados.
- Bajo la filosofía de la Química Verde, comparar el rendimiento y selectividad obtenido de las metodologías propuestas.

4. HIPÓTESIS

Las ondas electromagnéticas de infrarrojo y microondas, tienen una rápida interacción con las moléculas, mejorando rendimientos y tiempos de extracción, si aplicamos estas irradiaciones electromagnéticas en la obtención de perezona, podremos obtener un mejor rendimiento y selectividad, comparándolos con el método clásico reportado en la literatura.

5. PARTE EXPERIMENTAL

Esquema 2. Metodología



6. COLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DEL ESPÉCIMEN VEGETAL

Entre los meses de septiembre y octubre, se colectaron muestras del espécimen vegetal *Acourtia platyphylla*, principalmente las raíces, en una zona endémica ubicada en el Estado de México, la Sierra de Guadalupe, del Municipio de Coacalco de Berriozábal en las coordenadas: ladera oeste del cerro norte 1935.955 oeste 9905.424s elevación 9110 pies.



Figura 15. Google. (s.f.). [Mapa de Sierra de Guadalupe, Estado de México en Google maps]. https://satellites.pro/mapa_de_Coacalco_de_Berriozaval.Estado_de_Mexico.Mexico#G19.588742,-99.101486,12



Figura 16. Especimen recolectado de *Acourtia platyphylla*, se pueden observar pequeñas flores de color morado características que ayudaron en la localización.

Para la herborización de los especímenes de *Acourtia platyphylla* colectados, se envolvieron en papel periodico y en los extremos placas de madera, formando una especie de sandwich, cambiando con regularidad el papel periodico, hasta que se realizó la identificación taxonomica.

Con ayuda del Doctor Luis Isaac Aguilera Gomez de la Facultad de Ciencias de la Universidad Autónoma del Estado de México, se realizó la identificación taxonomica, dando como resultado que el espécimen vegetal pertenece a la familia compositae género de las *Acourtias* y especie *platyphylla* (**Anexo 1**).

7. MÉTODO DE SECADO

Una vez recolectados suficientes raices de *Acourtia platyphylla*, se separaron, limpiaron y se dejaron secar sobre papel periodico (deseccación al aire libre), con el fin de disminuir la cantidad de humedad para que no interfiriera en las posteriores extracciones



Figura 17. Secado de las raíces recolectadas de *Acourtia platyphylla*

8. MOLIENDA Y CONSERVACIÓN

Con ayuda de un molino se realizó la molienda de las raíces, con el fin de disminuir el tamaño de partícula e incrementar la superficie de contacto entre el material y el disolvente, el material triturado se conservó en frascos de vidrio de color ámbar.



Figura 18 y 19. Molienda de raíces recolectadas de *Acourtia platyphylla*



9. EXTRACCIÓN

Bajo la filosofía de la Química Verde, se procedió a encontrar y comparar las mejores condiciones de tiempo y temperatura en la extracción de perezona de la especie *Acourtia platyphylla*, empleando irradiaciones electromagnéticas de infrarrojo, microondas y el método clásico.

Todos los experimentos se realizaron usando 5g de la raíz previamente seca y molida, el disolvente usado fue *n*-hexano, debido a que la perezona es soluble en él. Para cada fuente de activación, todos los ensayos se efectuaron por triplicado, modificando las condiciones de: temperatura, potencia, el tiempo de extracción y uso de disolvente.

- **Infrarrojo (IR)**
- **Microondas (MO)**
- **Método clásico (RF)**

Tabla 1. Material y equipo empleados en la extracción

Extracción con IR	Extracción con MO	Extracción térmica
IR cercano (flavor wave)	Microondas focalizado	Matilla con agitación
Matraz Erlenmeyer 125 mL	Refrigerante junta 24/40	Refrigerante junta 24/40
Algodón	Matraz de bola de 100 mL junta 24/40	Matraz de bola de 100 mL junta 24/40
Barra y agitador magnético	Barra magnética	Barra magnética
	Termómetro	Termómetro
Disolventes: <i>n</i>-hexano, acetato de etilo		
Nomenclatura de experimentos		
IR15CNDISOL	MO100W50C	1°RF3HR
IR15SNDISOL	MO30W50C	2°RF3HR
IR30CNDISOL	MO100W60C	

9.1 Radiación infrarroja

En la extracción por radiación infrarroja, se utilizó el equipo de infrarrojo cercano comercialmente conocido como Flavorwave®.

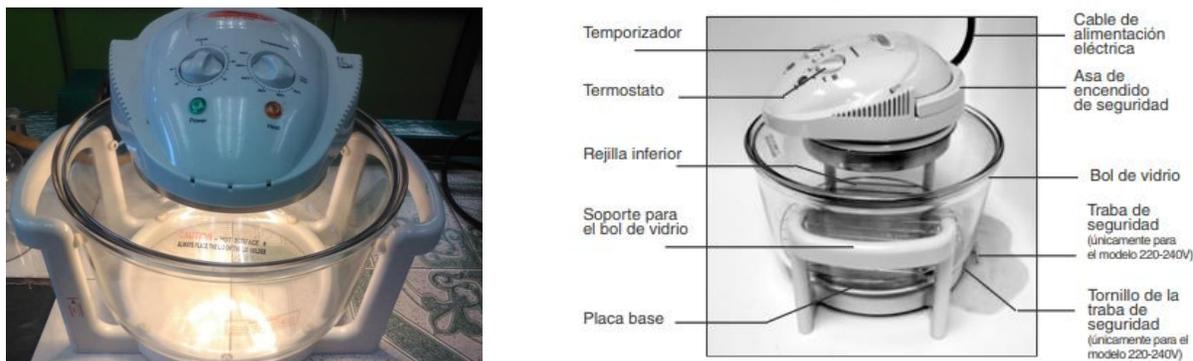


Figura 20. Fotografía y diagrama del equipo Flavorwave®, empleado para la extracción de perezona

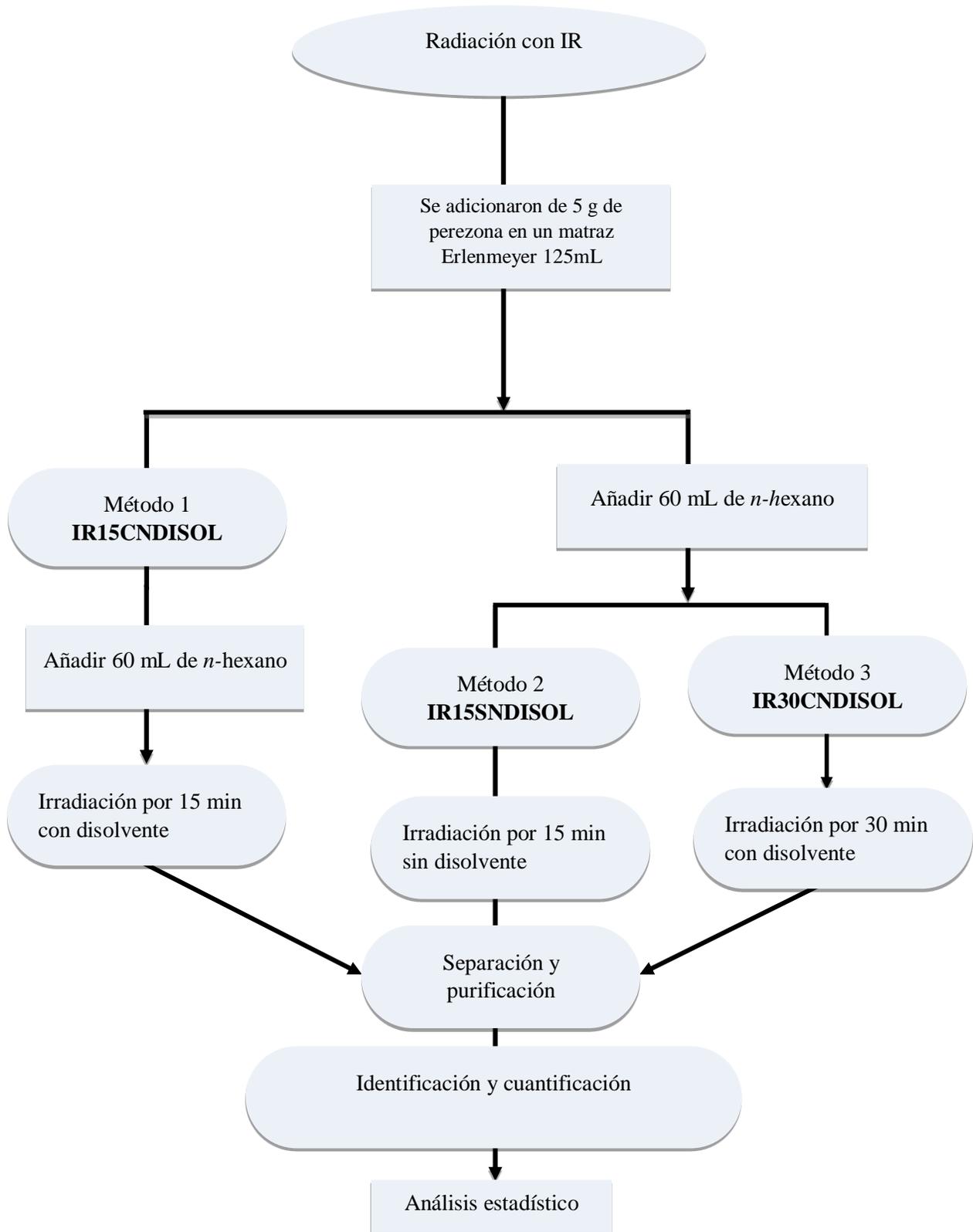
Se realizaron 3 experimentos diferentes, en los cuales las variables fueron: el tiempo de radiación y el uso de disolvente.

La temperatura usada en cada ensayo fue la mínima disponible en el equipo Flavorwave® (121°C), empleando 5g de raíz previamente triturada, con periodos de irradiación y reposo de 5 minutos y dependiendo el caso, adicionando 60 mL de *n*-hexano, se consideró que los tiempos finales de irradiación fueran de 15 y 30 minutos, cada ensayo se efectuó por triplicado con el fin de realizar un análisis estadístico posterior, a continuación se describe la nomenclatura asignada y las condiciones particulares empleadas en cada uno de los ensayos realizados así como un esquema general.

Tabla 2. Nomenclatura y descripción de cada ensayo

Nomenclatura	Descripción
IR15CNDISOL	Método sin disolvente, 5 min de irradiación, 5 min de reposo, tiempo total de irradiación 15 min.
IR15SNDISOL	Método con 60 mL de <i>n</i> -hexano, 5 min de irradiación, 5 min de reposo, tiempo total de irradiación 15 min.
IR30CNDISOL	Método con 60 mL de <i>n</i> -hexano, 5 min de irradiación, 5 min de reposo, tiempo total de irradiación 30 min.

Esquema 3. Infrarrojo



9.2 Microondas

En la extracción por radiación microondas, se utilizó un microondas químico marca CEM Discover®.



Figura 21. Microondas químico marca CEM Discover® empleado para en la extracción.

Se propusieron 3 experimentos diferentes, en los cuales las variables fueron: el voltaje y la temperatura.

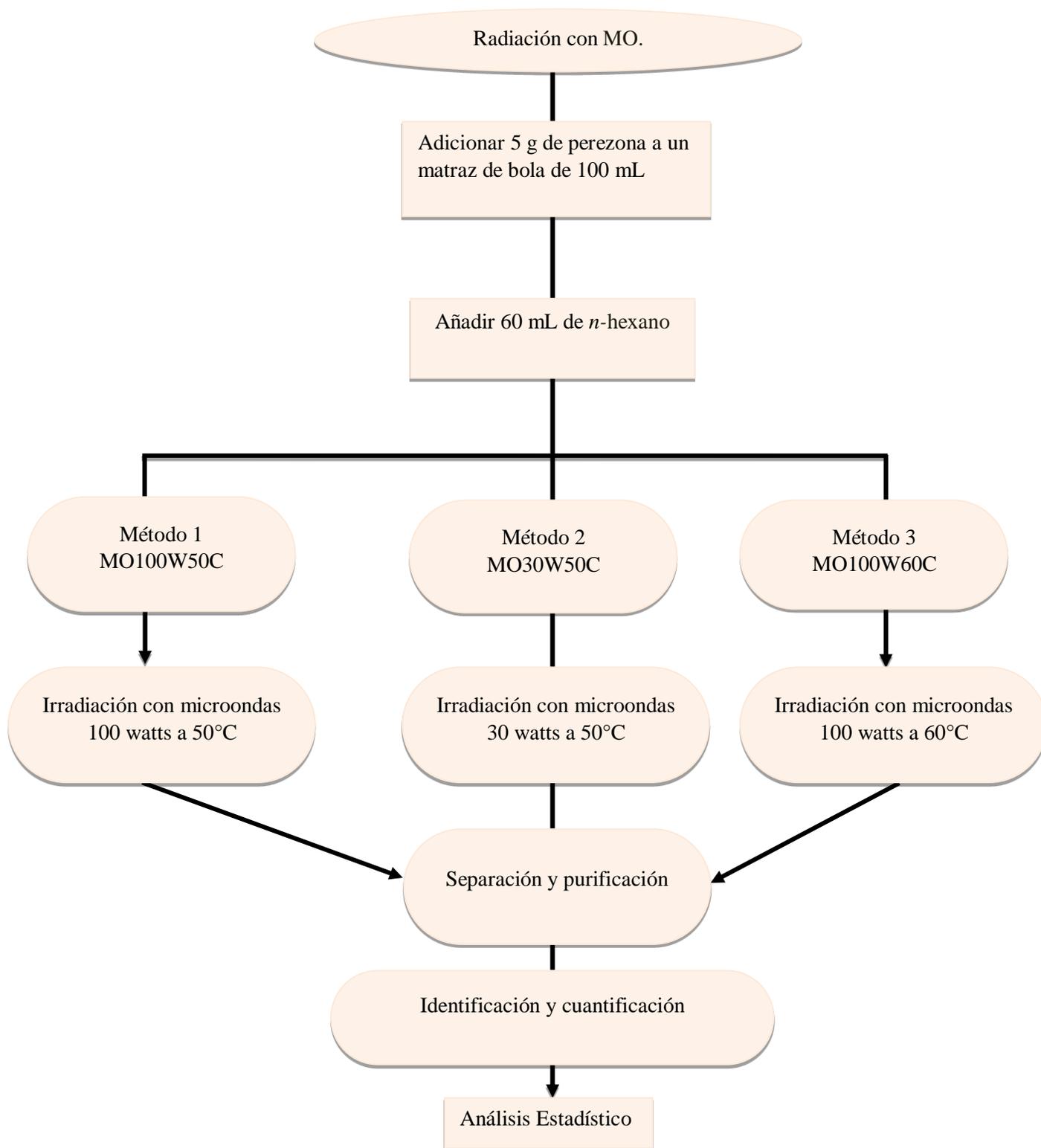
Para cada ensayo se emplearon 5g de raíz previamente triturada y el tiempo de irradiación fue de 5 minutos, la cantidad de disolvente(*n*-hexano) adicionado fue de 60 mL, cada ensayo se realizó por triplicado con el fin de hacer un análisis estadístico posterior.

a continuación, se describe la nomenclatura asignada y las condiciones particulares empleadas en cada uno de los ensayos realizados, así como un esquema general.

Tabla 3. Nomenclatura y descripción de cada ensayo

Nomenclatura	Descripción
MO100W50C	Método con 60 mL de <i>n</i> -hexano; 100 watts; temperatura 50 °C; 5 min de irradiación
MO30W50C	Método con 60 mL de <i>n</i> -hexano; 100 watts; temperatura 50 °C; 5 min de irradiación
MO100W60C	método con 60 mL de <i>n</i> -hexano; 100 watts; temperatura 60 °C; 5 min de irradiación.

Esquema 4. Microondas

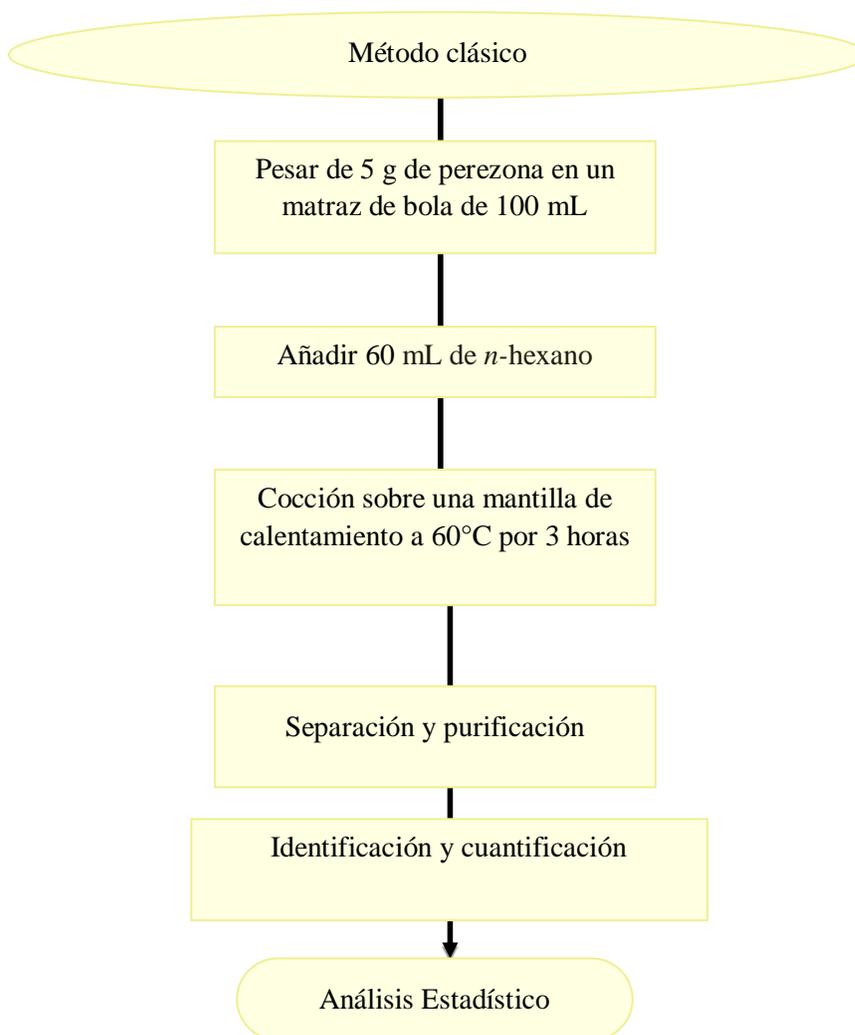


9.3 Método clásico

En el método clásico, se empleó un matraz de bola conectado a un refrigerante se usó una mantilla de calentamiento marca SEV manteniendo una temperatura constante de 70 °C aproximadamente por un lapso de 3 horas.

Para cada ensayo se adicionaron 5g de raíz previamente triturada en 60 mL de *n*-hexano, en esta metodología en particular no hubo modificaciones a ninguna variable, las tres repeticiones se realizaron bajo las mismas condiciones anteriormente detalladas con el fin de hacer un análisis estadístico posterior.

Esquema 5. Método clásico



10. RESULTADOS

Cada extracto obtenido presentaba una consistencia desigual, algunos con coloración rojiza, otros con coloración amarillo paja, algunos con apariencia aceitosa, así como diversos sedimentos correspondientes a la raíz triturada, en un recipiente de vidrio limpio y seco, previamente tarado, se filtró a gravedad cada extracto, separando los sedimentos, se evaporo el disolvente permitiendo la concentración del extracto y nucleación de los cristales que presentaron un color amarillo.



Figura 22. Filtración del extracto de perezona



Figura 23. Extractos de perezona con coloración rojiza de apariencia aceitosa

Los extractos que presentaron una coloración rojiza de apariencia aceitosa, suponían impurezas, debido a que la perezona en forma pura ostenta una coloración naranja y una forma de pequeños cristales, siendo así por medio de cromatografía en placa preparativa (sílice), se mejoró la pureza del extracto mediante cromatografía en capa fina con un sistema de elución *n*-hexano/acetato de etilo 90:10; a continuación, los extractos fueron recrystalizados empleando *n*-hexano caliente formándose pequeños cristales anaranjados obteniendo perezona en una forma más pura.

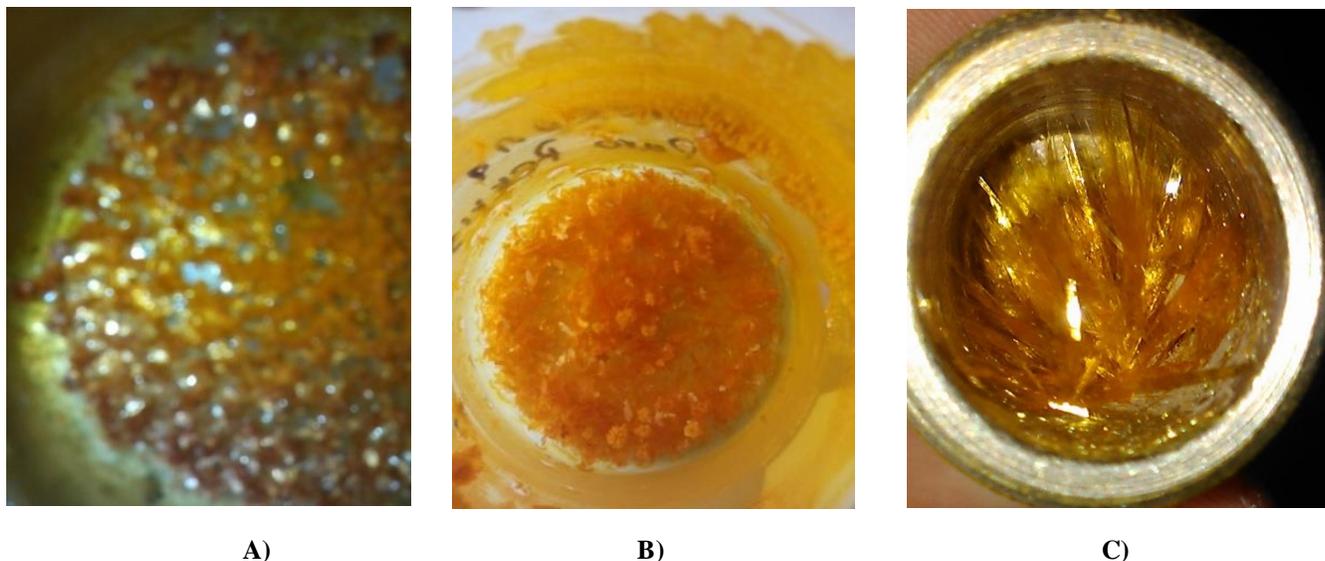


Figura 24. Apariencia de los extractos de perezona **A)** antes, **B)** después de purificar y separar en cromatografía de placa preparativa y **C)** formación de cristales

11. CUANTIFICACIÓN

Con los cristales de perezona obtenidos en el paso anterior, se realizaron los estudios de cuantificación de perezona, para cada extracto, mediante Resonancia magnética nuclear de protón ^1H como se explica a continuación:

Se tomaron 30 mg del extracto final de perezona a los cuales se adicionó 10 mg de 1,4-dinitrobenceno, como patrón interno, disueltos en 0.7 mL de cloroformo deuterado, las muestras fueron analizadas en un equipo de Resonancia Magnética Nuclear marca Varian Mercury-300 a 300 MHz. Con base a la relación de las señales del patrón y la muestra obtenidos en los espectros, se llevó a cabo la cuantificación de perezona contenida en los de 5 g de muestra agregados al inicio de cada metodología.

Para realizar el análisis y cuantificación de la perezona, se adicionó 1,4- dinitrobenzeno como patrón interno

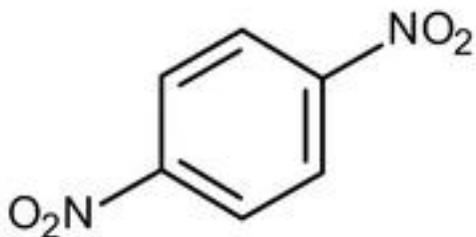


Figura 25. Estructura de 1,4- dinitrobenzeno

Fórmula química: 1,4-(NO₂)₂C₆H₄

Masa molar: 168.1 g/mol

Tabla 4. Resultados obtenidos para cada metodología.

Metodología	Raíz (mg)	Material extraído (mg)	Extracto %	señal muestra	señal estándar	Perezona en 30mg (mg)	perezona en el extracto (mg)	perezona en el extracto (%)	% de Perezona en 5g de raíz
IR. Sin disolvente 15 min de radiación	5010	240	4.79	2.32	13.05	10.5	83.9	34.97	1.68
	5010	260	5.19	2.60	6.36	24.1	209.1	80.42	4.17
	5000	260	5.20	1.32	14.26	5.5	47.3	18.21	0.95
IR. Con disolvente 15 min de radiación	5010	330	6.59	2.53	6.45	23.1	254.6	77.16	5.08
	5010	410	8.18	2.8	7.17	23.0	315.0	76.82	6.29
	5000	450	9.0	3.07	7.53	24.1	360.9	80.20	7.22
IR. Con disolvente 30 min de radiación	5000	260	5.2	0.52	7.77	3.9	34.2	13.16	0.68
	5000	270	5.4	1.55	6.37	14.4	129.2	47.86	2.58
	5000	310	6.2	1.27	8.36	9.0	92.6	29.88	1.85
MO.100 watts; 50 °C; 5 min de radiación	5010	250	5.0	0.77	6.34	7.2	52.8	21.13	1.19
	5020	240	4.8	0.95	9.46	5.9	75.7	31.53	0.94
	5010	260	5.2	0.7	6.76	6.1	58.6	22.53	1.06
MO.30 watts; 50 °C; 5 min de radiación	5010	220	4.39	0.95	7.54	7.4	55.3	25.13	1.09
	5000	240	4.80	1.04	7.41	8.3	59.3	24.70	1.33
	5010	230	4.59	0.84	5.99	8.3	45.9	19.97	1.27
MO.100 watts; 60 °C; 5 min de radiación	5000	320	6.4	1.71	6.21	16.2	66.2	20.70	3.47
	5020	260	5.18	1.94	6.35	18.0	55.0	21.17	3.11
	5010	280	5.59	1.97	7.25	16.0	67.7	24.17	2.99
Método clásico por 3 horas	5000	260	5.2	1.31	11.92	6.5	103.3	21.62	1.12
	5000	280	5.6	1.28	13.47	5.6	125.7	18.69	1.05
	5000	260	5.2	1.25	12.73	5.8	110.3	19.32	1.00

A continuación, a manera de ejemplo se calcularon los valores obtenidos para el primer experimento.

En la **primera columna** se muestra la cantidad de raíz en mg empleada para cada experimento. Los datos de la **segunda columna** corresponden a la cantidad de extracto obtenido en mg al final de cada extracción. La **tercera columna** corresponde al porcentaje de extracto obtenido a partir de los 5 g de raíz esto es:

$$\left(\frac{5000 \text{ mg raíz}}{\text{extracto mg}}\right) \times \left(\frac{100\%}{X}\right)$$

X = 4.79% de material extraído a partir de 5 g aprox.

La **cuarta y quinta columna** contienen los valores de las señales de los espectros obtenidos para cada experimento y corresponden al patrón interno y de la perezona de cada muestra analizada. Los resultados de la **sexta columna** se obtuvieron usando 30 mg de cada extracto, que fueron analizados por Resonancia Magnética Nuclear y con base a las proporciones de las señales del patrón y la muestra obtenidos, se determinó la cantidad de perezona en los 30 mg usados para el análisis de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Perezona en 30 mg de extracto} = \frac{\frac{\text{integral muestra}}{\text{protones unidad de perezona}}}{\frac{\text{integral estándar}}{\text{protones estándar}}} \times \frac{\text{mg estándar}}{\text{PM "estándar"}} \times \text{PM de perezona}$$

En donde:

protones muestra	1		protones estándar	4
PM perezona (mg/mol)	248		PM estándar (mg/mol)	168.1
Muestra ext. (mg)	30		mg estándar	10

$$\text{Perezona en 30 mg de extracto} = \frac{\frac{2.32}{1}}{\frac{13.05}{4}} \times \frac{10 \text{ mg}}{168.1 \text{ mg/mol}} \times 248 \text{ mg/mol}$$

$$\text{Perezona en 30 mg de extracto} = \frac{2.32}{3.26} \times 0.059 \text{ mg} \times 248$$

$$\text{Perezona en 30 mg de extracto} = 0.711 \times 14.63$$

$$\text{Perezona en 30 mg de extracto} = 10.4 \text{ mg}$$

Una vez calculado la cantidad de perezona en los 30 mg de extracto, se determinó la cantidad de perezona en el extracto (**columna 7**) de la siguiente manera:

$$\frac{\text{En 30 mg de extracto}}{\text{En 240 mg de extracto}} \times \frac{10.49 \text{ mg de perezona}}{X \text{ mg de perezona}}$$

X = 83.9 mg corresponden a perezona de los 240 mg de material extraído

En la **columna 8** se calculó en porcentaje de perezona con respecto a la cantidad de extracto obtenido

$$\frac{240 \text{ mg de extracto}}{83.9 \text{ mg de perezona}} \times \frac{100 \%}{X}$$

X = 34.9 % de perezona en el extracto

Y por último en la **9° columna** se determinó el porcentaje de perezona que se obtuvo a partir de 5010 mg de raíz usada en el primer experimento

$$\frac{5010 \text{ mg de raíz}}{83.9 \text{ mg de perezona}} \times \frac{100 \%}{X}$$

X = 1.6 % de perezona obtenida a partir de 5010 mg de raíz

12. IDENTIFICACIÓN

La identificación de perezona obtenida en los extractos se realizó mediante Cromatografía de Gases acoplado a Espectrometría de Masas en donde 1 mg (aproximadamente) de extracto seco de perezona fue sometido a un proceso de derivatización, el cual es un proceso químico que consiste en modificar químicamente un compuesto para producir un derivado con nuevas propiedades que faciliten su análisis, en este caso se empleó MSTFA (*N*-metil-*N*-trimetilsililtrifluoroacetamida).

Fórmula molecular: $C_6 H_{12} F_3 NOSi$

Peso molecular: 199.248 g / mol

este reactivo es un eficaz donante de trimetilsililo que reacciona para reemplazar los hidrógenos lábiles en una amplia gama de compuestos. Se utiliza para preparar derivados volátiles y térmicamente estables en la técnica de cromatografía de gases y en la espectrometría de masas (“Thermo scientific”, manual de MSTFA)



Figura 26. A) Estructura 2D y B) Estructura 3D de MSTFA

Imagen obtenida de: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/mstfa#section=Top>
PubChem, Base de datos de Química abierta, Compuesto Resumen para CID 32510

El reactivo MSTFA tiene la capacidad de reemplazar los hidrógenos lábiles y debido a que en la molécula de perezona tiene un grupo hidroxilo, ahí es donde se llevara a cabo la reacción de derivatización, a continuación, se propone el mecanismo de reacción entre perezona y MSTFA **Figura 27.**

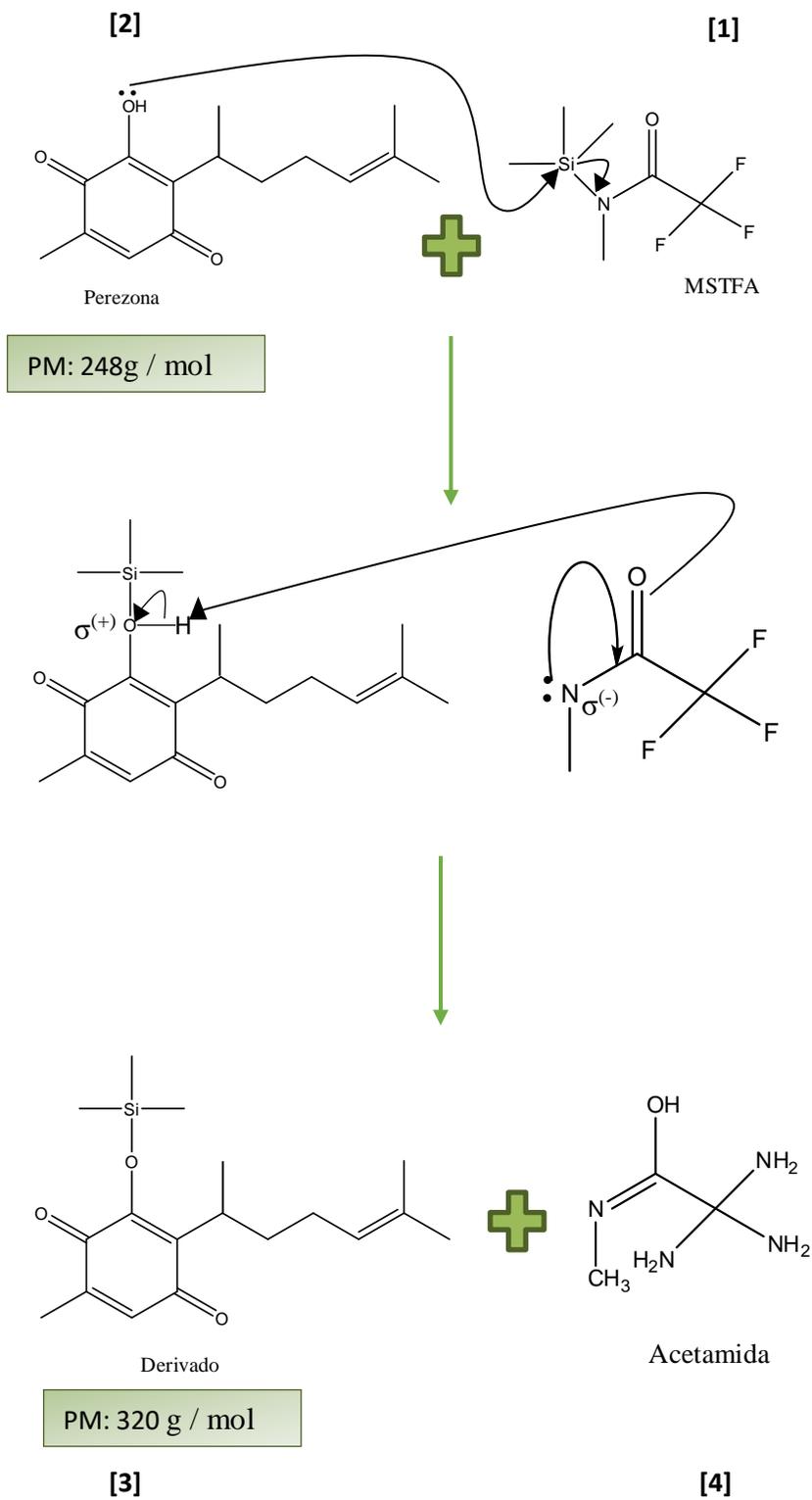


Figura 27. Mecanismo de reacción propuesto que corresponde al de una sustitución nucleofílica SN_2 , sobre el átomo de silicio del trimetilsilil del agente derivatizante.

Como se puede observar en la **Figura 27**. La propuesta del mecanismo de reacción corresponde al de una sustitución nucleofílica SN_2 , sobre el átomo de silicio del trimetilsilil (TMS) del agente derivatizante en donde cada número corresponde a los componentes de la reacción.

[1] Sustrato- Especie que contiene el grupo saliente

[2] Nucleófilo- Base de Lewis capaz de atacar a átomos con polaridad (o carga) positiva

[3] Producto de reacción

[4] Grupo saliente- Especie que abandona el sustrato, siendo sustituida por el nucleófilo.

El peso molecular de la perezona aumenta, (de 248 g/mol a 320 g / mol) esto se debe al que el grupo que se adiciona (TMS) tiene un peso molecular de 73g / mol, dando un total de 321 g / mol.

Sin embargo, tomando en cuenta que en el momento de la adición la molécula de perezona pierde un Hidrogeno, el peso real del derivado de perezona-TMS tendría que ser de **320 g/mol**.

Por lo que la identificación de perezona se realizó mediante Cromatografía de Gases acoplado a Espectrometría de Masas de baja resolución, obteniéndose el siguiente espectro de masas

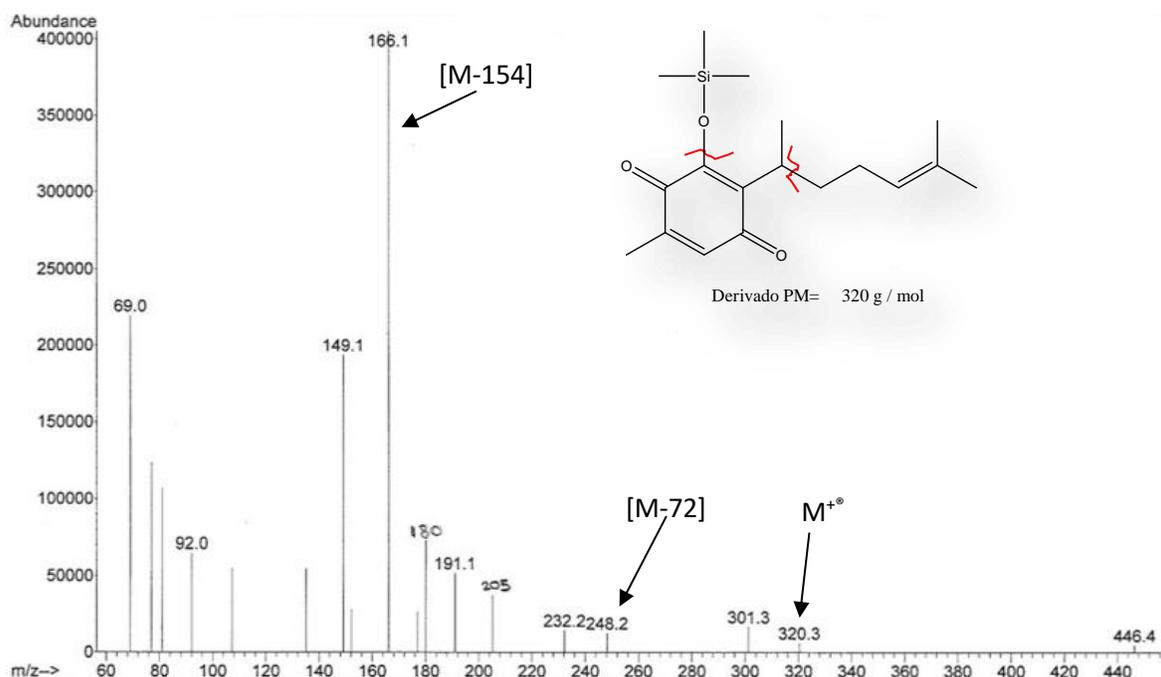


Figura 28. Espectro de masas de perezona obtenido mediante CGMS de baja resolución.

A continuación, se presentan las condiciones cromatográficas empleadas:

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS: GC MS

```
D:\GCMS_DATA\METHODS\AMG_SIM.M

Control Information
-----

Sample Inlet      : GC
Injection Source  : GC ALS
Mass Spectrometer : Enabled

No Sample Prep method has been assigned to this method.

Oven
Equilibration Time      0.5 min
Max Temperature         325 degrees C
Slow Fan                Disabled
Oven Program           On
    90 °C for 1 min
    then 15 °C/min to 240 °C for 2 min
    then 25 °C/min to 310 °C for 2 min
Run Time                17.8 min

Front Injector
Syringe Size           10 µL
Injection Volume       3 µL

Front SS Inlet He
Mode                   Pulsed Splitless
Heater                 On      280 °C
Pressure               On      34.9 psi
Total Flow             On      93.997 mL/min
Septum Purge Flow     On      2 mL/min
Gas Saver              On      15 mL/min After 2 min
Injection Pulse Pressure 40 psi Until 1 min
Purge Flow to Split Vent 90 mL/min at 1 min

Thermal Aux 2 (MSD Transfer Line)
Heater                 On
Temperature Program   On
    280 °C for 0 min
Run Time              17.8 min

Column #1
Agilent 19091Z-002: USB286625J
HP-1 Methyl Siloxane
325 °C: 25 µm x 200 µm x 0.11 µm
In: Front SS Inlet He
Out: Vacuum

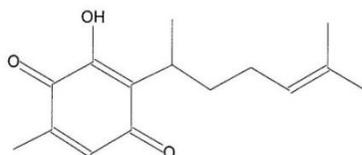
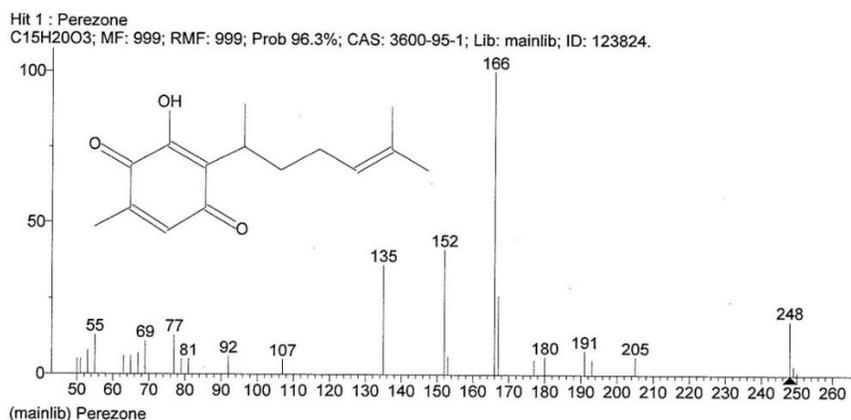
{Initial}             90 °C
Pressure              34.9 psi
Flow                  1.997 mL/min
Average Velocity      57.48 cm/sec
Holdup Time          0.72489 min
Pressure Program     On
    34.9 psi for 0 min
Run Time              17.8 min
```

MS ACQUISITION PARAMETERS

Figura 29. Condiciones cromatográficas.

FarHawk, Marketing Services especifica en su página que algunos equipos de GCMS cuentan con la biblioteca espectral de masas NIST, así como el programa MS Search V2.0, herramientas de bases de datos que están desarrolladas y respaldadas por el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología.

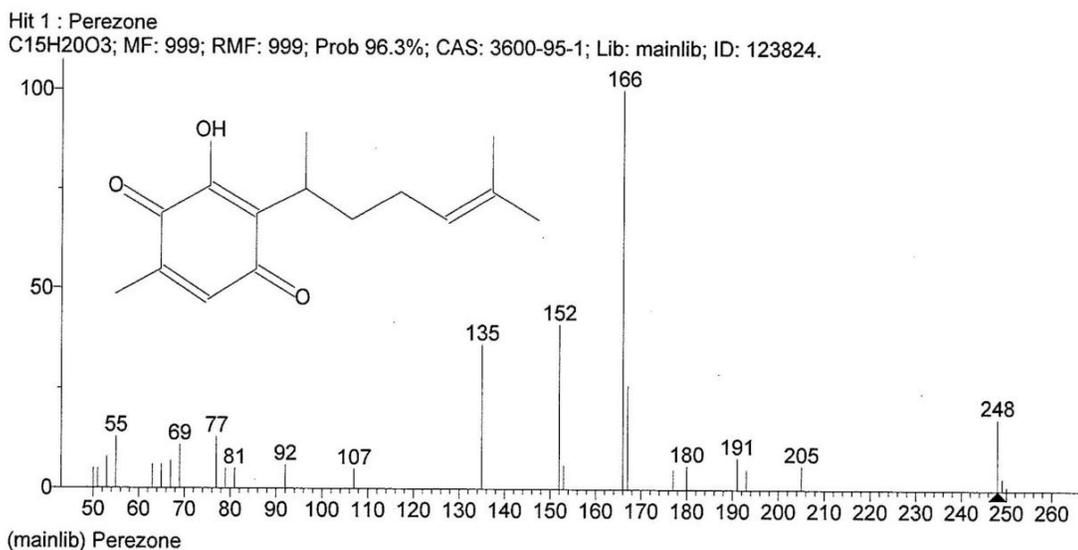
Ayudándonos del programa MS Search V2.0 que trabaja en conjunto con la biblioteca espectral de masas NIST, Se obtuvo una referencia de un espectro de masas de perezona **Figura 30**.



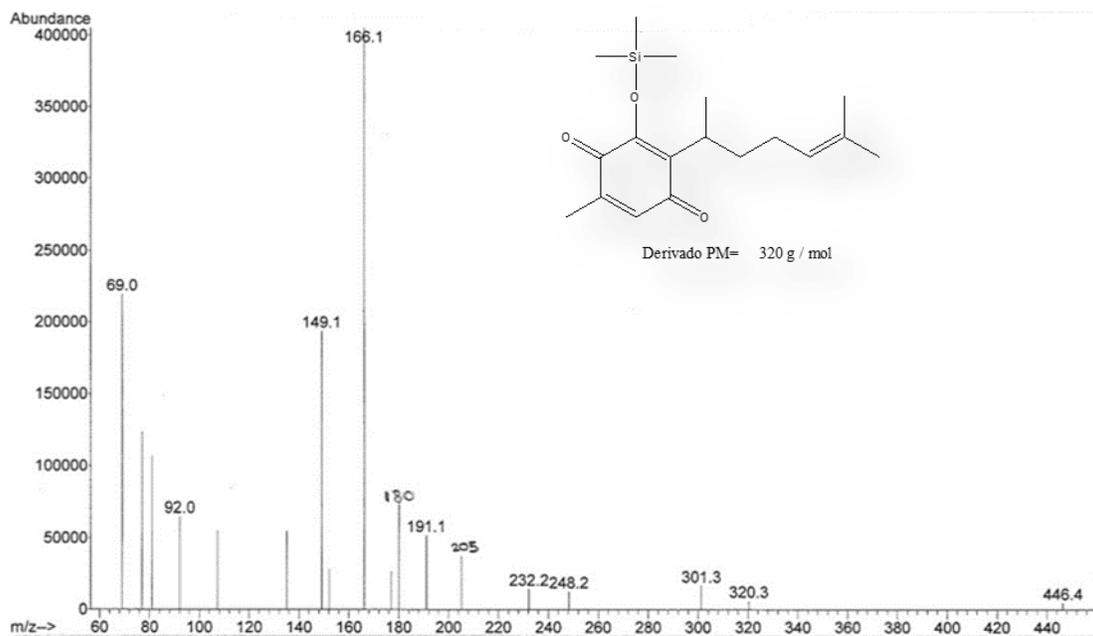
Name: Perezone
 Formula: C₁₅H₂₀O₃
 MW: 248 CAS#: 3600-95-1 NIST#: 58050 ID#: 123824 DB: mainlib
 Other DBs: None
 Contributor: R.W.A. OLIVER UNIV. OF SALFORD, SALFORD, LANCASHIRE, UK
 10 largest peaks:
 166 999 | 152 410 | 135 360 | 167 260 | 248 180 | 55 130 | 77 130 | 69 110 | 53 80 | 191 80 |
 26 m/z Values and Intensities:
 50 50 | 51 50 | 53 80 | 55 130 | 63 60 | 65 60 | 67 70 | 69 110 | 77 130 | 79 50 |
 81 50 | 92 60 | 107 50 | 135 360 | 152 410 | 153 60 | 166 999 | 167 260 | 177 50 | 180 60 |
 191 80 | 193 50 | 205 60 | 248 180 | 249 30 | 250 10 |
 Synonyms:
 1.2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, 2-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)-3-hydroxy-5-methyl-, (R)-
 2.p-Benzoquinone, 2-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)-3-hydroxy-5-methyl-
 3.2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, 2-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)-3-hydroxy-5-methyl-, (-)-
 4.2-(1,5-Dimethyl-4-hexenyl)-3-hydroxy-5-methylbenzo-1,4-quinone #

Figura 30. Espectro de masas de perezona, obtenido a partir de la biblioteca espectral de masas NIST.

Y al comparar los espectros se observa la similitud entre ambos espectros de masas, lo cual confirma que el proceso de extracción de perezona se realizó satisfactoriamente



A)



B)

Figura 31. Comparación de espectros **A)** Espectro de masas obtenido mediante CGMS y **B)** Espectro de masas de perezona, obtenido a partir de la biblioteca espectral de masas NIST.

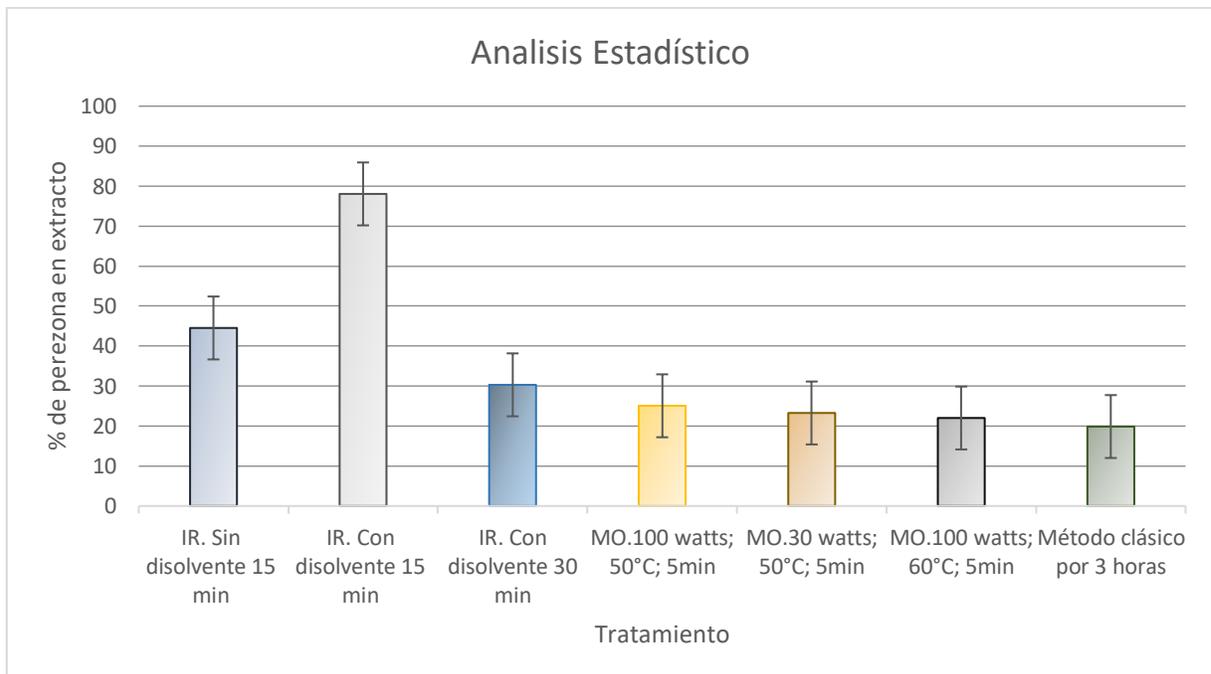
13. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

En la siguiente tabla se resumió la cantidad de perezona obtenida en cada metodología, facilitando la comparación de manera visual, respecto a que metodología fue más eficaz respecto a la extracción de perezona

Tabla 5. Perezona obtenida en cada metodología

METODOLOGÍA	Perezona en el extracto (%)			Media	Desv
IR. Sin disolvente 15 min	34.97	80.42	18.21	44.53	32.19
IR. Con disolvente 15 min	77.16	76.82	80.20	78.06	1.86
IR. Con disolvente 30 min	13.16	47.86	29.88	30.30	17.35
MO.100 watts; 50°C; 5min	21.13	31.53	22.53	25.07	5.64
MO.30 watts; 50°C; 5min	25.13	24.70	19.97	23.27	2.87
MO.100 watts; 60°C; 5min	20.70	21.17	24.17	22.01	1.88
Método clásico por 3 horas	21.62	18.69	19.32	19.88	1.54

Gráfico1. Resumen de metodologías y materiales empleados en cada extracción



En el caso de las **radiaciones infrarrojas**, fueron las que obtuvieron una mayor cantidad de perezona en el extracto, las variables de cada experimento fueron, el uso de disolvente, y el tiempo de irradiación, por lo que podemos decir que:

- En comparación al tratamiento térmico convencional, el tiempo, así como el gasto energético son menores, y fue esta metodología la que obtuvo los mejores resultados.
- Las condiciones más óptimas para llevar a cabo la extracción de perezona, son el uso de disolvente (*n*-hexano) y 15 minutos de radiación.
- En los 2 experimentos donde el tiempo de radiación fue similar (de 15 minutos), fueron los de mayor extracción.
- El experimento en donde el tiempo de radiación fue mayor (de 30 minutos), corresponde a una menor extracción.

Para el caso de las **radiaciones de microondas**, se observa en el gráfico que la cantidad de perezona extraída no supera a la obtenida mediante radiación infrarroja, pero supera levemente al tratamiento térmico convencional, la cantidad *n*-hexano para cada experimento fue de 60 mL y las variables fueron la temperatura y el voltaje, por lo tanto:

- Para cada metodología la cantidad de perezona extraída, es muy similar, siendo levemente superior el experimento de 100 watts; 50 °C; 5 min de exposición.
- La variable voltaje no es significativa en la cantidad de perezona extraída.
- La variable temperatura no es significativa en la cantidad de perezona extraída.
- En todos los casos se empleó 5 minutos de radiación, por lo que el gasto energético y de tiempo es menor, pero también lo es la cantidad de perezona.

Por último, empleando el **tratamiento clásico** en la extracción de perezona, las condiciones experimentales fueron: 60 mL de *n*-hexano y calentamiento por 3 horas, y con base al gráfico podemos decir que:

- De todas las metodologías, esta fue la de menor extracción de perezona.
- Entre la radiación de microondas y el tratamiento térmico convencional, la cantidad de perezona obtenida es muy similar.

- El gasto energético, así como el tiempo necesario para la extracción de perezona, es mayor que el empleado en las demás metodologías y la cantidad de perezona extraída es menor.

13.1 Análisis de varianza de un solo factor

Se puede observar en la **Tabla 5** que los resultados obtenidos, son distintos, pero se debe tener en cuenta que, aunque numéricamente los datos son diferentes, no significa que estadísticamente lo sean. A continuación, se demostrará que cada metodología es diferente estadísticamente.

Lo anterior se puede demostrar mediante el análisis de varianza de un solo factor, primero se crea una hipótesis nula y una hipótesis alternativa H^0 y H^1 respectivamente y significarán lo siguiente:

H^0 . Significa que la sumatoria de los resultados es igual y por lo tanto la cantidad de perezona extraída es similar en todas las metodologías.

H^1 . Significa que la sumatoria de los resultados no es igual y por lo tanto la cantidad de perezona extraída, en al menos una de las metodologías es diferente.

En la siguiente tabla, se resume la cantidad de perezona extraída en cada metodología, así como el análisis de varianza de un solo factor que demostrará cuál de las 2 hipótesis se cumple

Tabla 6. Perezona extraída en cada metodología

Metodología	Extracto obtenido (mg)	% de perezona en el extracto	% de perezona en 5g de raíz
IR. Sin disolvente 15 min de radiación	240	34.97	1.68
	260	80.42	4.17
	260	18.21	0.95
IR. Con disolvente 15 min de radiación	330	77.16	5.08
	410	76.82	6.29
	450	80.20	7.22
IR. Con disolvente 30 min de radiación	260	13.16	0.68
	270	47.86	2.58
	310	29.88	1.85
MO. 1.- 100 watts; 50°C; 5min de radiación	250	21.13	1.19
	240	31.53	0.94
	260	22.53	1.06
MO.30 watts; 50°C; 5min de radiación	220	25.13	1.09
	240	24.70	1.33
	230	19.97	1.27
MO.100 watts; 60°C; 5min de radiación	320	20.70	3.47
	260	21.17	3.11
	280	24.17	2.99
Método clásico por 3 horas	260	21.62	1.12
	280	18.69	1.05
	260	19.32	1.00

Tabla 7. Análisis de varianza de un factor

RESUMEN					
<i>Grupos</i>	<i>No. De datos</i>	<i>Suma</i>	<i>Media</i>	<i>Varianza</i>	
IR. Sin disolvente 15 min de radiación	3	133.59	44.53	1035.98	
IR. Con disolvente 15 min de radiación	3	234.17	78.06	3.46	
IR. Con disolvente 30 min de radiación	3	90.91	30.30	301.16	
MO.100 watts; 50°C; 5min de radiación	3	75.20	25.07	31.85	
MO.30 watts; 50°C; 5min de radiación	3	69.80	23.27	8.21	
MO.100 watts; 60°C; 5min de radiación	3	66.03	22.01	3.54	
Método clásico por 3 horas	3	59.63	19.88	2.38	

Tabla7. Continuación análisis de varianza de un factor

ANÁLISIS DE VARIANZA						
<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	7800.64	6	1300.11	6.56	0.002	2.85
Dentro de los grupos	2773.17	14	198.08			
Total	10573.81	20				

Para la realización del análisis estadístico se tomó en cuenta un valor de $\alpha= 0.05$ que se traduce en un 95% de confiabilidad.

La estrategia para poner a prueba la hipótesis nula H^0 y la hipótesis alternativa H^1 , consiste en obtener el numerador estadístico F, el cual estima la varianza poblacional.

El valor de F se basa en la variación existente entre las medias de cada grupo, si las medias de cada grupo son similares, F tendrá un valor cercano a 1, si las medias de cada grupo son distintas, F tendrá un valor superior a 1

Un valor crítico es un punto en la distribución del estadístico de prueba bajo la hipótesis nula. Si el estadístico F es mayor que este valor crítico, entonces se puede rechazar la hipótesis nula H^0 .

Una vez realizado el análisis, se resume lo siguiente:

- El valor de F, es superior a 1 y al valor crítico para F, por lo que se rechaza la hipótesis nula H^0 , lo que significa que la sumatoria de los resultados no es igual, por lo tanto, la cantidad de perezona extraída, en al menos una de las metodologías es diferente.

13.2 Prueba de Tukey

Una vez demostrado que, en al menos una de las metodologías la cantidad de perezona extraída es diferente, se deben identificar que metodología o metodologías que marcan una diferencia y para lograr lo anterior se utilizó la prueba de Tukey, usando los valores de suma de cuadrados y grados de libertad dentro de los grupos, datos obtenidos en la **Tabla 7** Análisis de varianza de un factor y empleando un intervalo de confianza del 95% se obtiene lo siguiente:

Tabla 8. Prueba de Tukey

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Valor</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>
Entre grupos		2773.17	14
Valor de T	4.83		
r^2	198.08		
n	3		
Valor de Tukey			

En donde el valor de **T** se obtuvo a partir de la **Tabla valores críticos para la prueba de Tukey (Anexo 2)**, en donde las columnas significan el número de grupos que se analizan, que son 7 y las filas significan los grados de libertad que son 14, como se tiene un valor de $\alpha = 0.05$ el valor resultante es 4.83.

El valor de r^2 significa el cuadrado del error medio el cual se obtiene al dividir la suma de cuadrados / grados de libertad esto sería $(2773.17/14) = 198.08$.

El valor de **n** significa el número de elementos en cada uno de los grupos y debido a que los experimentos se realizaron por triplicado el valor de $n = 3$.

Por último, el **valor de Tukey** simboliza la diferencia honestamente significativa la cual se obtiene de la siguiente manera:

$$\text{valor de } T \sqrt{\frac{r^2}{n}} \xrightarrow{\text{Esto es}} 4.83 \sqrt{\frac{198.08}{3}} = 37.70$$

Esto significa que valores inferiores a 37.70 no tienen una diferencia honestamente significativa.

Tabla 7. Media aritmética de cada grupo, calculada anteriormente (página42)

<i>Grupos</i>	<i>Media</i>
IR. Sin disolvente 15 min de radiación	44.53
IR. Con disolvente 15 min de radiación	78.06
IR. Con disolvente 30 min de radiación	30.30
MO.100 watts; 50 °C; 5 min de radiación	25.07
MO.30 watts; 50 °C; 5 min de radiación	23.27
MO.100 watts; 60 °C; 5 min de radiación	22.01
Método Clásico por 3 horas	19.88

La media aritmética calculada, se restará entre cada grupo, los resultados obtenidos, independientemente del signo serán tomados como valores absolutos, con el fin de comparar que valor es mayor a la diferencia honestamente significativa calculado anteriormente = 37.70.

Los valores resaltados en la **Tabla 8.** son aquellos en donde el valor absoluto de la diferencia de las medias aritméticas supera el valor la diferencia significativa calculada 37.70, con esto se puede observar a los grupos tienen una diferencia significativa en la cantidad de perezona extraída.

Tabla 8. Diferencia significativa en la cantidad de perezona extraída.

METODOLOGÍA	IR. Sin disolvente 15 min	IR. Con disolvente 15 min	IR. Con disolvente 30 min	MO.100 watts; 50°C; 5min	MO.30 watts; 50°C; 5min	MO.100 watts; 60°C; 5min	Método clásico por 3 horas
IR. Sin disolvente 15 min	0.0	-33.5	14.2	19.5	21.3	22.5	24.7
IR. Con disolvente 15 min	33.5	0.0	47.8	53.0	54.8	56.0	58.2
IR. Con disolvente 30 min	-14.2	-47.8	0.0	5.2	7.0	8.3	10.4
MO.100 watts; 50°C; 5min	-19.5	-53.0	-5.2	0.0	1.8	3.1	5.2
MO.30 watts; 50°C; 5min	-21.3	-54.8	-7.0	-1.8	0.0	1.3	3.4
MO.100 watts; 60°C; 5min	-22.5	-56.0	-8.3	-3.1	-1.3	0.0	2.1
Método clásico por 3 horas	-24.7	-58.2	-10.4	-5.2	-3.4	-2.1	0.0

Para la extracción de perezona, con la prueba de Tukey se puede decir lo siguiente:

- **IR. Con disolvente 15 min**, es la única metodología, en la cual existe una diferencia significativa.
- En IR, no existe una diferencia significativa entre el experimento **sin disolvente 15 min** y **con disolvente 30 min**.
- No existe una diferencia significativa entre las metodologías de microondas.
- Entre **Método clásico** y las demás metodologías, no existe diferencia significativa, excepto **IR. Con disolvente 15 min**.

14. CONCLUSIONES

Bajo la filosofía de la Química verde, se extrajo perezona de la especie *Acourtia platyphylla*, aplicando el **principio 6** “Eficiencia energética” empleando irradiaciones electromagnéticas de infrarrojo y microondas, minimizando los requerimientos de energía y su impacto ecológico, ya que por el método convencional es necesario emplear un mayor tiempo, lo que presenta un gran gasto de energía.

Debido a que, las ondas electromagnéticas de infrarrojo, tienen una rápida acción con las moléculas, permiten una mejor interacción entre el disolvente y los compuestos a extraer, optimizando la energía empleada en la extracción, demostrando su efectividad y selectividad en la extracción de perezona, aplicando así uno de los principios de la Química Verde.

Caso contrario al calentamiento convencional, en donde primero se calienta la superficie externa del contenedor y posteriormente el calor se disipa hacia el seno del disolvente requiriendo más tiempo de extracción y energía.

La cuantificación de perezona, se realizó mediante Resonancia magnética nuclear de protón ^1H , concluyendo que las mejores condiciones de extracción fueron obtenidas con la radiación infrarroja. Por esta metodología, la cantidad de perezona en el extracto fue del 80% aproximadamente, lo que representaría el 6% del espécimen vegetal.

La identificación se realizó satisfactoriamente mediante Cromatografía de Gases acoplado a Espectrometría de Masas, probando que el proceso de extracción se realizó adecuadamente y cumpliendo con todos los objetivos planteados.

Las condiciones de cada metodología fueron seleccionadas de acuerdo a la disponibilidad de los equipos usados, así como de los materiales disponibles en este laboratorio.

Este trabajo demuestra que el empleo de energías alternas mejora considerablemente el tiempo y el rendimiento de los compuestos a extraer, por lo que esto se puede aplicar en la extracción de principios activos u otros compuestos que pudiesen tener actividad farmacológica. Así como también probar diferentes opciones de extracción como el uso de fluidos supercríticos, ultrasonido, triboquímica.

15. REFERENCIAS.

Anastas, P.T.; Warner, J.C. (1998) *Green Chemistry: Theory and Practice*; New York, NY, USA, Oxford University Press.

Aradila David, Oliver Ramón., Estrany Francesc, (2009) *La química de la radiación de microondas*, Técnica Industrial 284 / Noviembre - Diciembre

Arellano J, Vázquez F, Villegas T, Hernández G (1996) Establishment of transformed root cultures of *Perezia cuernavacana* producing the sesquiterpene quinone perezone. *Plant Cell Reports*, 15, 455-458.

Baird, C. & Cann M. (2004) *Environmental Chemistry*. 3a. ed., New York, USA: W.H. Freeman and Co,

Burgueño-Tapia E, Castillo L, González-Coloma A, Nathan-Joseph P (2008) Antifeedant and phytotoxic activity of the sesquiterpene *p*-benzoquinone perezone and some of its derivatives. *Journal of Chemical Ecology*, 34, 766-771

Burgueño-Tapia E, Nathan-Joseph P (1997) Detailed studies of perezone rearrangements. *Monats hefte für Chemie*, 128, 651-658.

Concepción Lozada M, Soria-Arteche O, Ramirez Apan MT, Nieto-Camacho A, Enríquez RG, Izquierdo T, Jiménez-Corona A (2012) Synthesis, citotoxic and antioxidante valuations of amino derivatives from perezone. *Bioorganic and Medicinal Chemistry*, 20, 5077-5084.

Correa Cuevas, Laura Paloma, & Hernández Baltazar, Efrén. (2011). El uso de las microondas en la industria farmacéutica. *Revista mexicana de ciencias farmacéuticas* vol.42 no.4, 6-25. Recuperado el 09 de agosto de 2018, de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1870-01952011000400002&lng=es&tlng=es.

De la Hoz Ayuso, Antonio. (2009). Los estudios de posgrado en química sostenible en España. *Educación química*, vol.20 no.4, 405-411. Recuperado en 02 de agosto de 2018, de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0187-893X2009000400003&lng=es&tlng=es.

De la Peña A, Izaguirre R, Baños G, Viveros M, Enriquez RG, Fernandez JM (2001) Effect of perezone, aminoperezone and their corresponding isomers isoperezone and isoaminoperezone upon in vitro platelet aggregation. *Phytomedicine*, 8, 465-468.

Doria Serrano, Ma. del Carmen. (2009). Química verde: un nuevo enfoque para el cuidado del medio ambiente. Educación química, vol.20 no.4. Recuperado el 02 de agosto de 2018, de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0187-893X2009000400004&lng=es&tlng=es.

Enríquez R, Ortega J, Lozoya X (1980) Active components in perezia roots. *Journal of Ethnopharmacology*, 2, 389-393.

Escobedo R, Miranda R, Martínez J,(2016) Infrared Irradiation: Toward Green Chemistry, a Review, *International Journal of Molecular Sciences* 1-3.

FarHawk, Marketing Services, *NIST Mass Spectral Library*, North America, obtenido de <http://nistmassspeclibrary.com/>

Garriz Andoni (abril 2007), 200 aniversario del nacimiento de Leopoldo Río de la Loza *Educación Química* Vol. 18, No 2 Recuperado de <http://www.revistas.unam.mx/index.php/req/article/view/65956/57880>.

Instrucciones de MSTFA + 1% TMCS N-Methyl-N-trimethylsilyltrifluoroacetamide TS-48915. Obtenido de <https://static.thermoscientific.com/images/D00376~.pdf>

Juaristi Eusebio, (2009) *Aplicaciones de microondas en química y en biología*, El Colegio Nacional 1-7

Kappe, O. (2004) *Controlled Microwave Heating in Modern Organic Synthesis*, Editoreal Angewandte Chemie , 43, 6250.

Lamarque Alicia, Zygadlo Julio, Labuckas Diana, López Liza, Torres Mariela, Maestri Damian, (2008), *Fundamentos teorico-practicos de quimica orgánica*, Editorial Encuentro 1° Ed 41-49.

Luque Ordóñez Javier, (2012) Espectro electromagnético y espectro radioeléctrico. *Artículos de la revista digital y de los manuales formativos de ACTA*, Número 062. Recuperado de <https://www.acta.es/recursos/revista-digital-manuales-formativos>.

Martínez, J.; Velasco-Bejarano, B.; Delgado, F.; Pozas, R.; Torres Domínguez, H.M.; Trujillo Ferrara, J.G.; Arroyo, G.A.; Miranda, R. (2008) Eco-contribution to the chemistry of perezona, a comparative study, using different modes of activation and solventes conditions. *Natural Product Communications*. 3, 1465–1468.

Morcillo R. J., (1974) *Espectroscopia infrarroja*. Programa regional de desarrollo científico y tecnológico, Washinton1-7.

Nathan-Joseph P, Mendoza V, García E (1989) The chemistry of perezzone and its consequences. In *Studies in Natural Products Chemistry*, Atta-ur-Rahman, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, vol. 5, Structural Elucidation (Part B), 763-813.

Noguez J. A., Mateos, J. L. y Rius, C. (1979) Curso básico sobre la espectroscopia en la industria Químico Farmacéutica. México, D.F. Asociación Farmacéutica Politécnica A.C.

Osorio, R., & Di Salvo, A. (2008). Química verde: Un nuevo enfoque para las actividades experimentales de química. *Revista Multiciencias*, Vol. 8, 11-17. Recuperado el 02 de agosto de 2018, de <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=90411691002>

Río de la Loza L (1911) Discurso pronunciado por el catedrático de química médica de la Escuela de Medicina (noviembre 23, 1852). In: Noriega JM (Compiler), *Escritos de Leopoldo Río de la Loza*, Imprenta de Ignacio Escalante, México, 94-100.

Riovalle F. (2004) *Diseño y Construcción de un Reactor Infrarrojo para ser usado en Investigación y Docencia*. Tesis Cuautitlán Izcalli, Estado de México Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM, ,.

Rodríguez-Hernández A, Barrios H, Collera O, Enríquez RG, Ortiz B, Sánchez-Obregón R, Wall F, Yuste F, Reynolds WF, Yu M (1994) Isomerization of Perezzone into isoperezzone and preparation of dihydro isoperezzone. *Natural Products Letter*, 4, 133-139.

Sánchez I.H, Yáñez R, Enríquez RG, Nathan-Joseph P (1981) A reaction mechanism change in the Lewis acid catalyzed perezzone-pipitzol transformation. *Journal of Organic Chemistry*, 46, 2818-2819.

Sánchez-Torres LE, Torres-Martínez JA, Godínez-Victoria M, Omar JM, Velasco-Bejarano B (2010) Perezzone and its isomer isoperezzone induce caspase-dependent and caspase-independent cell death. *Phytomedicine*, 17, 614-620.

Sierra Angélica, Meléndez Lidia, Ramírez-Monroy Armando, Arroyo Maribel, (2014) La química verde y el desarrollo sustentable. *RIDE Revista Iberoamericana para la Investigación y el Desarrollo Educativo*, vol. 5, núm.9 julio-diciembre.

Téllez JF, Carvajal K, Cruz D, Cárabaez A, Chávez E (1999) Effect of perezzone on arrhythmias and markers of cell injury during reperfusion in the anesthetized rat. *Life Sciences*, 65, 1615-1623.

Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Estudios Superiores Iztacala, Manual de Especificaciones para Elaborar un Trabajo de Investigación bajo los Lineamientos de la American Psychological Association (apa), 3ra edición en español.

16. ANEXOS

Anexo 1. Dictamen de la clasificación del espécimen vegetal *Acourtia platyphylla*.



UAEM

Universidad Autónoma
del Estado de México



FACULTAD DE CIENCIAS HERBARIO

DICTAMEN

DATOS DE USUARIO

Facultad de Química, UAEMex

DATOS DE LA PLANTA

Fecha de recepción: 31 de Agosto de 2016

Fecha de entrega: 06 de Septiembre de 2016

Nombre común: snc.

Lugar de recolecta: Sierra de Guadalupe, Estado de México

TIPO DE ANÁLISIS

Identificación taxonómica

TÉCNICAS O MÉTODOS EMPLEADOS

Observación macroscópica y al microscopio estereoscópico simple, de características diagnósticas de género y especie; empleo de claves dicotómicas: Rzedowski G.C. y J. Rzedowski. 2005. Flora fanerogámica del Valle de México. Instituto de Ecología AC. Y CONABIO. Pátzcuaro Michoacán).

DIAGNOSIS

Familia: Compositae

Género: *Acourtia*

Especie: *Acourtia platyphylla* (A. Gray) Reveal & King

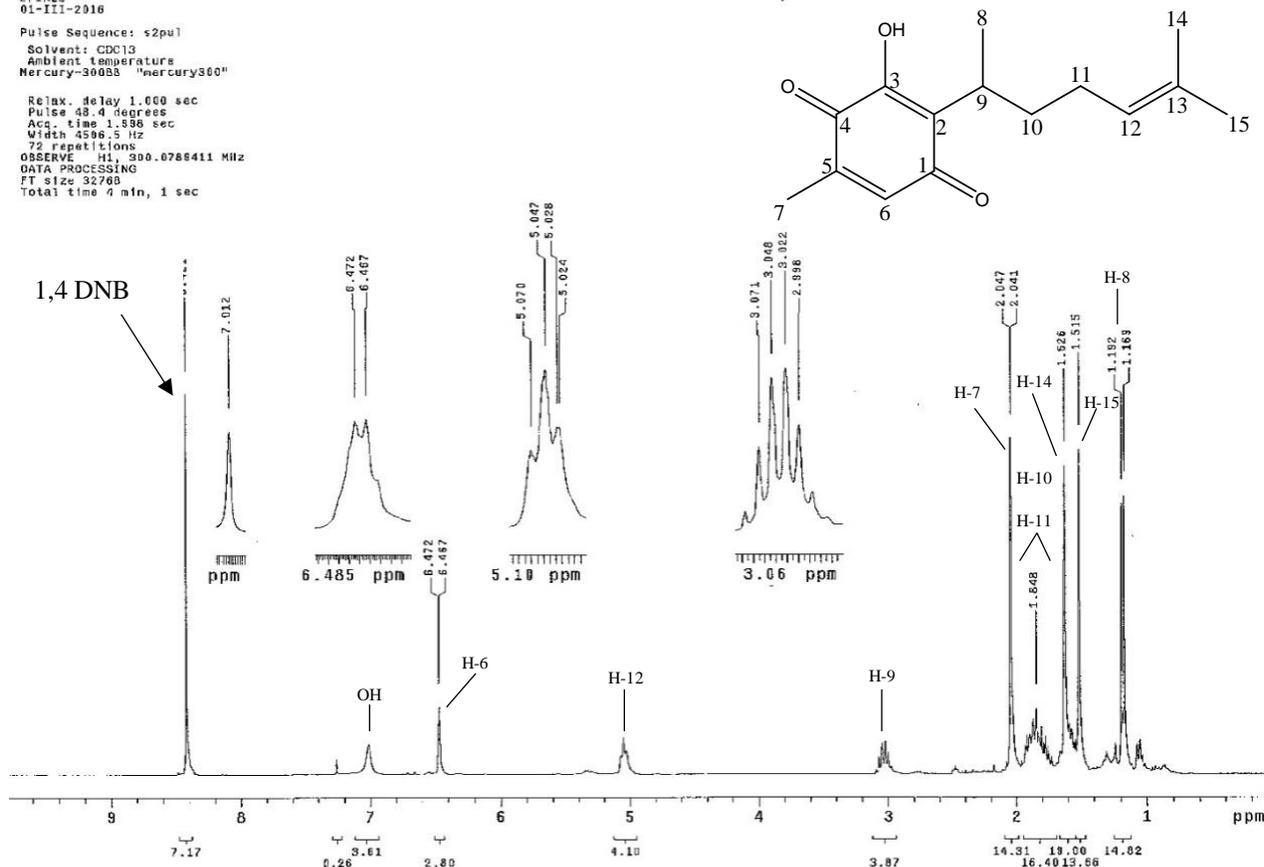
ATENTAMENTE

Dr. Luis Isaac Aguilera Gómez
Responsable del Herbario

Anexo 2. Espectros de Resonancia Magnetica Nuclear ^1H de perezona

Dr. R Miranda-E
EPIR23
01-III-2016
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: CDC13
Ambient temperature
Mercury-300BB "mercury300"

Relax. delay 1.000 sec
Pulse 48.4 degrees
Acq. time 1.586 sec
Width 4596.5 Hz
72 repetitions
OBSERVE H1, 300.0786411 MHz
DATA PROCESSING
FT size 32768
Total time 4 min, 1 sec

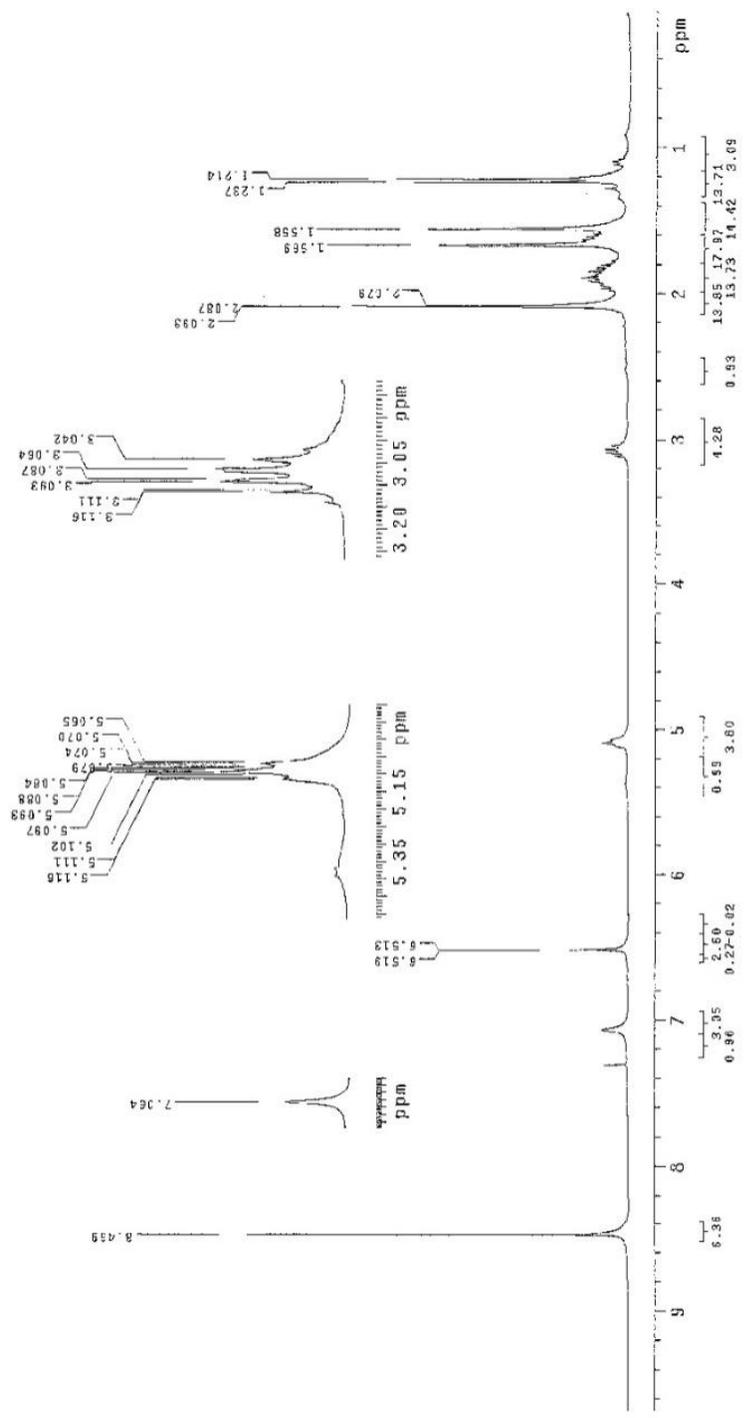


En esta figura se observa el espectro de Resonancia Magnetica Nuclear ^1H de perezona con la asignación de las señales de los H, la identificación de 1,4- dinitrobenzeno usado como estandar interno.

A continuación se encuentran los demas espectros de Resonancia Magnetica Nuclear ^1H obtenidos en cada metodologia y que fueron empleados en el análisis estadístico.

17-45-201R

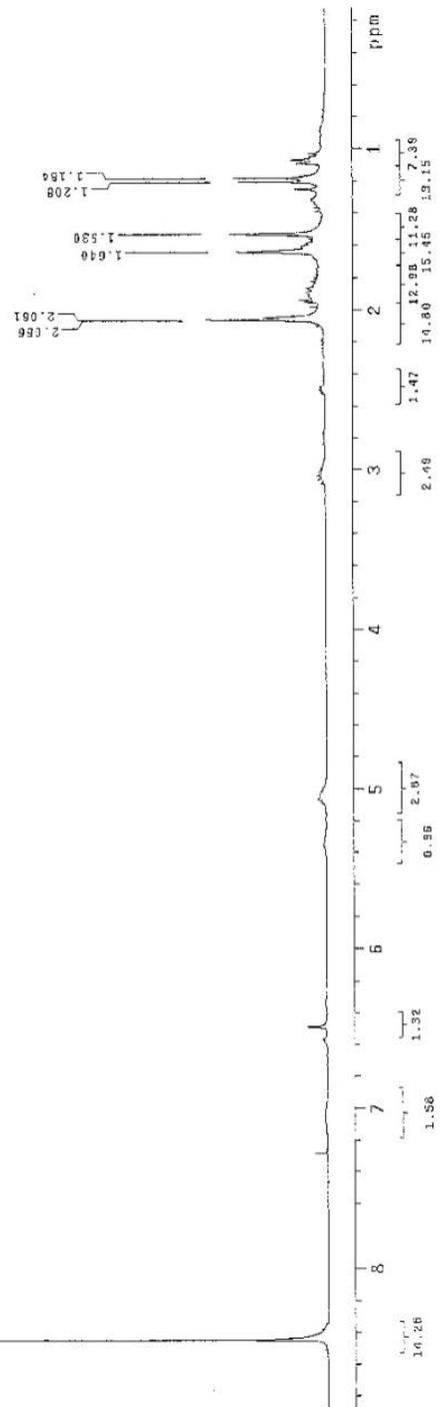
Dr. R. Miranda
 Epiq. B
 17-45-201R
 Pulse Sequence: s2pul
 Solvent: CDCl3
 Ambient Temperature
 Mercury-300MBB "mercury300"
 Relax. delay 1.000 sec
 Pulse (0.4 degrees
 Width 0.500 sec
 Width 0.500 sec
 55 Repetitions
 OBSERVE III, 300.0785372 MHz
 DATA PROCESSING
 F1 size 32788
 Total time 4 min, 1 sec



Espectro 1. RMN 1H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl3

119 mm level 15.000

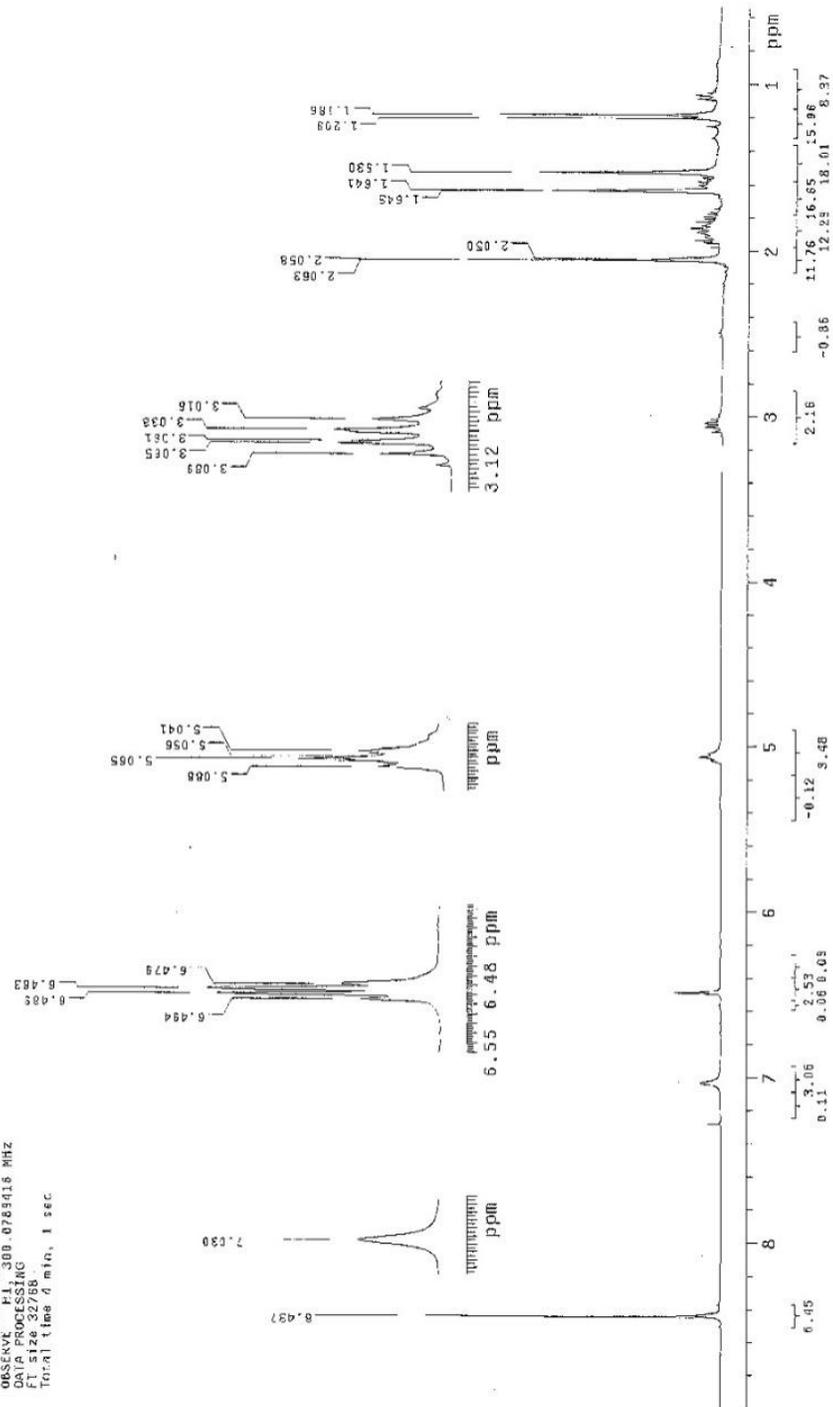
Dr. R. Miranda
R10-2016
12-05-2016
Pulse Sequence: szpul
Solvent: CDCl3
Ambient temperature
Mercury-300RB "mercury300"
Relax. delay 1.000 sec
Pulse 48.4 degrees
Acq. time 5.98 sec
Mercury 300 MHz
32 FID channels
OBSERVE H1, 300.0783411 MHz
DATA PROCESSING
F1 6129 32768
Total time 4 min, 1 sec



Espectro 2. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

15.000000 15 min

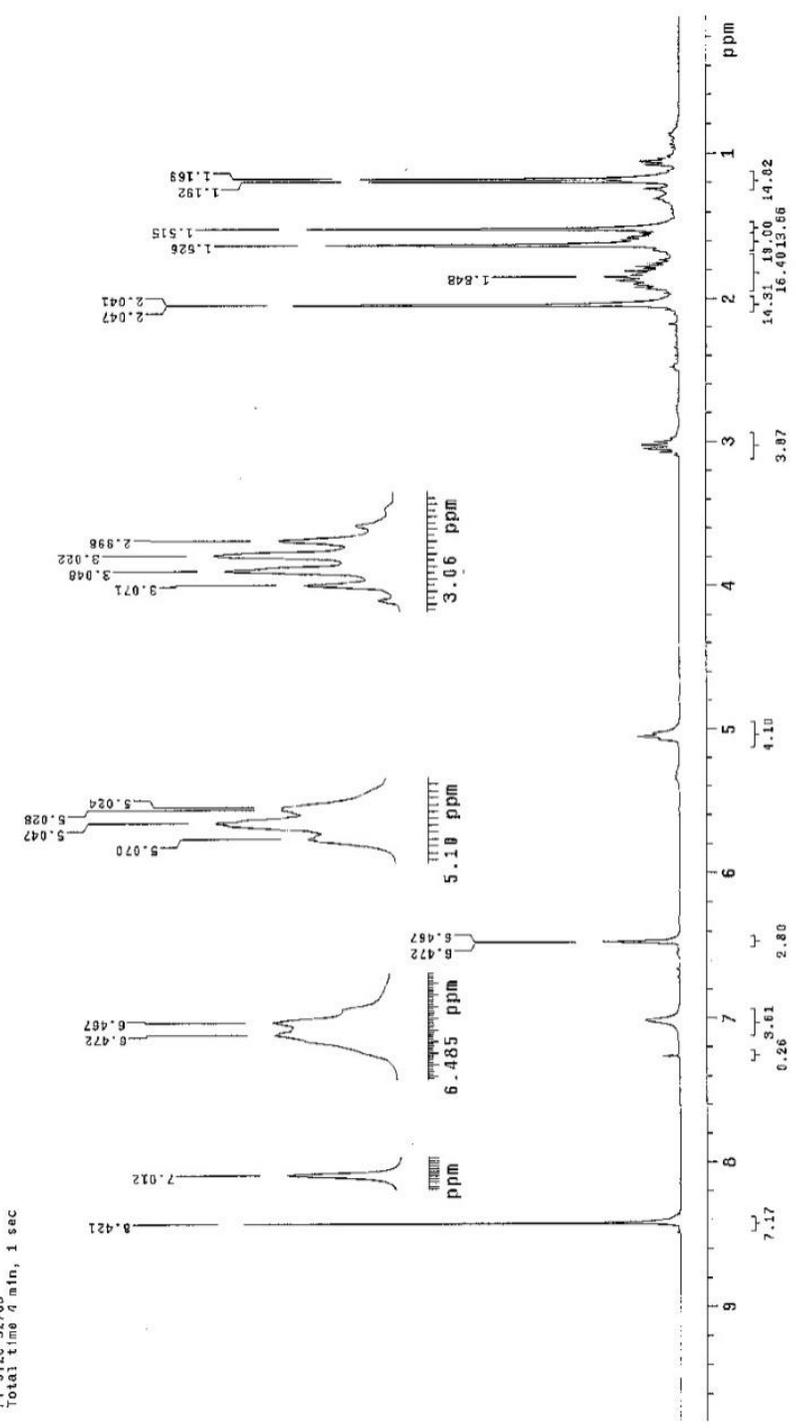
Dr. Mirenda
 EPIRZA
 27-IV-2018
 Pulse Sequence: s2pu1
 Solvent: CDCl3
 Ambient Temperature
 Mercury-30000 "Mercury300"
 Relax delay 1.000 sec
 Pulse 98.4 degrees
 Acq. time 1.938 sec
 Width 4506.5 Hz
 Zz repetitions
 OBSERVED F1 300.0785416 MHz
 OBSERVED F2 77.0000000 MHz
 FT size 32788
 Total time 4 min, 1 sec



Espectro 3. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

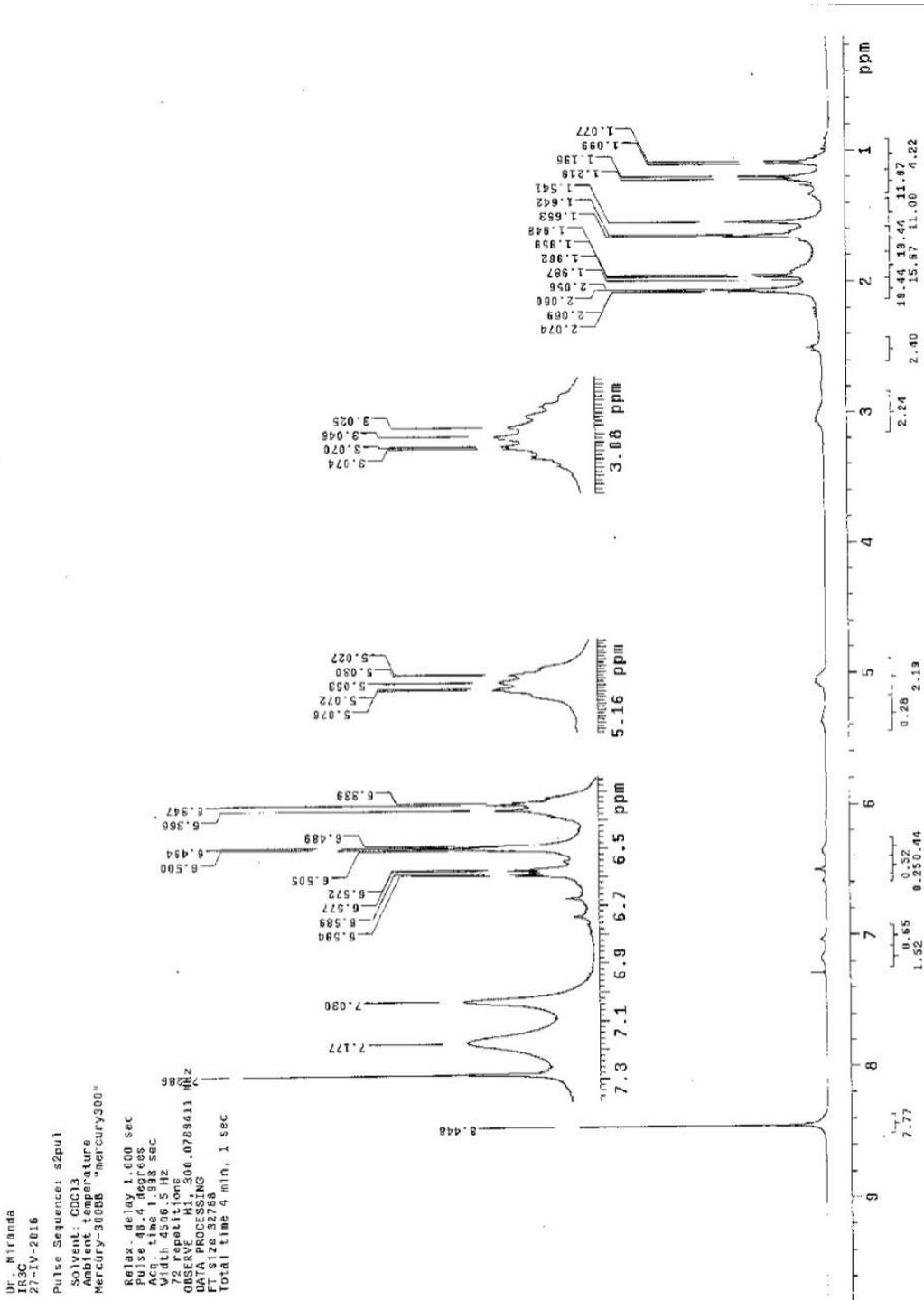
Tiempo de adquisición 15 min

Of. R. Miranda-E
 EPI823
 01-III-2016
 Pulse Sequence: s2pul
 Solvent: CDCl3
 Acquisition Temperature: 300.15 K
 Mercury-30033 "mercury300"
 Relax. delay 1.000 sec
 Pulse 48.4 degrees
 Acq. time 1.586 sec
 Width 4596.5 Hz
 Frequency 300.1360000788411 MHz
 OBSERVED F1
 DATA PROCESSING
 FT size 32768
 Total time 4 min, 1 sec



Espectro 4. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

JR 1000000



UF, Miranda
 IR3C
 27-IV-2016

Pulse Sequence: s2pul

Solvent: CDCl3

Sample Temperature: Mercury-30088 "mercury300"

Relax. delay 1.000 sec

Pulse 48.4 degrees

Acq. time 1.338 sec

Width 4506.5 Hz

Offset 11.000

QSEVENTH 300.0788411 MHz

DATA PROCESSING

FT size 32788

Total time 4 min, 1 sec

Espectro 5. RMN 1H de perexona obtenido a 300 MHz en CDCl3

112 300 MHz 3000

Dr. Miranda
IR30

Pulse Sequence: szpul

Solvent: CDCl3

Ambient temperature

Mercury-30005 "mercury300"

Relax. delay 1.000 sec

Pulse 48.4 degrees

Acq. time 1.856 sec

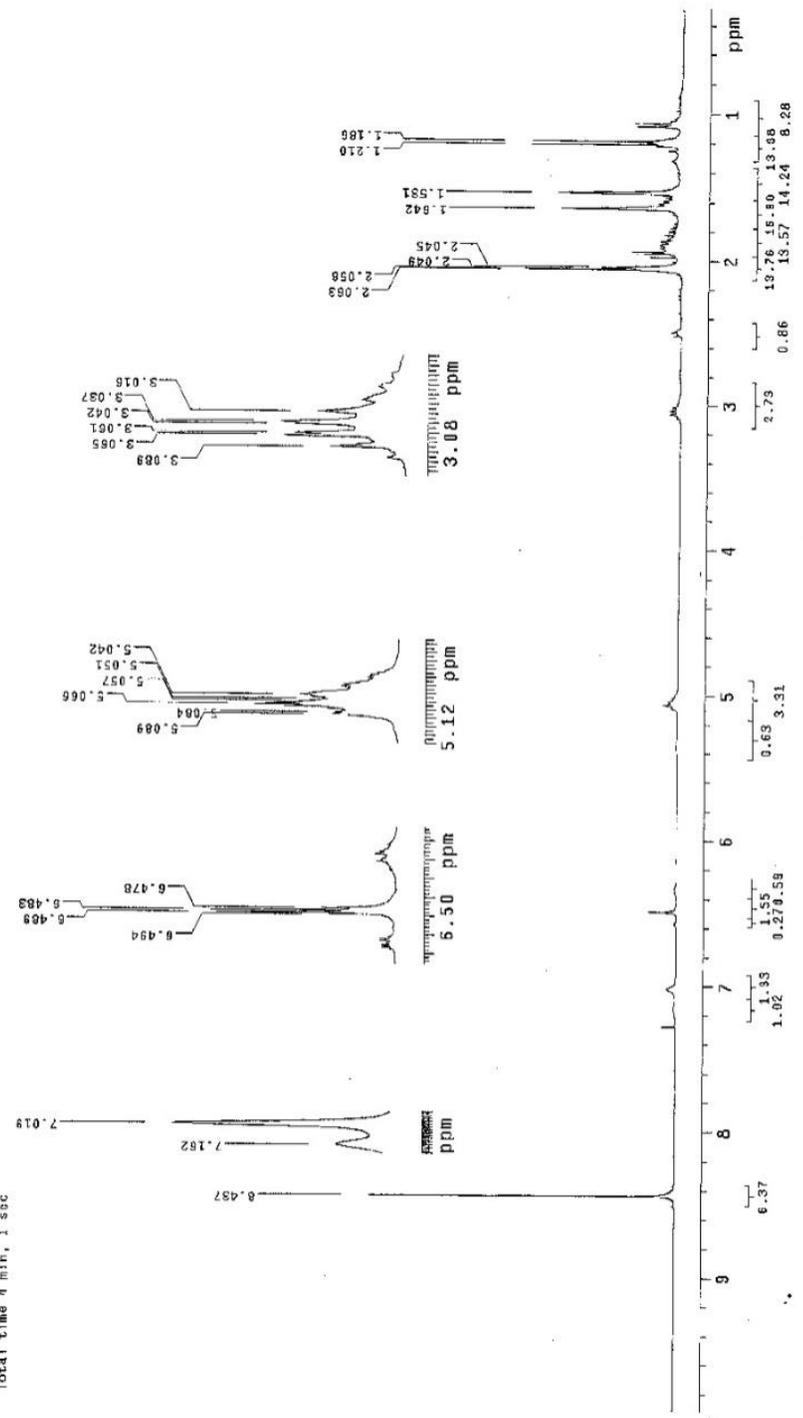
77Hz 4500.5 Hz

Observed 1H 300.0788435 MHz

DATA PROCESSING

FT size 32758

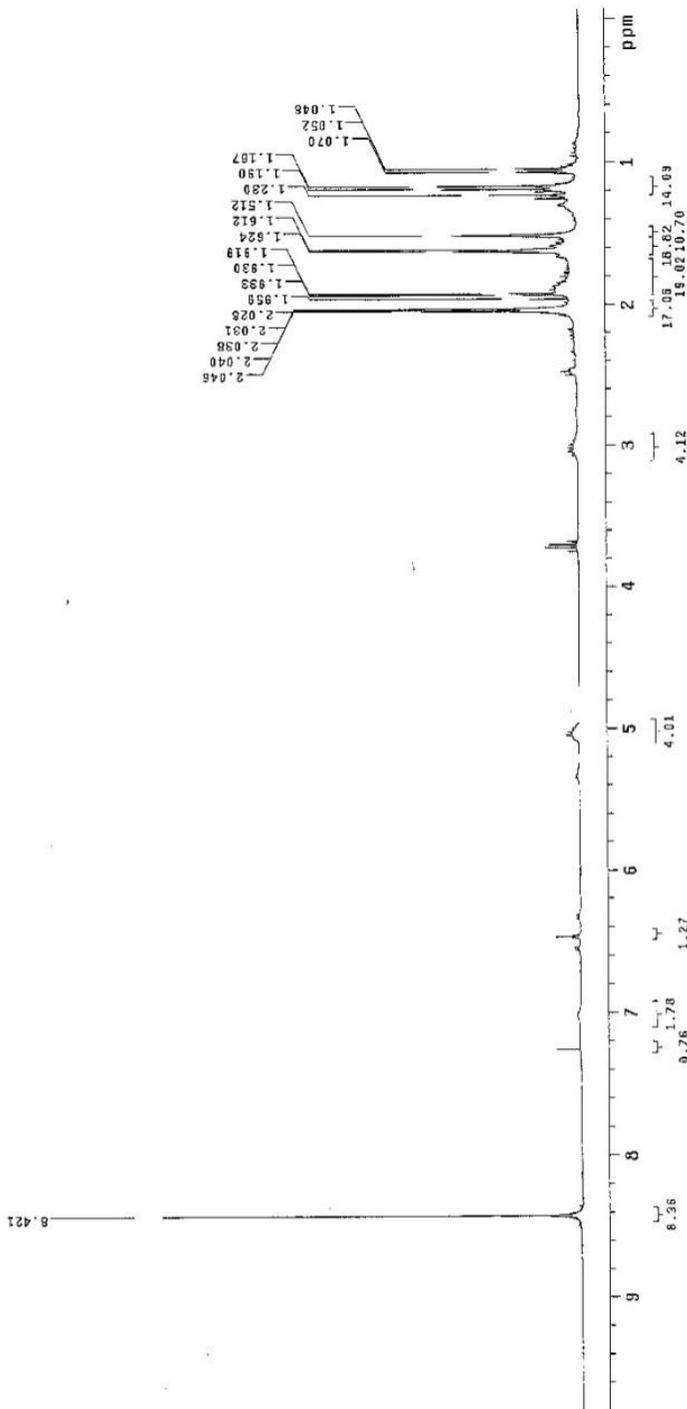
Total time 4 min, 1 sec



Espectro 6. RMN 1H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl3

Fig. (a) 200 MHz

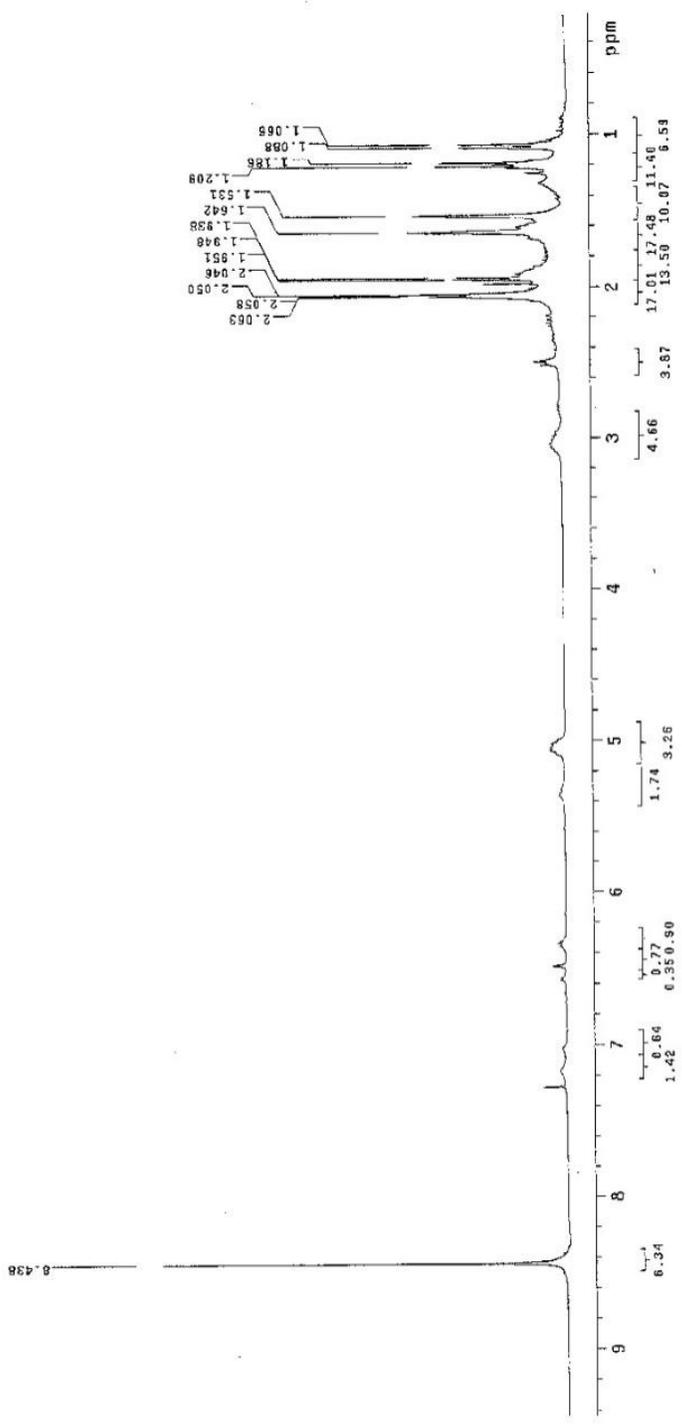
B. Miranda-Armando
EPRSE-2016
09-111-2016
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: CDCl3
Ambient temperature
Mercury-300BB "mercury300"
Relax. delay 1.000 sec
Pulse 48.4198 uas
Width 4596.5 Hz
72 repetitions
USSRVE H1 300.0783455 MHz
DATA PROCESSING
F1 size 32780 min, 1 sec
Total time 9 min, 1 sec



Espectro 7. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

100 partes, 80% y 5ml

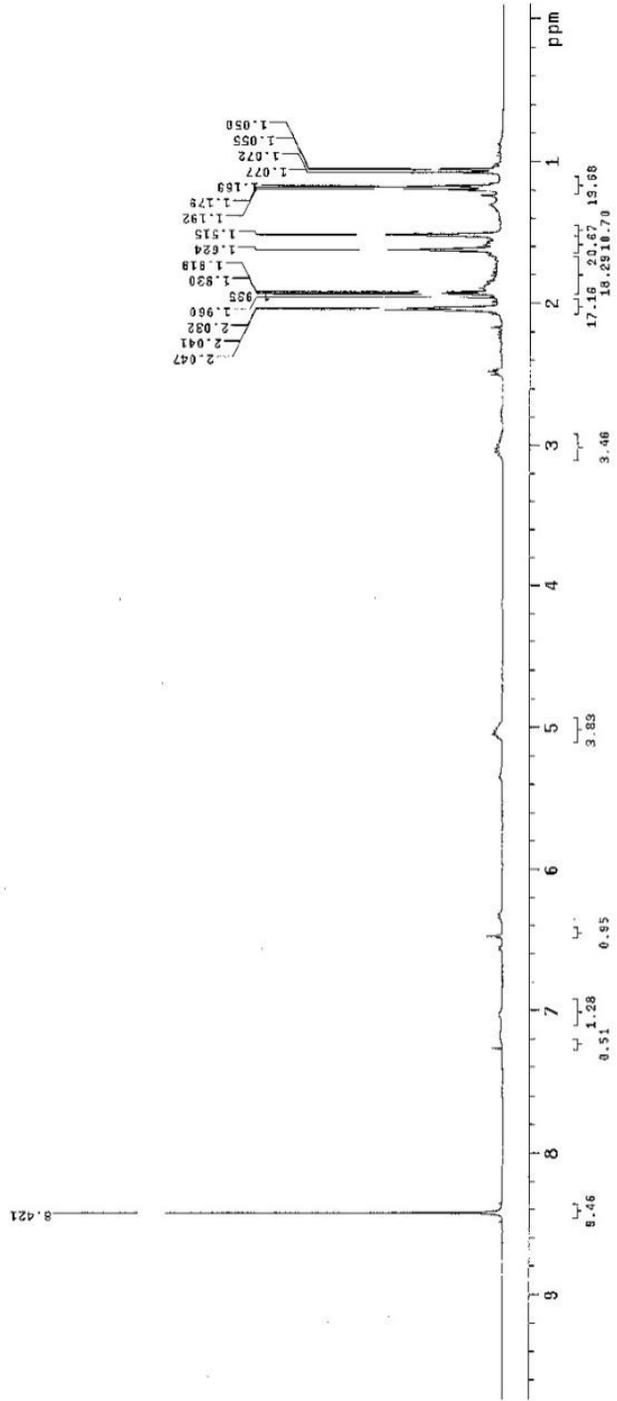
Dr. R. Miranda
EPVCI-A
12-03-2016
Pulse Sequence: szpu1
Solvent: CDCl3
Ambient Temperature
Mercury-3000B Mercury3000
Relax. delay 1.000 sec
Pulse 48.4 degrees
Acq. time 1.45 sec
Fwhm 0.15 Hz
72 repetitions
OBSERVE H1 300.0783466 MHz
DATA PROCESSING
FT size 32788
Total time 4 min, 1 sec



Espectro 8. RMN 1H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl3

MAC Anal. w/ky, H₂O, 5.00%

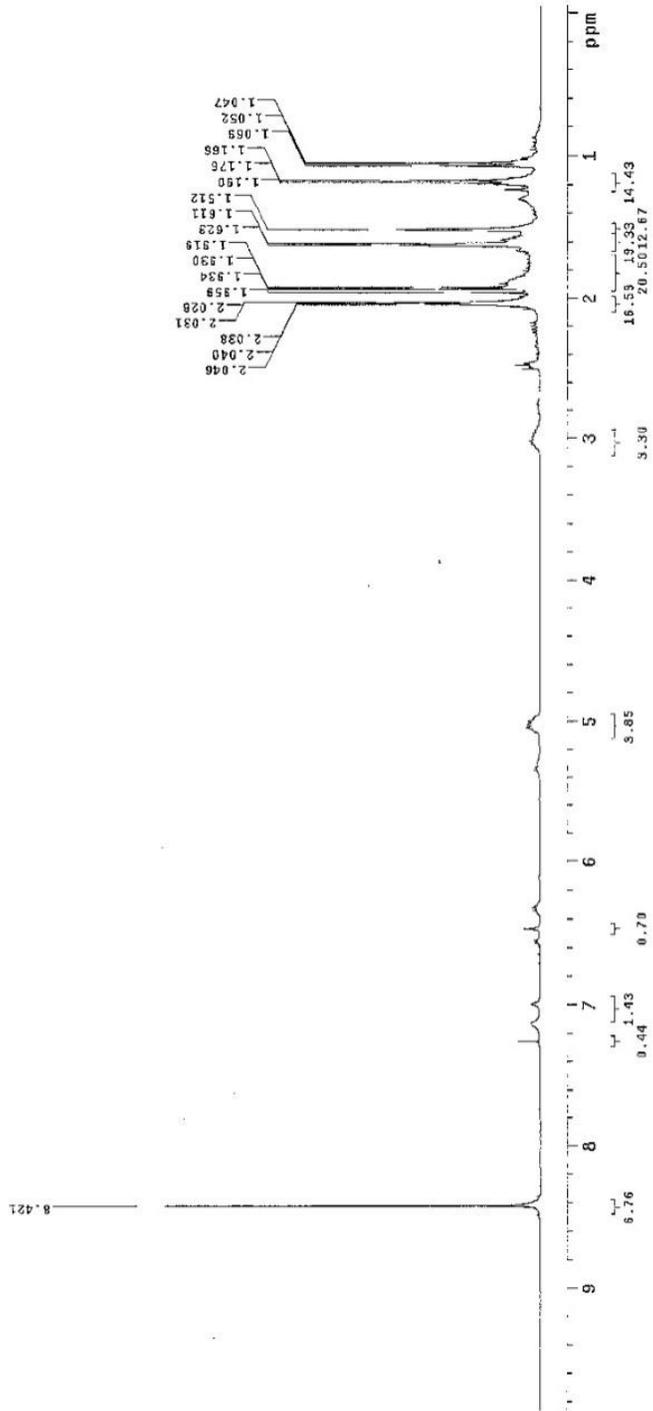
Dr. R. Miranda-E
EPH01b
01-III-2016
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: CDCl3
Ambient temperature
Mercury-300SB "mercury500"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 1.988 sec
Width 4506.5 Hz
72 Repetitions
OBSERVE M1, 300.0789406 MHz
DATA PROCESSING
F2: 1.000 sec
Total time 4 min, 1 sec



Espectro 9. RMN ¹H de perazono obtenido a 300 MHz en CDCl₃

M0 100% water, 500 MHz, 5 min

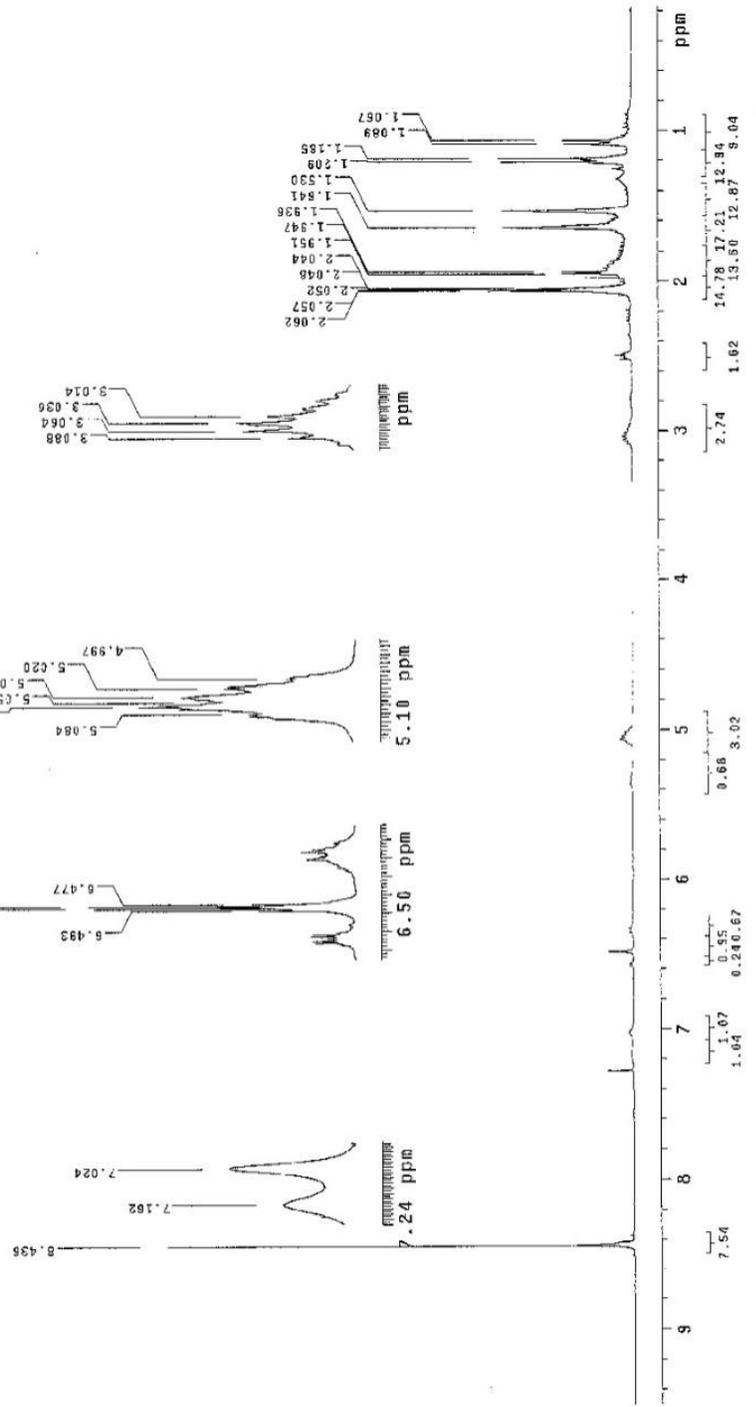
R Miranda-Armando
 EPH01c
 09-III-2016
 Pulse Sequence: s2pu1
 Solvent: CDCl3
 Acquisition Temperature
 Mercury-300MHz "Mercury300"
 Relax. delay 1.000 sec
 Pulse 48.4 degrees
 Acq. time 1.958 sec
 Width 4506.5 Hz
 Center F1: 100.626111 MHz
 OASSET: 100.0789411 MHz
 DATA PROCESSING
 FT size 32768
 Total time 4 min, 1 sec



Espectro 10. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

MO 30 watts, 500, 5 min

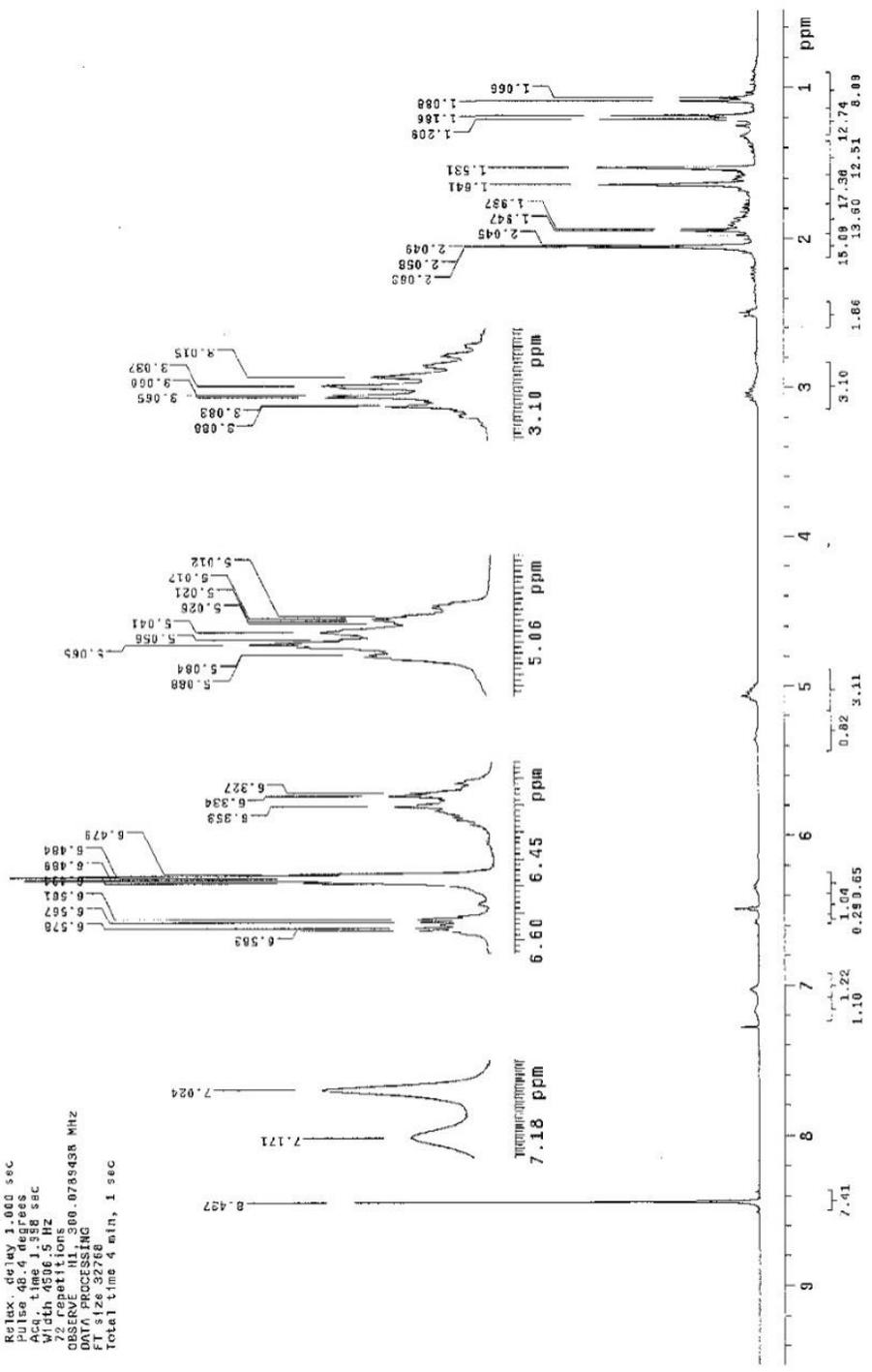
Dr. Miranda
 EPM026
 27-IV-2016
 Pulse Sequence: s2pu1
 Solvent: CDCl3
 Temperature: Mercury300H
 Mercury:300MR
 Relax. delay 1.000 sec
 Pulse 48.4 degrees
 Acq. time 1.998 sec
 Winth 4506.5 Hz
 ZPC 0.000 Hz
 06F02011000
 OPERATOR: JMO
 DATA PROCESSING
 FT size 32768
 Total time 4 min, 1 sec



Espectro 11. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

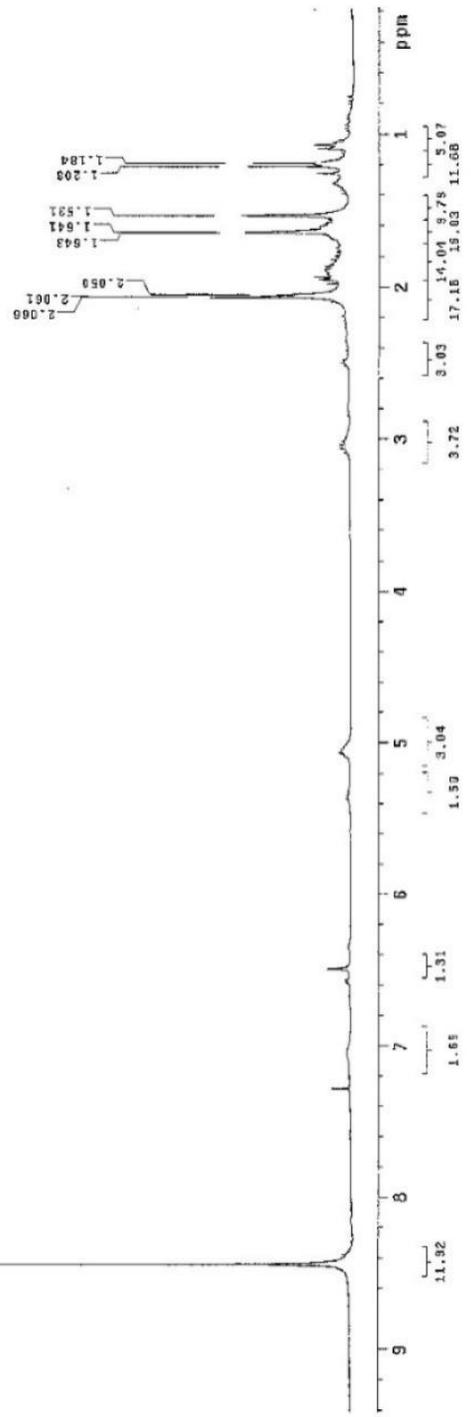
MO 300 MHz, 50% y 50%

Dr. Miranda
 5PM2C
 27-IV-2016
 Pulse Sequence: szpu1
 Solvent: CDCl3
 Ambient temperature
 Mercury-3000B Mercury3000
 Relax. delay 1.000 sec
 Pulse 48.4 degrees
 Acq. time 1.358 sec
 Data 4001002
 77300041002
 OBSERVE H1 300.0785438 MHz
 DATA PROCESSING
 FT size 32768
 Total time 4 min, 1 sec



Espectro 12. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

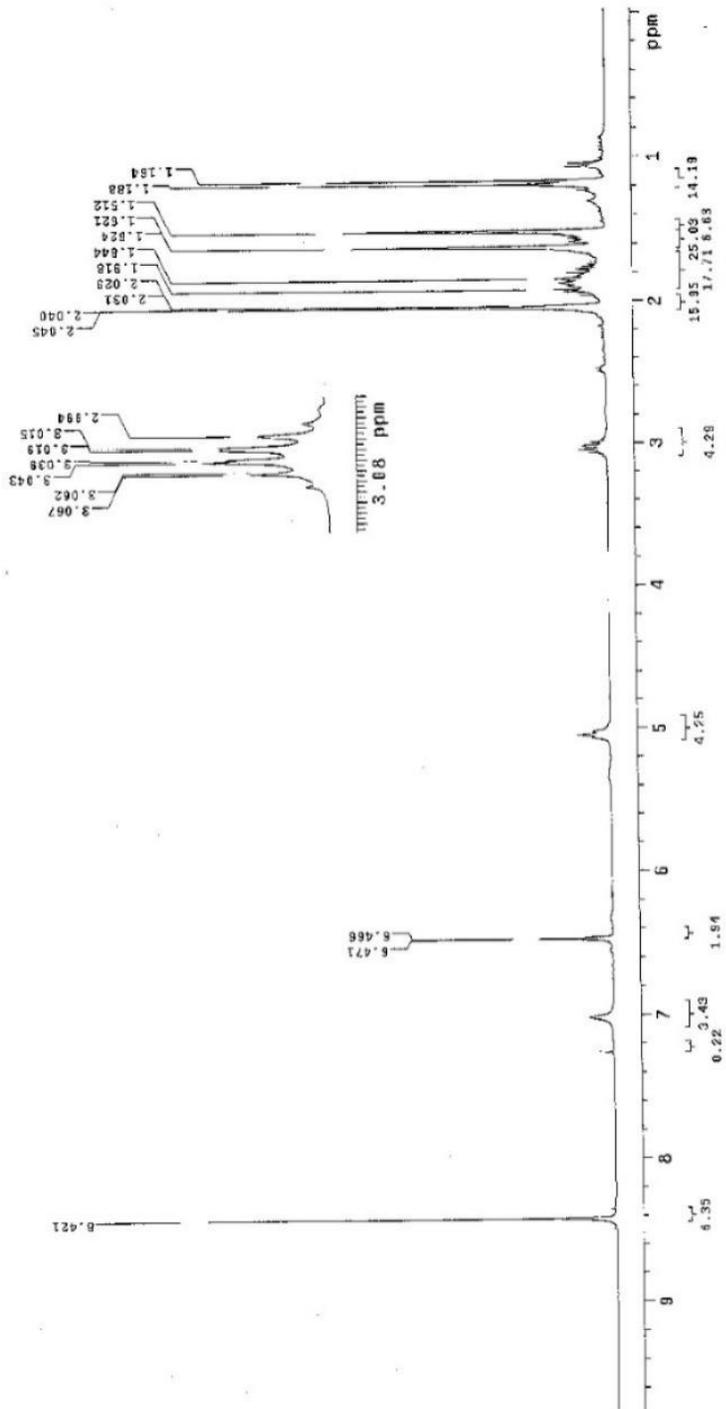
Dr. P Miranda
 RFA
 12-05-2010
 Pulse Sequence: s2pul
 Solvent: CDCl3
 Ambient Temperature
 Mercury-300BB "mercury300"
 Relax, delay 1.000 sec
 Pulse 40.0 degrees
 Width 4896.5 Hz
 Width 4896.5 Hz
 66 Repetitions
 OBSERVE M1, 300.0789416 MHz
 DATA PROCESSING
 F1 F2P 32768
 Total time 4 min, 1 sec



Espectro 15. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃

MO - Compound, Oct, 5-2000

R Miranda-RE
EPM3C
03-111-2016
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Ambient temperature
Mercury-300DB5 "mercury300"
Relax. delay 1.000 sec
Pulse 48.4 degrees
Acq. time 1.500 sec
T1 2.000000000
T2 0.000000000
OBSERVE H1 300.0781501 MHz
DATA PROCESSING
FT size 32788
Total time 4 min, 1 sec



Espectro 17. RMN ¹H de perezona obtenido a 300 MHz en CDCl₃