



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

***Recuperación de las técnicas de fabricación de la
pelota de hule del juego de cadera mesoamericano a partir
de su caracterización química.***

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

QUÍMICO

PRESENTA:

HERNÁNDEZ PÉREZ ANUAR ENRIQUE

CIUDAD UNIVERSITARIA, CD.MX., AGOSTO DE 2022





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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor:** Yolanda Caballero Arroyo

VOCAL: **Profesor:** Manuel Jiménez Estrada

SECRETARIO: **Profesor:** Baldomero Esquivel Rodríguez

1er. SUPLENTE: **Profesor:** Nuria Esturau Escofet

2° SUPLENTE: **Profesor:** Everardo Tapia Mendoza

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

**INSTITUTO DE QUÍMICA UNAM, DEPARTAMENTO DE PRODUCTOS NATURALES,
LABORATORIO 2-9**

ASESOR DEL TEMA:

DR. BALDOMERO ESQUIVEL RODRÍGUEZ

SUSTENTANTE:

ANUAR ENRIQUE HERNÁNDEZ PÉREZ

AGRADECIMIENTOS

A la Dirección General de Asuntos de Personal Académico de la Universidad Nacional Autónoma de México (DGAPA-UNAM) por la beca otorgada mediante el proyecto IN106420 del Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT).

Índice

Lista de Abreviaturas.....	I
Lista de figuras	III
Lista de tablas	III
Lista de espectros.....	IV
Lista de cromatogramas.....	IV
I. INTRODUCCIÓN.....	1
II. ANTECEDENTES	2
2.1 El hule	2
2.1.1 El látex como biopolímero	2
2.1.2 Bioproducción de hule	5
2.1.3 Propiedades del hule.....	8
2.1.4 Coagulación del hule	9
2.1.5 Degradación térmica y foto-oxidación del hule.....	11
2.2 El hule en Mesoamérica	13
2.2.1 Usos principales del hule en las culturas mesoamericanas	14
2.2.2 El juego de pelota.....	15
2.2.3 Fabricación de pelotas	16
III. OBJETIVOS.....	18
3.1 Objetivo general.....	18
3.2 Objetivos particulares	18
IV. HIPÓTESIS	18
V. MATERIALES Y MÉTODOS.....	19
5.1 Procedimientos generales	19
5.2 Obtención de muestras.....	19
5.3 Análisis realizados a las muestras sin tratamiento previo	20
5.4 Preparación de extractos.....	20
5.5 Aislamiento y purificación	21
VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	22
6.1 Elucidación de las muestras sin tratamiento.....	22
6.2 Elucidación de los extractos crudos	26
6.3 Elucidación de la fracción 3-5.....	28
6.4 Elucidación de la fracción 6-7.....	30

6.5	Elucidación de la fracción 15-17.....	32
6.6	Elucidación de la fracción 18.....	32
6.7	Elucidación de la fracción 19-52.....	33
VII.	CONCLUSIONES	36
VIII.	BIBLIOGRAFÍA	37
IX.	ESPECTROS	39

Lista de Abreviaturas

ABREVIATURA	SIGNIFICADO
AcOEt	Acetato de etilo
AEC	Análisis elemental por combustión
CC	Cromatografía en columna
CCDa	Cromatografía en capa delgada analítica
CCDp	Cromatografía en capa delgada preparativa
CDCl ₃	Cloroformo deuterado
CG	Cromatografía de gases
CH ₂ Cl ₂	Diclorometano
cm	Centímetros
DART	D irect A nálisis in R eal T ime: espectrometría de masas mediante Análisis Directo en Tiempo Real
EM	Espectrometría de masas
g	gramos
Hz	Hertz
IR	Infrarrojo
J	Constante de acoplamiento
kg	Kilogramos
L	Litros
m	Múltiple
m/z	Relación masa/carga
M	Masa molecular
MeOH	Metanol
mg	Miligramos
MHz	Megahertz
min	Minutos
mL	Mililitros
mm	Milímetros

RMN	Resonancia M agnética N uclear
s	Simple
sa	Simple ancho
Pi	Pirólisis
ppm	Partes por millón
t	Triple
UV	Ultravioleta
δ	Escala <i>Delta</i> para describir el desplazamiento en RMN
Ω	Número de insaturaciones

Lista de figuras

Figura 1. Fracciones de látex centrifugado.....	4
Figura 2. Modelos posibles para la superficie de la partícula de látex. (A) Partícula de hule rodeada por una doble capa de proteínas y fosfolípidos. (B) Partícula de hule rodeada por una capa mixta de proteínas y fosfolípidos.	5
Figura 3. Ruta biosintética del poliisopreno.....	7
Figura 4. Representación esquemática de la coagulación del hule. (a) Coloide del látex. (b) Adición de coagulantes catiónicos. (c) Ruptura de la membrana tonoplástica y coagulación del látex.	10
Figura 5. Mecanismo de termo-degradación del poliisopreno.	11
Figura 6. Mecanismo de foto-oxidación del poliisopreno.....	12
Figura 7. Árbol de <i>Castilla elastica</i>	13
Figura 8. Usos del hule en Mesoamérica: (A) Sandalias prehispánicas, (B) Arma mesoamericana, (C) Representación del juego mesoamericano de pelota.....	14
Figura 9. Representación del juego de pelota en Nayarit.....	15
Figura 10. Pelotas de hule encontradas en el cerro “el Manatí”, Veracruz.	17
Figura 11. Estructura del poliisopreno.....	23
Figura 12. Entrecruzamientos esperados en la vulcanización del hule natural.	24
Figura 13. Estructura del acetato de amirina.....	29
Figura 14. a) Estructura del lupeol; b) Estructura de la α -amirina; c) Estructura de la β -amirina.....	31
Figura 15. Estructura del poliisopreno.....	33

Lista de tablas

Tabla 1. Composición del látex de caucho natural.....	2
Tabla 2. Fracciones primarias obtenidas con base en su perfil cromatográfico.	21
Tabla 3. AEC realizado a la muestra de hule vulcanizado.....	22
Tabla 4. Compuestos identificados con la técnica Pi-CG/EM en la superficie externa de la pelota sin tratamiento previo.....	24
Tabla 5. Compuestos identificados con la técnica Pi-CG/EM en la superficie interna de la pelota sin tratamiento previo.....	25
Tabla 6. Compuestos identificados con la técnica Pi-CG/EM en el hule vulcanizado.....	26
Tabla 7. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en el extracto crudo de hexano.	26
Tabla 8. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en el extracto crudo de acetona.	27
Tabla 9. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 3-5.....	28
Tabla 10. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 3-5 A.	28
Tabla 11. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 3-5 B.	28
Tabla 12. Desplazamientos de ^{13}C -RMN de la fracción 6-7.....	30
Tabla 13. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 15-17.....	32
Tabla 14. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 19-26.	33
Tabla 15. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 27-31.....	34

Tabla 16. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 32-40.....	34
Tabla 17. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 41-52	35

Lista de espectros

Espectro 1. IR de la pelota de hule contemporánea	39
Espectro 2. IR del hule vulcanizado	40
Espectro 3. ¹³ C-RMN de la pelota de hule contemporánea	41
Espectro 4. ¹³ C-RMN del hule vulcanizado	42
Espectro 5. DART de la fracción 3-5 A	51
Espectro 6. IR de la fracción 3-5 A.....	52
Espectro 7. ¹ H-RMN de la fracción 3-5 A.....	53
Espectro 8. IR de la fracción 6-7.....	54
Espectro 9. DART de la fracción 6-7	55
Espectro 10. ¹³ C-RMN de la fracción 6-7.....	56
Espectro 11. ¹ H-RMN de la fracción 15-17.....	58
Espectro 12. IR de la fracción 18	59
Espectro 13. ¹ H-RMN de la fracción 18.....	60
Espectro 14. ¹³ C-RMN de la fracción 18.....	61

Lista de cromatogramas

Cromatograma 1. Pi-CG/EM de la superficie externa de la pelota sin tratamiento previo	43
Cromatograma 2. Pi-CG/EM de la superficie interna de la pelota sin tratamiento previo	44
Cromatograma 3. Pi-CG/EM del hule vulcanizado	45
Cromatograma 4. CG-EM del extracto crudo de hexano	46
Cromatograma 5. CG-EM del extracto crudo de acetona	47
Cromatograma 6. CG-EM de la fracción 3-5	48
Cromatograma 7. CG-EM de la fracción 3-5 A.....	49
Cromatograma 8. CG-EM de la fracción 3-5 B.....	50
Cromatograma 9. CG-EM de la fracción 15-17	57
Cromatograma 10. CG-EM de la fracción 19-26.....	62
Cromatograma 11. CG-EM de la fracción 27-31	63
Cromatograma 12. CG-EM de la fracción 32-40.....	64
Cromatograma 13. CG-EM de la fracción 41-52.....	65

I. INTRODUCCIÓN

El estudio del patrimonio cultural requiere como etapa inicial una amplia investigación histórica relacionada con el contexto, autoría y usos que se les daba a los objetos en cuestión. Sin embargo, en la actualidad cada vez es más frecuente emplear técnicas de análisis químico para obtener una mejor perspectiva en el estudio de los objetos patrimoniales, cuyos resultados permiten sustentar o refutar las hipótesis en cuanto a la composición de los materiales empleados en dichas obras.

La información recabada tras la realización de las diferentes técnicas de análisis químico, en complemento con el estudio bibliográfico, permite determinar el estado de conservación de los materiales empleados originalmente, permitiendo a los conservadores establecer un protocolo de conservación y/o restauración adecuado.

El presente trabajo pretende investigar la composición y técnica(s) de manufactura empleada(s) en la fabricación de pelotas de hule usadas en el juego de cadera mesoamericano. Para esto se utilizarán las técnicas modernas de análisis, tales como la Resonancia Magnética Nuclear (RMN), el Análisis Elemental por Combustión (AEC), la espectroscopía Infrarroja (IR) y la pirólisis (Pi) acoplada a Cromatografía de Gases (CG) y Espectrometría de Masas (EM) para comprender el proceso de fabricación.

Como resultado del trabajo se establecieron protocolos de extracción, separación y análisis en una muestra con un proceso de fabricación contemporáneo, asimismo, se identificaron los principales componentes presentes en dicha muestra, siendo mayoritariamente terpenos y ácidos grasos.

II. ANTECEDENTES

2.1 El hule

Desde el punto de vista químico el caucho natural o hule es un polímero formado mediante la condensación entre el pirofosfato de isopentenilo (IPP) y su isómero el pirofosfato de dimetilalilo (DMAPP). Su grado de polimerización va desde las 2000 hasta las 4500 unidades. A lo largo de la cadena del polímero se pueden encontrar dos formas isoméricas diferenciadas por el tipo de enlace (*cis* o *trans*) entre las unidades monoméricas. La forma *cis* constituye al caucho natural o hule, mientras que la forma *trans* es propia de la gutapercha. Por otro lado, el látex de *Hevea brasiliensis* es un líquido de aspecto lechoso y ligeramente viscoso, el cual se encuentra constituido por una suspensión coloidal de partículas de caucho, lípidos, proteínas y carbohidratos (Tabla 1).¹

Tabla 1. Composición del látex de caucho natural.²

	Látex fresco (% m/v)	Materia seca de látex (% m/m)
Hidrocarburos	35.0	87.0
Proteínas	1.5	3.7
Carbohidratos	1.5	3.7
Lípidos	1.3	3.2
Solutos orgánicos	0.5	1.1
Sustancias inorgánicas	0.5	1.2

2.1.1 El látex como biopolímero

El látex es una suspensión coloidal que se puede separar en varias capas por ultra centrifugación a baja temperatura y de este proceso se identifican cuatro capas principales, (Figura 1).³ Las características a continuación mencionadas fueron obtenidas en una muestra de *Hevea brasiliensis*.

¹ Ortuño, Á. V. (1900). *Introducción a la química industrial*. Barcelona, España: Editorial Reverté.

² Vaysse, L., Bonfils, F., Sainte-Beuve, J., & Cartault, M. (2012). *Polymer Science: A Comprehensive Reference*, 10, 281-293.

³ Höfer, R. (2009). *Sustainable Solutions for Modern Economies* (Vol. 4). New York, USA: RSC.

- 1) Una capa superior blanca o crema que consiste en partículas de hule, el cual representa entre un 25 hasta un 45 % del volumen de látex. Las partículas de hule son cadenas de hidrocarburos, principalmente *cis*-1,4-poliisopreno, con formas esféricas, ovoides o piriformes con un tamaño extremadamente variable, que puede ir desde los 60 Å hasta los 5 µm y con un peso molecular desde los 500 hasta los 2000 KDa. Dichas partículas se encuentran fuertemente protegidas en una suspensión por una película de proteínas y fosfolípidos adsorbidos, esta superficie presenta una carga neta negativa garantizando así la estabilidad coloidal del látex. Dado que las partículas se encuentran cargadas negativamente la repulsión electrostática entre ellas disminuye la probabilidad de una coalescencia, como consecuencia de esto y de la agitación térmica, las partículas de hule se encuentran en un constante movimiento browniano.^{1,3}
- 2) Una capa naranja o amarilla la cual contiene las partículas Frey-Wyssling que conforman entre el 1 y el 3 % del látex. Las partículas o complejo de Frey-Wyssling es una membrana doble en donde se acumulan lípidos, compuestos isoprénicos, carotenoides (responsables de su color), plastocromanos y plastoquinonas.^{3,4}
- 3) Una capa acuosa, llamada suero o citosol, que representa del 40 al 50 % del contenido del látex. El citosol es la matriz líquida que se encuentra dentro de las células que contiene carbohidratos, minerales, ácidos orgánicos, aminoácidos, bases nitrogenadas, agentes reductores y compuestos de alto peso molecular como proteínas, lípidos y ácidos nucleicos.³
- 4) Finalmente, una capa inferior que consiste principalmente en lutoides y otros componentes con mayor densidad que el suero. Los lutoides son pequeñas vesículas de una sola membrana de 2 a 5 µm de diámetro que están constituidos por cationes, aminoácidos y toda una gama de hidrolasas. Su membrana tonoplástica cargada negativamente, rica en ácido fosfatídico, encierra un suero fluido conocido como suero B, mientras que el medio vacuolar es ácido y está cargado positivamente confiriéndole estabilidad.^{3,4}

⁴ J L Jacob, J d'Auzac, J C Prevôt. (1993). *Clin Rev Allergy Fall.*, 11(3), 325-37.

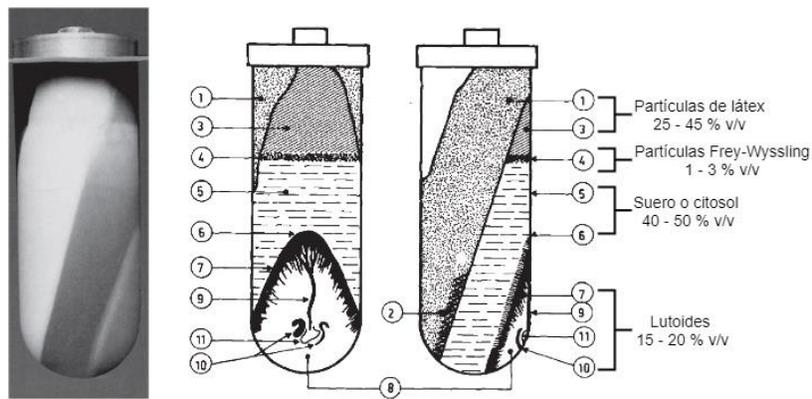
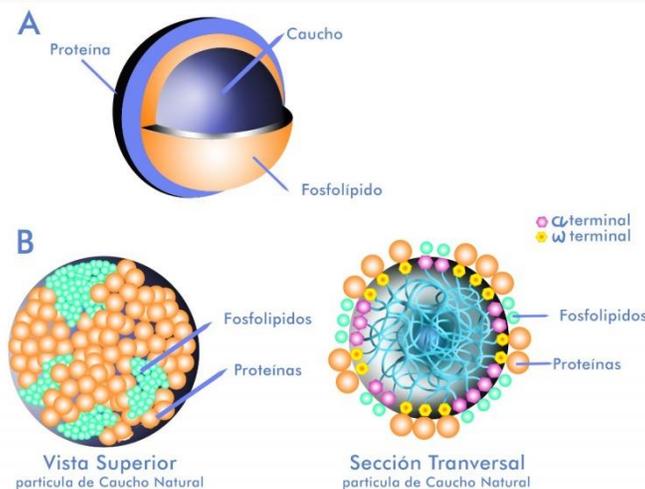


Figura 1. Fracciones de látex centrifugado.³

Estudios recientes consideran que las macromoléculas de hule natural consisten en unidades de isopreno con una configuración *cis*, pero con una configuración *trans* en las unidades terminales. Sin embargo, las proteínas son absorbidas en el grupo dimetilalil (ω -terminal) vía enlace de hidrógeno. Mientras que la otra terminal de la macromolécula es enlazada a fosfolípidos vía grupo fosfato (α -terminal). De esta forma se sugieren dos formas de arreglo de las proteínas y los fosfolípidos: ya sea como una doble capa en donde la capa de los fosfolípidos está localizada bajo la capa de las proteínas, o como una monocapa de proteínas y fosfolípidos, (Figura 2).⁵



⁵ Nawamawat, K., Sakdapipanich, J. T., Ho, C. C., Ma, Y., Song, J., & Vancso, J. G. (2011). *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 390, 157– 166.

Figura 2. Modelos posibles para la superficie de la partícula de látex. (A) Partícula de hule rodeada por una doble capa de proteínas y fosfolípidos. (B) Partícula de hule rodeada por una capa mixta de proteínas y fosfolípidos.⁵

2.1.2 Bioproducción de hule

Como se mencionó anteriormente, el hule es un polímero del 2-metil-1,3-butadieno, por lo que tiene como iniciador bioquímico al pirofosfato de isopentenilo, precursor de los terpenos. La ruta biosintética de los isoprenoides o terpenos se puede dividir en tres fases: iniciación, elongación y finalización, (Figura 3).³

- **Iniciación**

La etapa de iniciación consiste en la formación del pirofosfato de isopentenilo (IPP) (12), y su isómero, el pirofosfato de dimetilalilo (DMAPP) (13), tal etapa consta de dos posibles rutas o vías de síntesis. La vía convencional se denomina vía acetato/mevalonato (vía MVA), dicha ruta emplea 3 moléculas de acetil-CoA (3), las cuales se condensan sucesivamente para formar el 3-hidroxi-3-metilglutarilCoA (HMG-CoA) (6), el cual nos conduce a la molécula intermedia clave, el ácido mevalónico (MVA) (7). Este intermediario se fosforila y descarboxila para la formación del pirofosfato de isopentenilo (IPP) (12). Por su parte, la vía DOXP/MEP inicia con la condensación de piruvato (2) y el gliceraldehido-3-fosfato (8) para formar el 1-desoxi-D-xilulosa-5-fosfato (DXP) (9), posteriormente, con ayuda de la reducto-isomerasa DXP, se forma el 2-C-metil-D-eritritol-4-fosfato (MEP) (10). El paso final de esta vía es la reducción del 4- hidroxil-3-metil-4-butenil pirofosfato (HMB-PP) (11) con ayuda de la reductasa correspondiente. Dado que el complejo piruvato deshidrogenasa produce acetil-CoA (3) a partir de piruvato (2), ambas vías comienzan con el piruvato, el cual es producido mediante la glucólisis de la glucosa (1).^{3,6}

- **Elongación**

La fase de elongación consiste en la condensación secuencial de IPP con el DMAPP a través de la enzima preniltransferasa correspondiente (farnesiltransferasa, geranilgeraniltransferasa I o la geranilgeraniltransferasa II).

⁶ Brahmshatriya, P. P., & Brahmshatriya, P. S. (2013). *Natural Products*, 2665–2691.

La reacción comienza con la eliminación de los iones pirofosfato para formar cationes alílicos seguido por la adición de un IPP con eliminación estereo específica del protón en la posición 2. Esta reacción es la clave para determinar la isomería *cis*- o *trans*- de los dobles enlaces contenidos en la cadena isoprenoide lineal.³

- Terminación

A pesar de que se conoce muy poco sobre la fase final, con ayuda de la técnica de RMN se han identificado diferentes grupos terminales alfa que indican la presencia de fosfato y ácidos grasos, esto se puede atribuir a la presencia de moléculas de fosfolípidos. Cabe mencionar que al final de la biosíntesis la cadena es propensa a sufrir modificaciones químicas para formar grupos aldehído, epoxi o lactonas.³

La sacarosa es la fuente de energía, así como la molécula básica para la ruta metabólica en la biosíntesis del isopreno. Por lo que el contenido de sacarosa indica el equilibrio entre la absorción y la utilización de esta. Considerando esto, la realización de cortes en los árboles de hule debe tener un determinado intervalo de tiempo para realizarse, ya que el hecho de realizarlos de forma frecuente disminuye la presencia de sacarosa reduciendo la producción de hule hasta un 80 %.

El control de la longitud de la cadena de poliisopreno y, por tanto, del peso molecular se ha atribuido a varios factores:

- La concentración de los sustratos. Una alta concentración de IPP aumenta el peso molecular, caso contrario a la concentración con pirofosfato de farnesilo (FPP).
- El ion magnesio, regulador de la enzima preniltransferasa, también ha sido descrito como un regulador del peso molecular.
- Una baja actividad de la isomerasa IPP podría provocar un incremento en la masa molecular, esto debido a que la producción de DMAPP disminuye favoreciendo la adición de IPP alargando la cadena.³

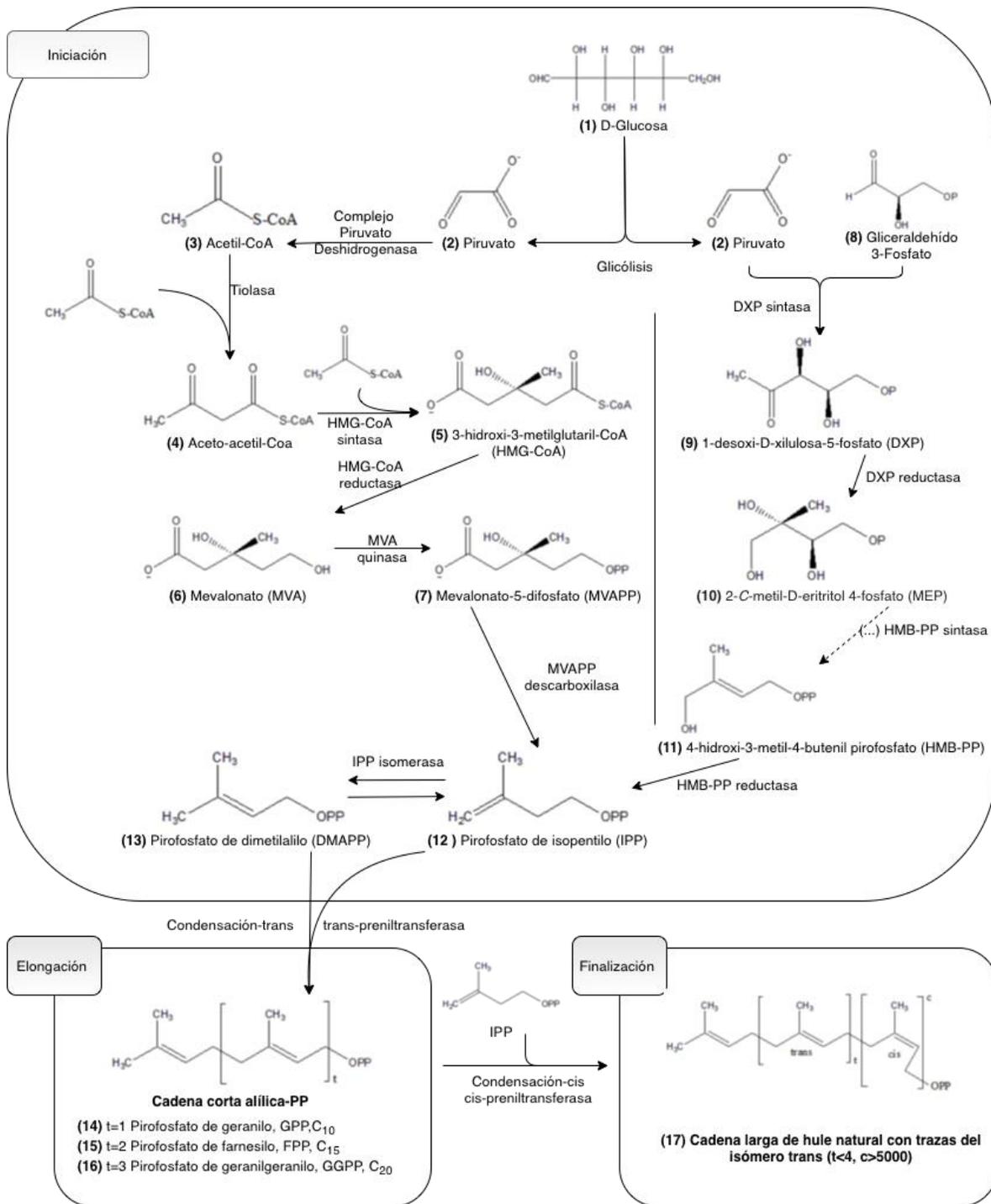


Figura 3. Ruta biosintética del poliisopreno.³

2.1.3 Propiedades del hule

El látex derivado del hule natural es uno de los productos con mayor número de usos en la industria, aproximadamente 40 000 artículos, entre los que destacan neumáticos, mangueras, autopartes, esponjas, suelas para zapatos, material de laboratorios, etc. Esto se debe principalmente a las características únicas que otorga el hule natural en comparación con los hules sintéticos. Sus principales ventajas son:⁷

- Viscoelasticidad

El caucho natural presenta propiedades elásticas similares a las de un resorte y propiedades de absorción de energía como un líquido viscoso. La viscosidad sigue la ley de Newton, por lo que tiende a acrecentarse con la disminución de la temperatura y el aumento de la velocidad de deformación, mientras que la elasticidad sigue la ley de Hooke e incrementa con el aumento de la deformación, estas propiedades permiten que el caucho mantenga una forma constante después de la deformación al tiempo que absorbe energía mecánica.^{7,8}

- Cristalización inducida por la tensión

El hule natural es un material amorfo el cual cristaliza muy ligeramente a temperatura fría y sin tensión, se sugiere que esto ocurre debido a la presencia de ácidos grasos libres en el caucho natural, pero bajo una tensión importante y a altas temperaturas (>100°C) el hule sufre una cristalización parcialmente perpendicular a la tensión, esto se debe principalmente a la estéreo regularidad de su cadena principal. Esta propiedad le otorga muy buenas características con respecto a sus derivados sintéticos, por ejemplo: valores elevados de resistencia, alargamiento a la rotura y resistencia en verde^{**}.^{3,7,8}

** La resistencia en verde se define como la resistencia a la deformación y a la fractura antes de la vulcanización

⁷ Hamilton, J. L. (2016). *Natural Rubber*. New York, USA: Macmillan Publishers.

⁸ Kohjiya, S., & Ikeda, Y. (2014). *Chemistry, Manufacture and Applications of Natural Rubber*. Oxford, UK: Woodhead Publishing.

- Baja acumulación de calor a alta temperatura

La acumulación de calor es el aumento de temperatura resultante de la disipación en forma de calor de una parte de la energía debida a un esfuerzo aplicado. La pérdida de energía en el medio sometido a tensión está ligada a la existencia de extremos de cadena que pueden moverse libremente, cuantas más cadenas estén unidas menor será la disipación de calor. Mencionado lo anterior, el caucho natural es el elastómero que menos calor acumula, por lo que es inevitable emplearlo para aplicaciones dinámicas con grandes esfuerzos y altas frecuencias, como los neumáticos.³

- Mayor adherencia y alta resistencia en verde.

La adherencia y la resistencia en verde son dos propiedades muy importantes en los elastómeros. La adherencia es la capacidad de dos materiales de resistirse a la separación después de poner sus superficies en contacto durante un corto período de tiempo bajo una ligera presión, mientras que la resistencia en verde es su resistencia a la deformación y a la fractura antes de la vulcanización. Por lo que en la fabricación estas dos propiedades permiten que los numerosos componentes de un neumático no vulcanizado se mantengan unidos hasta el moldeo y el curado.^{3,8}

Otras propiedades importantes son la resistencia al impacto, al desgarramiento, a la abrasión, y a sustancias ácidas y alcalinas. No obstante, es muy sensible a los cambios de temperatura (se vuelve pegajoso, rígido o quebradizo), sufriendo procesos de foto-oxidación y termo-degradación, por lo que se necesita protegerlo con anti-degradantes o antioxidantes.

2.1.4 Coagulación del hule

La obtención del látex se realiza mediante la escisión diagonal de la corteza del árbol y por lo general se lleva a cabo durante las mañanas para optimizar la cantidad de producto obtenido, esto se encuentra relacionado con el hecho de que el flujo y cantidad de agua presente en el árbol facilita el flujo de este, este fenómeno se conoce como presión de turgencia.

La secreción de látex dura unas horas hasta que por coagulación espontánea se obtura la escisión. Para explicar la tendencia de coagulación se han planteado dos posibles teorías. La primera postula que este proceso es una consecuencia de la disminución del pH de la suspensión coloidal debido a la interacción con microorganismos o con el CO₂ del aire. Tal cambio de pH libera al medio vacuolar neutralizando la membrana tonoplástica y favoreciendo así la interacción entre moléculas de hule dando paso al proceso de coagulación.⁹

La segunda atribuye el efecto a la liberación de ácidos grasos, los cuales proceden de la hidrolisis de sustancias lipídicas presentes en el látex, estos ácidos son absorbidos en la superficie de las partículas de caucho desplazando a las proteínas, tales como las oxidorreductasas y proteasas, e interactuando con iones metálicos divalentes produciendo la coagulación.⁹

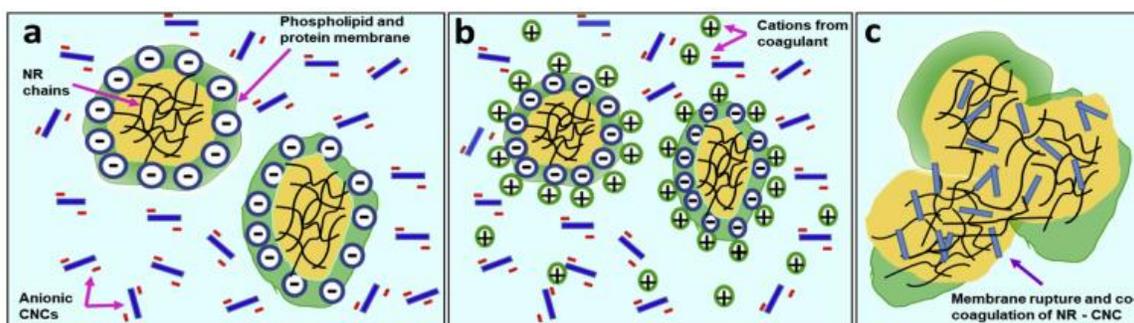


Figura 4. Representación esquemática de la coagulación del hule. (a) Coloide del látex. (b) Adición de coagulantes catiónicos. (c) Ruptura de la membrana tonoplástica y coagulación del látex.¹⁰

El proceso de coagulación espontaneo no se debe confundir con la putrefacción. La putrefacción ocurre como consecuencia de una degradación bacteriana que sufre la capa proteica que rodea a las partículas de caucho produciendo malos olores al hule.

⁹ Blackley, D. C. (2012). *Polymer Latices*. New York, USA: Springer Publishing.

¹⁰ Mekonnen, T. H., Ah-Leung, T., Hojabr, S., & Berry, R. (2019) *Colloids and Surfaces A*, 583, 123949.

2.1.5 Degradación térmica y foto-oxidación del hule

Dada la naturaleza del proyecto, es de suma importancia conocer las posibles rutas de degradación que puede sufrir un producto derivado del hule, en este caso las pelotas.

La temperatura es uno de los principales factores que afecta la estructura del hule formando productos alifáticos y aromáticos debido a la despolimerización del poliisopreno; aunado a estos productos y en presencia de oxígeno es posible formar compuestos carbonílicos como cetonas o aldehídos. El proceso de termo-degradación comienza con la escisión beta en donde se forman dos cadenas radicalarias debido a la ruptura homolítica de un enlace sigma carbono-carbono. Estos radicales pueden unirse de nuevo dando como resultado un cambio en la conectividad en la cadena alifática formando finalmente compuestos aromáticos (principalmente limoneno) o bien una transposición intramolecular para una posterior despolimerización de la cadena, (Figura 5).¹¹

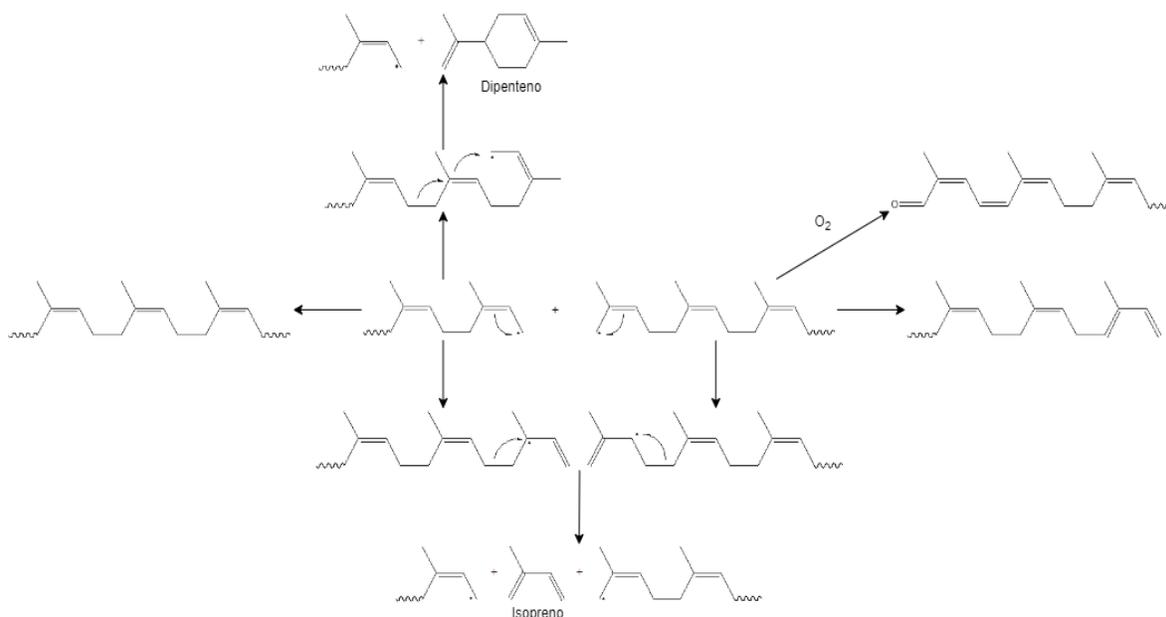


Figura 5. Mecanismo de termo-degradación del poliisopreno.¹¹

Además de la termo-degradación, la luz también provoca cambios estructurales debido a la presencia de dobles enlaces carbono-carbono, lo que hace al poliisopreno susceptible de absorber radiación electromagnética que puede

¹¹ Cataldo, F. (1998). *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 44(2), 121–130.

conducir a la formación de radicales. Dichos radicales pueden reaccionar con el oxígeno de la atmósfera para formar peróxidos radicalarios, los cuales son el sustrato para la formación de diversas moléculas como: aldehídos, cetonas, alcoholes, epóxidos entre otros.¹²

Los epóxidos se forman por adición del peróxido al doble enlace de otra cadena formando un radical terciario que ataca nuevamente al peróxido formando el epóxido y un alcohol radicalario. Los aldehídos y alcoholes se obtienen mediante dos moléculas de peróxido que reaccionan entre ellas para dar un sistema con cuatro átomos de oxígeno el cual se descompone en un aldehído y un alcohol. Finalmente, los alcoholes también pueden formarse a partir de la descomposición de peróxido debido a la radiación y la abstracción de un protón, (Figura 6).¹²

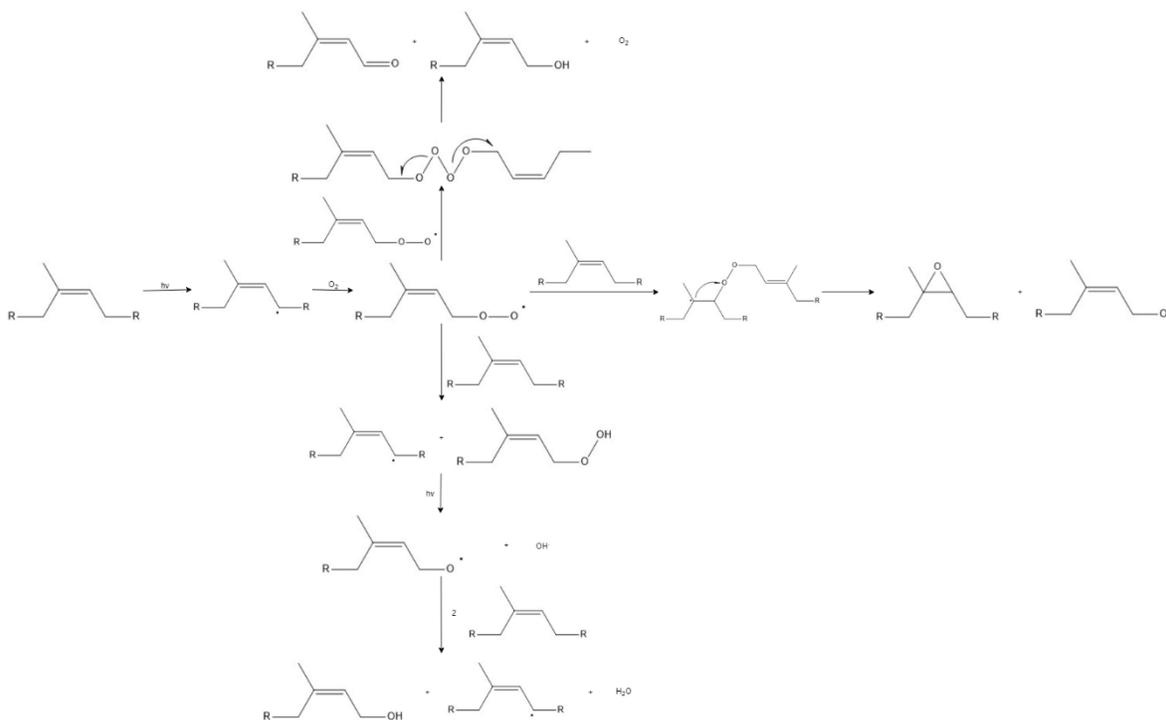


Figura 6. Mecanismo de foto-oxidación del poliisopreno.¹²

¹² Adam, C., Lacoste, J., & Lemaire, J. (1991). *Polymer Degradation and Stability*, 32(1), 51-69.

2.2 El hule en Mesoamérica

Generalmente se considera al hule como un material moderno con una amplia gama de productos derivados de él, pero en realidad los primeros registros de su uso datan con la aparición de los asentamientos mesoamericanos. Debido a que es un material que se emplea en una gran cantidad de productos, el hule se extrae de una variedad muy diversa de árboles, pero en el caso de las culturas mesoamericanas se obtenía de un árbol endémico de la región sureste del país, la *Castilla elastica*. La *Castilla elastica* fue la fuente más práctica para obtener látex para las sociedades mesoamericanas; y en términos de propiedades mecánicas como elasticidad y resistencia, así como su facilidad de uso, era muy superior a otras alternativas mesoamericanas como el guayule o las plantas del género *Euphorbia*.¹³

El árbol de *Castilla elastica* pertenece a la familia de las Moráceas, tiene una fronda piramidal con un tronco recto el cual se eleva hasta los 25 metros y su corteza color café grisáceo muestra con frecuencia las cicatrices de los cortes hechos para la extracción del látex, (Figura 7).¹⁴ Una característica fundamental del árbol es que sin la extracción sintetiza muy poco caucho, ya que el hule no es exudado naturalmente, sin embargo, cuando el árbol es cortado, los vasos laticíferos presentes en el tejido del árbol se cortan y el látex comienza a fluir hacia afuera.³



Figura 7. Árbol de *Castilla elastica*.

¹³ Tarkanian, M. J., & Hosler, D. (2011). *Latin American Antiquity*, 22(4), 469–486.

¹⁴ Carreón Blaine, E. A. (2016). *Trace*, 70, 9-44

2.2.1 Usos principales del hule en las culturas mesoamericanas

Desde al menos tres mil años antes de que los primeros europeos conocieran el caucho natural, las comunidades mesoamericanas habían desarrollado formas de recolectarlo y el gran número de aplicaciones que se le daba ha permitido distinguir entre el aspecto físico y las propiedades mecánicas de este. Debido a sus propiedades tan únicas, el hule tenía un papel demasiado importante en las culturas mesoamericanas prehispánicas destacando como sus usos principales: la fabricación de pelotas de hule, sandalias, como adhesivo, como pintura, en representaciones de rituales o se quemaba como un sahumerio en diversas ceremonias o rituales, (Figura 8).¹³

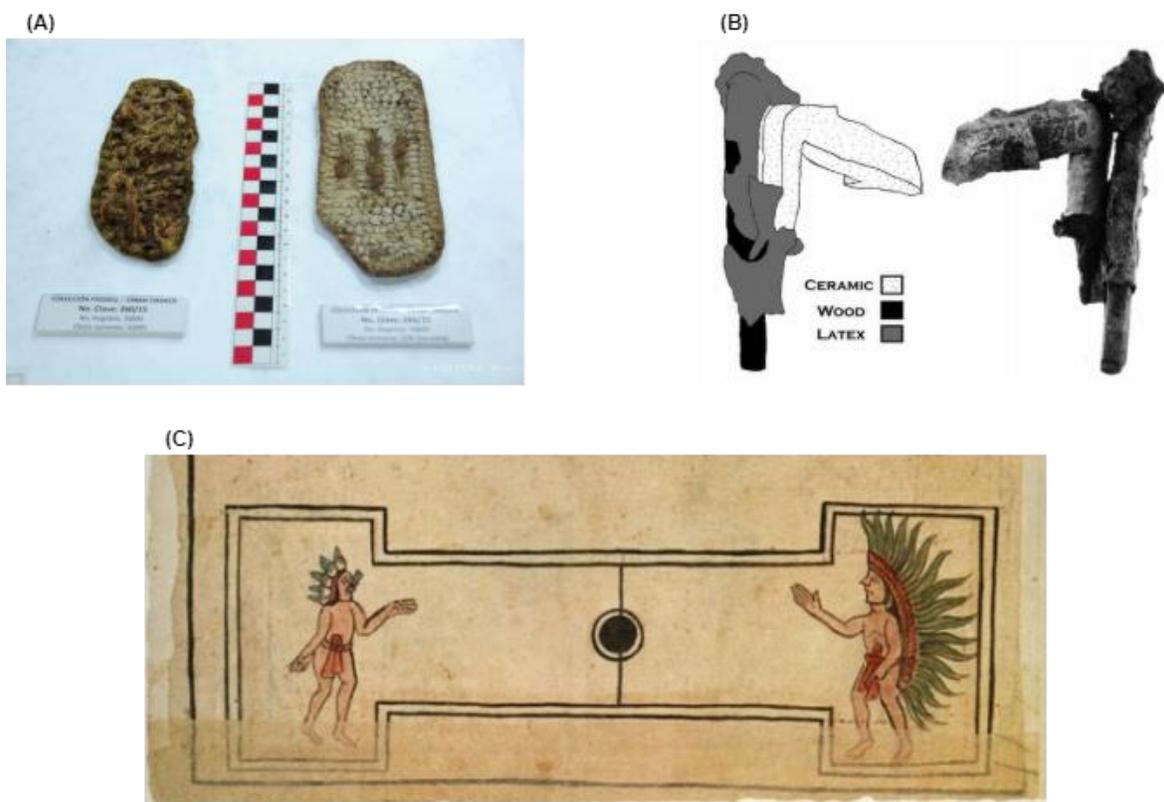


Figura 8. Usos del hule en Mesoamérica: (A) Sandalias prehispánicas, (B) Arma mesoamericana, (C) Representación del juego mesoamericano de pelota.

2.2.2 El juego de pelota

En toda Mesoamérica el juego de pelota se practicó durante al menos tres mil años, estos juegos se realizaban generalmente en un callejón formado por dos estructuras paralelas, a veces con zonas de anotación claramente definidas que le daban a toda el área la forma de una letra I mayúscula. Las reglas de juego variaban, pero el juego a menudo se limitaba a dos o tres miembros, los participantes controlaban la pelota golpeándola con la parte superior del brazo o el muslo y los puntos se hacían lanzando la pelota a través de un anillo o golpeando marcadores colocados a lo largo del callejón o en las zonas de anotación.¹⁵



Figura 9. Representación del juego de pelota en Nayarit.

Indudablemente, el juego de pelota era practicado por una gran variedad de razones llegando a tener muchos niveles de significados, pero en sus inicios no era considerado un deporte, sino un ritual en el que los pueblos mesoamericanos encontraron la representación de la lucha de las fuerzas opuestas y complementarias del universo, en el que las canchas representaban el universo y el juego de pelota era una metáfora de los movimientos de los cuerpos celestes, particularmente el sol, la luna y Venus.¹⁶

¹⁵ Miller, M. E. (1989). *Record of the Art Museum, Princeton University*, 48(2), 22-31.

¹⁶ Aguilar-Moreno M. (2015). *An. Antrop.*, 49-1, 73-112

Para los mayas y los aztecas el juego de pelota se consideraba como una recreación de guerra en el cual se incluían prácticas de sacrificios humanos, en donde, al finalizar el juego los perdedores eran decapitados simbolizando así la muerte y el renacimiento eventual del sol o la luna.¹⁶

2.2.3 Fabricación de pelotas

El análisis de las propiedades físicas y mecánicas de un objeto permite predecir el rendimiento y la eficiencia de este, de la misma forma, el método de fabricación y diseño también juegan un papel crucial en el rendimiento del producto final, por esto, es importante conocer el o los posibles métodos de fabricación de las pelotas. Las fuentes bibliográficas españolas del siglo XVI indican que las pelotas se hacían dando forma a una masa sólida de caucho, sin embargo, los relatos históricos, los estudios etnográficos y los datos arqueológicos proporcionan evidencia de al menos tres tipos de manufactura los cuales serán descritos a continuación.¹³

Es importante mencionar que el hule obtenido del árbol de *Castilla elastica* que será empleado en la fabricación de las pelotas debe extraerse el mismo día en el que se va a emplear, mientras que las raíces de *Ipomea alba* (gloria de la mañana) o *Ipomea rhodocalyx* (machacuana) son recolectadas con anterioridad para dejarlas secar y posteriormente obtener la infusión correspondiente.¹⁷

El primer método descrito para la fabricación de las pelotas se basa en mezclar el látex obtenido con la infusión de *Ipomea alba*, aproximadamente 10 minutos después de haber mezclado los líquidos el látex se comienza a coagular en una goma extremadamente flexible y maleable lo que permite moldearla hasta obtener el tamaño y la forma deseada. Sin embargo, en cuestión de minutos la masa obtenida se torna rígida y no se permite alterar su forma evitando tener áreas propensas a roturas.¹³ Un claro ejemplo de este método son las pelotas encontradas en el Manatí, Veracruz, (Figura 10).

¹⁷ Olgúin, F. R. S., & Alonso, R. V. (2010). *Ulama: el juego de la vida y la muerte* (1ª ed.). Universidad Autónoma de Sinaloa.

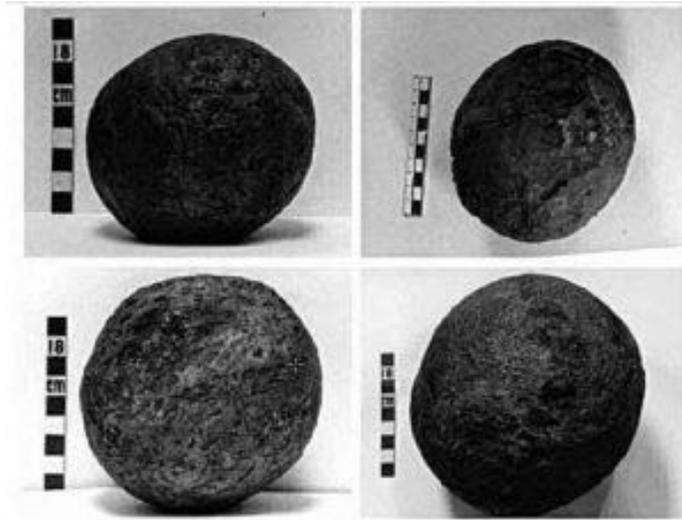


Figura 10. Pelotas de hule encontradas en el cerro “el Manati”, Veracruz.¹³

El segundo método consiste en recubrir un núcleo sólido con capas de láminas extremadamente delgadas, las cuales son obtenidas después de mezclar y calentar el látex con una infusión de *Ipomea rhodocalyx*. A medida que se añaden las capas es necesario exprimir y rebotar la pelota para evitar que contenga aire y se obtenga una pelota defectuosa. Este proceso requiere una mayor cantidad de tiempo y las pelotas obtenidas de esta manera son más propensas a romperse ya que se basa en fuerzas cohesivas entre las capas de hule.¹³ Un ejemplo de este método se puede observar en la película “Ulama: el juego de la vida y la muerte”.

El tercer método es similar al segundo, la diferencia consiste en que en este proceso se enrolla una cinta de caucho en forma de espiral, este procedimiento provoca la ausencia de las fuerzas de cohesión conduciendo a una baja tensión, y fallas mecánicas en la amortiguación y su comportamiento elástico. Sin embargo, las pelotas fabricadas por este método aparentemente eran producidas para usos ceremoniales.¹³

III. OBJETIVOS

3.1 Objetivo general

Contribuir a la elucidación de la(s) técnica(s) de fabricación de la(s) pelota(s) de hule del juego de cadera mesoamericano mediante la creación y evaluación de un protocolo de análisis en muestras contemporáneas.

3.2 Objetivos particulares

- Establecer un método de extracción, separación y análisis de muestras tomadas de pelotas fabricadas en la época contemporánea que pueda aplicarse al análisis de muestras arqueológicas encontradas en sitios prehispánicos con el fin de establecer su posible método de fabricación.
- Identificar los componentes presentes en las muestras mediante técnicas espectroscópicas modernas tales como la RMN, IR y EM.
- Considerando el contexto histórico se implementarán análisis que permitan identificar o descartar la presencia de componentes con el fin de elucidar el tratamiento del hule empleado en la fabricación de las pelotas.

IV. HIPÓTESIS

La composición química de las pelotas de hule contemporáneas permitirá esclarecer el tratamiento que sufrió el látex para poder ser aplicado en la fabricación de las pelotas en la época prehispánica.

V. MATERIALES Y MÉTODOS

5.1 Procedimientos generales

Los espectros de infrarrojo se obtuvieron en un espectrómetro Bruker Tensor 27. Los experimentos de RMN se realizaron en un espectrómetro Bruker Avance III a 400 MHz para ^1H y 100 MHz para ^{13}C y en un espectrómetro HD Bruker Avance III a 700 MHz para ^1H y 175 MHz para ^{13}C para las muestras en disolución; para las muestras sólidas se realizaron en un espectrómetro Bruker 500 Ascend a 125 MHz para ^{13}C . Los desplazamientos químicos (δ) están referenciados con la señal del disolvente residual CDCl_3 ($\delta_{\text{H}}= 7.26$, $\delta_{\text{C}}= 77.16$) y las constantes de acoplamiento (J) están dadas en Hz. Los experimentos de RMN se procesaron en el programa MestReNova versión 12.0. La Pi-CG/EM se realizó en un pirolizador CDS Analytical, Inc. Pyroprobe 5250 acoplado a un cromatógrafo de gases Agilent Technologies 7890B GC System y un espectrómetro de masas Agilent Technologies 5977A MSD. Los productos de pirólisis se separaron en una columna capilar de superaleación UA-5 (30 m de longitud y 0.25 mm de diámetro interno) con una fase estacionaria de polifenilmetilsiloxano. La identificación de los compuestos obtenidos mediante la Pi-CG/EM se llevo a cabo con ayuda del software MassHunter Workstation y la base de datos NIST14 con un “match” mínimo del 75%.

Para el aislamiento y purificación de los compuestos se realizaron separaciones mediante cromatografía en columna (CC) en gel de sílice 230-400 (Macherey-Nagel) y cromatografía en capa delgada preparativa (CCDp) realizada en placas Merck Millipore PLC Silica gel 60 F₂₅₄ de 20 x 20 cm de 0.25 y 1.00 mm de espesor. El monitoreo del progreso de las separaciones cromatográficas se realizó mediante cromatografía en capa delgada analítica (CCDa) utilizando cromatofolios de gel de sílice de 0.20 mm de espesor con indicador de fluorescencia (Macherey-Nagel). La visualización de las placas se realizó con una lámpara de luz UV Spectroline modelo ENF-240C a dos longitudes de onda (254 y 365 nm) y utilizando solución de sulfato cérico amoniacal como revelador.

5.2 Obtención de muestras

La pelota se obtuvo con la colaboración de la Dra. Emilie A. Carreón Blaine del Instituto de Investigaciones Estéticas de la UNAM. Para tomar la muestra se perforó

la pelota con ayuda de un taladro y una broca hueca obteniendo así la muestra a tratar; el ejemplar fue fabricado con el método descrito por Roberto Rochín. El hule vulcanizado fue obtenido en una visita al grupo Everest el mes de febrero de 2020; la muestra empleada se obtuvo cortando el trozo obtenido de hule con ayuda de un cúter.

5.3 Análisis realizados a las muestras sin tratamiento previo

Se tomaron 20 mg de la pelota y 15 mg de hule vulcanizado para ser analizados por IR, ^{13}C -RMN de sólidos y Pi-CG/EM; los análisis de IR y ^{13}C -RMN de la pelota se realizaron con la parte intermedia de la muestra para obtener los resultados más homogéneos posibles. La Pi-CG/EM se realizó bajo las siguientes condiciones: la muestra se colocó en el pirolizador mediante un soporte automático de muestra y se pirolizó a 550 °C manteniéndola durante 30 segundos. El cromatógrafo de gases se hizo funcionar en el modo de control de presión usando helio como gas portador con un flujo controlado a una velocidad de 1 mL/min. El horno se programó para mantenerse a 50 °C durante 1 minuto, luego aumentó hasta 100 °C a una velocidad de 20 °C/min, posteriormente de 100 a 300 °C a una velocidad de 10 °C/min, y finalmente se mantuvo a 300 °C durante 10 min. La temperatura de la interfaz GC/MS se ajustó a 280 °C.¹⁸

5.4 Preparación de extractos

Se pesaron 6.57 g de muestra de la pelota y pusieron en condiciones de maceración durante 48 horas a 200 rpm empleando 150 mL de hexano como disolvente, posteriormente, se realizó una extracción líquido-sólido separando la fase soluble de la fase insoluble, la fracción soluble se concentró con ayuda de un rotavapor obteniendo 452.9 mg. A la fracción insoluble se le aplicó el mismo protocolo, pero empleando 150 mL de acetona como disolvente. La fase soluble se filtró con ayuda de papel filtro y celita para, posteriormente, concentrarse con ayuda de un rotavapor obteniendo 312.6 mg.

¹⁸ Liang, Y., Luo, Y. Y., Jing, W., Chen, K., Zhao, P. F., Li, P. W., & Zhang, B. L. (2017). *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 123, 118–125.

5.5 Aislamiento y purificación

El extracto crudo obtenido con acetona se separó por CC en silica gel empleando como eluyente 750 mL de tres mezclas de hexano/AcOEt (19:1, 9:1, 4:1 respectivamente) y una de metanol/acetona (2:1) de 400 mL, obteniendo 52 fracciones de 50 mL cada una. Las fracciones se reunieron de acuerdo con su similitud en cromatografía en capa delgada analítica (CCDa) en 10 fracciones primarias.

Tabla 2. Fracciones primarias obtenidas con base en su perfil cromatográfico.

Fracción	Masa (mg)
3-5	118.4
6-7	47.6
8-11	21.6
12-14	6.5
15-17	14.5
18	9.8
19-26	34.2
27-31	23.4
32-40	----
41-52	----

Nota: En las fracciones 1 y 2 únicamente se obtuvo disolvente por lo que fueron descartadas

La fracción 3-5 se sometió a CCDp utilizando como eluyente hexano/AcOEt (95:5) obteniendo 4 fracciones secundarias (a, b, c y d); de la misma manera, a la fracción 8-11 se le realizó una CCDp utilizando como eluyente hexano/AcOEt (9:1) obteniendo 5 fracciones secundarias (a, b, c, d y e), sin embargo, estas fracciones secundarias no fueron analizadas dada su complejidad y poca cantidad de muestra obtenida después del proceso de separación cromatográfica.

Tanto el extracto como las fracciones primarias y secundarias se analizaron por diferentes técnicas analíticas como la EM, RMN, IR y CG-EM.

VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Elucidación de las muestras sin tratamiento

De las muestras de pelota y hule vulcanizado se realizaron análisis mediante las técnicas de AEC, ^{13}C -RMN, IR y Pi-CG/EM, esto con la idea de conocer si a la pelota se le realizó o no un proceso de vulcanización.

En el espectro de IR (Espectro 1) de la pelota se observan las bandas de enlaces $\text{C}(\text{sp}^2)\text{-H}$ (3036) $\text{C}(\text{sp}^3)\text{-H}$ (2960,2913 y 2852) y $\text{C}(\text{sp}^2)\text{-C}(\text{sp}^2)$ (1662) así como las bandas de torsión de metilos (1446) y torsión asimétrica de metilenos (1375), finalmente, se observa la banda de torsión de tijera de metilos (889) y la flexión C-H fuera del plano de alquenos trisustituídos (840).^{19,20} De igual manera, en el espectro de IR (Espectro 2) del hule vulcanizado se observan las bandas de enlaces $\text{C}(\text{sp}^2)\text{-H}$ (3062 y 3026), $\text{C}(\text{sp}^3)\text{-H}$ (2916 y 2846), $\text{C}(\text{sp}^2)\text{-C}(\text{sp}^2)$ (1639), las bandas de torsión de metilos (1450 y 1309), por último, se observa la banda de enlaces $\text{C}(\text{sp}^2)\text{-H}$ (964).¹⁹ Dadas las limitaciones de la técnica y la similitud entre las señales observadas y las esperadas para un proceso de vulcanización, S-H (915-800), (S-)CH₃ (2880, 1430 y 1330-1290) y (S-)CH₂ (2860 y 1425),²¹ no se puede discernir si hay o no azufre presente en la muestra.

Por su parte, el AEC de la pelota se hizo de forma cualitativa obteniendo como resultado la ausencia de azufre, por otra parte, el AEC del hule vulcanizado se realizó de forma cuantitativa y se detectó la presencia de azufre como se observa en la Tabla 3.

Tabla 3. AEC realizado a la muestra de hule vulcanizado.

Elemento	%
Nitrógeno	0.55
Carbono	73.43
Oxígeno	6.49
Azufre	0.94

¹⁹ Arjunan, V., Subramanian, S., & Mohan, S. (2001). *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 57(13), 2547–2554.

²⁰ Kang, H., Kang, M. Y., & Han, K. H. (2000). *Plant Physiology*, 123(3), 1133–1142.

²¹ Pretsch, E., Bühlmann, P., & Badertscher, M. (2009). *Structure Determination of Organic Compounds: Tables of Spectral Data*. (4th Revised, Enlarged ed.). Springer.

A su vez, la ^{13}C -RMN de la pelota presenta, como se espera, las señales características del poliisopreno (Espectro 3). En dicho espectro se observan dos señales en 137.1 y 127.0 ppm asignadas a los carbonos vinílicos C-2 y C-4 respectivamente, mientras que las señales en 25.4, 28.5 y 34.3 ppm son asignadas a los carbonos alílicos de las posiciones C-1, C-5 y C-3 correspondientemente (Figura 11), por último, la señal en 29.4 ppm se atribuye a la cadena de hidrocarburos del polímero.^{20, 22}

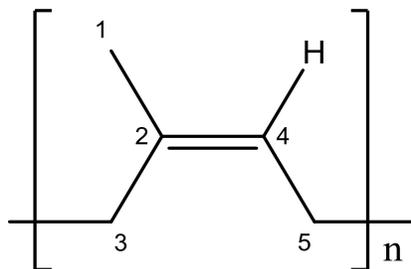


Figura 11. Estructura del poliisopreno

En contraste, la muestra de hule vulcanizado presento señales similares (Espectro 4), se observan señales en 135.7, 125.6, 32.9, 27.7, 27.1 y 24.0 ppm (las cuales tienen la misma asignación que la muestra de la pelota), sin embargo, se observan dos señales en 56.3 y 45.9 ppm las cuales se asignan a metinos y metilenos enlazados a átomos de azufre respectivamente; de esta forma se proponen 8 modelos de entrecruzamiento en el hule vulcanizado (Figura 12).²²

²² Ukawa, J., Kawahara, S., & Sakai, J. (2007). *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 45(9), 1003–1009.

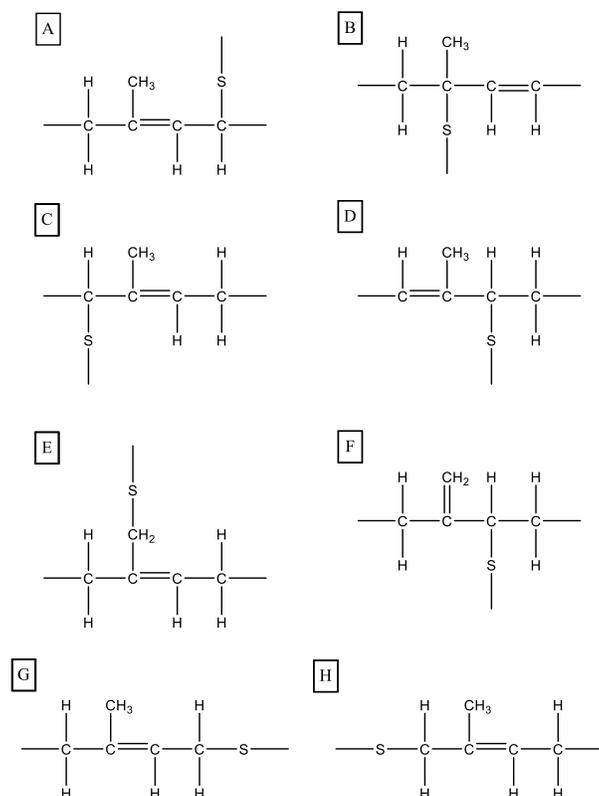


Figura 12. Entrecruzamientos esperados en la vulcanización del hule natural.²²

La muestra de pelota fue seccionada en 3 partes (parte externa, intermedia e interna) a las cuales se les realizó un análisis por separado mediante la técnica de Pi-CG/EM, los resultados se muestran en las Tablas 4 y 5; Cromatogramas 1 y 2 respectivamente (los resultados de la parte intermedia no se muestran ya que es un conjunto de las otras 2 partes).

Tabla 4. Compuestos identificados con la técnica Pi-CG/EM en la superficie externa de la pelota sin tratamiento previo.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
2.33	Isopreno	51.16
2.57	3-metil-ciclopenteno	1.80
3.06	2,5-Dihidrotolueno	1.81
3.72	<i>o</i> -Xileno	0.58
4.25	2,6-Dimetil-2- <i>trans</i> -6-octadieno	0.25
4.44	4-Etenil,1,4-dimetil-ciclohexeno	2.73
4.93	2,5,6-Trimetil-1,3,6-heptatrieno	1.52

5.15	D-Limoneno	26.53
5.72	Terpinoleno	0.12
5.72	<i>m</i> -Cimeno	-----
5.98	1,3,8- <i>p</i> -Mentatrieno	0.19
6.27	(4E, 6E)- <i>alo</i> -cimeno	0.08
8.76	9-(1-Metiletiliden)-1,5-cicloundecadieno	0.12
10.17	α -Sinensal	0.22
10.43	α -Farneseno	0.12

Tabla 5. Compuestos identificados con la técnica Pi-CG/EM en la superficie interna de la pelota sin tratamiento previo.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
2.33	Isopreno	55.65
2.59	4-Metil-2-pentino	1.25
3.08	Tolueno	1.42
3.42	3,5-Dimetilciclohexeno	0.19
3.72	<i>o</i> -Xileno	0.59
4.26	2,6-Dimetil-2-trans-octadieno	0.24
4.31	2,5,6-Trimetil-1,3,6-heptatrieno	0.19
4.45	4-Etenil-1,4-dimetil-ciclohexeno	2.36
4.87	3-Careno	0.34
4.93	2,5,6-Trimetil-1,3,6-heptatrieno	1.13
5.14	D-Limoneno	27.45
5.99	1,3,8- <i>p</i> -Mentatrieno	0.19
6.12	(4E, 6Z)- <i>alo</i> -cimeno	0.09
11.40	(-)-Isoaromadendreno	0.21

Como se puede observar en las Tablas 4 y 5, los compuestos identificados en la muestra de pelota son compuestos terpénicos derivados del intermediario IPP o son producto de la degradación térmica de la cadena polimérica de este.^{11, 23}

De igual manera se realizó un análisis con la técnica de Pi-CG/EM a la muestra de hule vulcanizado en donde la mayoría de los compuestos identificados son intermediarios en la fabricación de plastificantes, resinas o polímeros.⁸

²³ Davis, E. M., & Croteau, R. (2000). Biosynthesis, 53–95.

Tabla 6. Compuestos identificados con la técnica Pi-CG/EM en el hule vulcanizado.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
2.27	1,3-Butadieno	19.26
2.38	Ciclopenteno	3.38
2.68	Benceno	5.43
3.16	Tolueno	7.44
3.59	4-Vinilciclohexeno	10.78
3.80	Etilbenceno	2.30
4.03	Estireno	24.80
4.56	Propilbenceno	1.08
4.83	α -metilestireno	1.64

6.2 Elucidación de los extractos crudos

Después de realizar la maceración de la pelota se realizó un análisis de CG-EM a los extractos crudos. A continuación, se presentan los resultados del extracto crudo de hexano (Tabla 7, Cromatograma 4). El extracto se encuentra constituido principalmente por compuestos de tipo éster y triterpenos, sin embargo, en los primeros minutos del análisis hay una gran cantidad de compuestos no identificados, los cuales, por la baja polaridad del disolvente, se espera que sean los compuestos terpénicos identificados en la muestra sin tratamiento previo.

Tabla 7. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en el extracto crudo de hexano.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
5.16	3-metilhept-2-ona	9.54
8.75	Caproato de vinilo	0.92
8.99	Caproato de vinilo	1.54
9.38	Ácido levulínico	8.69
16.01	Butirato de vinilo	0.86
17.32	Anhídrido caproico	2.77
29.33	Ftalato de bis(2-propilpentilo)	1.02
35.49	Ursa-9(11),12-dien-3-ona	0.86
35.99	Ursa-9(11),12-dien-3-ona	1.40

36.33	β -amirona	3.89
36.57	β -amirina	1.64
36.80	Lupenona	15.99
37.04	α -amirina	5.59
37.25	Acetato de urs-9(11),12-dien-3-ilo	1.62
37.59	γ -sitostenona	11.24
38.14	Acetato de β -amirina	10.61
38.65	α -amirina	1.38
41.61	Acetato de 11-oxours-12-en-3-ilo	1.40

Por otro lado, el análisis de CG-EM realizado al extracto crudo de acetona detectó la presencia de nueve componentes (Tabla 8, Cromatograma 5). Los componentes identificados por esta técnica están constituidos por triterpenos (β -amirona, β -amirina, lupenona, lupeol, β -amirina, β -amirona, γ -sitostenona y *acetato de lupeol*) y en menor proporción se observan componentes de tipo ftalato. Como se mencionó previamente, los triterpenos identificados son productos naturales identificados en diferentes especies de plantas.^{24, 25}

Tabla 8. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en el extracto crudo de acetona.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
19.99	Ftalato de dibutilo	0.51
25.04	Ftalato de bis(2-etilhexilo)	0.89
31.31	γ -sitosterol	1.44
31.46	β -amirona	5.57
31.77	β -amirina	3.94
32.05	Lupenona	24.68
32.35	Lupeol	13.89
33.02	γ -sitostenona	21.68
33.66	Acetato de lupeol	12.68

²⁴ Otuki MF, Vieira-Lima F, Malheiros A, Yunes RA, Calixto JB (2005). *Eur J Pharmacol*, 10(507), 253–259.

²⁵ Cháirez-Ramírez M.H., Moreno-Jiménez M.R., González-Laredo R.F., GallegosInfante J.A., Rocha-Guzmán N.E. (2016). *EXCLI Journal*, 15, 758-771.

6.3 Elucidación de la fracción 3-5

Dado el perfil cromatográfico de la fracción observado en la CCDa se le realizó una separación mediante una CCDp. Antes de llevar a cabo la separación se hizo un análisis de CG-EM en donde se observó que una gran parte de la muestra son ftalatos (Tabla 9, Cromatograma 6).

Tabla 9. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 3-5.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
16.15	Ácido ftálico	4.74
16.93	Ftalato de dibutilo	24.88
20.13	Ácido adípico	2.45
21.28	Ftalato de bis(2-etilhexilo)	53.13

Después de realizar la CCDp se aislaron 4 fracciones secundarias asignadas de forma descendente como A, B, C y D de 17.5 mg, 15.6 mg, 27.1 mg y 33.9 mg respectivamente, en donde la única fracción que presentaba señales en el UV fue la fracción D por lo que se considera que es donde se encuentran los ftalatos.

Las fracciones B, C y D fueron aisladas como aceites con una tonalidad amarillenta mientras que la fracción A se aisló como un sólido de color blanco/rosado.

Con base en los resultados obtenidos en la CG-EM los compuestos principales en la fracción A y B son la β -amirona y una mezcla del acetato de amirina (α y β) (Cromatogramas 7 y 8; Tabla 10 y 11 respectivamente). Dadas las similitudes en las fracciones, únicamente se hará la discusión para la fracción 3-5 A.

Tabla 10. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 3-5 A.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
37.56	β -amirona	1.67
38.71	Acetato de β -amirina	25.40
39.44	Acetato de α -amirina	67.35

Tabla 11. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 3-5 B.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
36.95	β -amirona	0.78
37.56	β -amirona	3.18

38.71	Acetato de β -amirina	14.21
39.26	Compuesto no identificado	35.19
39.45	Acetato de α -amirina	44.36

El espectro de masas obtenido por la técnica DART de esta fracción muestra un ion pseudomolecular correspondiente a $[M+H]^+$ (Espectro 5) con una masa de 469, lo que permite establecer una fórmula molecular $C_{32}H_{52}O_2$; con esta fórmula molecular se puede deducir el grado de insaturación que tiene la molécula el cual es $\Omega = 6$. En el espectro de IR (Espectro 6) se pueden observar bandas características de grupo carbonilo (1735 cm^{-1}) y grupo acetato (1244 cm^{-1}).²¹

La presencia mayoritaria del acetato de amirina se puede confirmar con ayuda del espectro de $^1\text{H-RMN}$ (Espectro 7); en donde se observa una señal característica de un grupo acetato en 2.05 ppm (3H, s), la cual se asigna a los átomos de hidrógeno del metilo de la posición C-2', asimismo, la señal de 5.12 ppm (1H, t, $\delta = 3.6$) se asigna al átomo de hidrógeno vinílico correspondiente a la posición CH-12. La señal en 4.5 (m) nos indica la presencia de un carbono con hibridación sp^3 unido a oxígeno, dicha señal se asigna a la posición C-3. La señal en 1.13 (3H, s) se asigna al metilo en la posición C-27; por su parte, la señal en 0.98 (6H, s) se asigna a los hidrógenos de las posiciones CH_3 -25 y CH_3 -26, finalmente la señal en 0.87 (12H, s) se asigna a los grupos metilo de las posiciones C-23, C-24, C-29 y C-30 y la señal en 0.83 (3H, s) se asigna al metilo de la posición C-28.²⁶

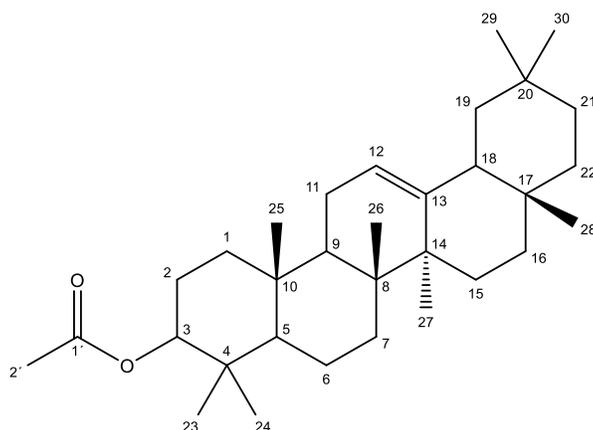


Figura 13. Estructura del acetato de amirina

²⁶ Van Minh, C., Van Kiem, P., Thanh, H., & Joon, J. (2004). Journal of Chemistry, 42(4), 499–502.

6.4 Elucidación de la fracción 6-7

La fracción 6-7 fue aislada como un aceite con color amarillo en cuyo espectro IR (Espectro 8) se observa la banda característica de un enlace O-H (3357 cm^{-1}) así como la de un enlace C-O (1048), lo cual nos indica que el grupo funcional alcohol se encuentra presente en la muestra. El espectro de masas de esta fracción (Espectro 9), obtenido por la técnica DART presenta un ion pseudomolecular $[M+H]^+$ con una masa de 427, lo que nos permite establecer una fórmula molecular $C_{30}H_{50}O$; con esta fórmula se determinó el grado de insaturación el cual es de $\Omega = 6$.

Con base en los resultados obtenidos con la técnica de CG-EM de la fracción extraída con acetona (Tabla 7) y con la masa molecular obtenida en el espectro DART se deduce que los posibles compuestos presentes en esta fracción son el lupeol y una mezcla de la α , β -amirina, la presencia de dichos compuestos se confirma con ayuda del espectro de ^{13}C -RMN (Espectro 10. Tabla 12).^{27, 28}

Tabla 12. Desplazamientos de ^{13}C -RMN de la fracción 6-7

Posición	δ_c (lupeol)	δ_c (α -amirina)	δ_c (β -amirina)
1	38.7	39.0	38.7
2	27.4	27.4	27.4
3	79.2	79.2	79.2
4	38.9	38.9	38.9
5	55.4	55.4	55.4
6	18.5	18.5	18.5
7	34.4	33.1	32.8
8	40.0	40.2	38.9
9	50.6	47.8	47.8
10	37.1	37.1	37.1
11	21.1	23.5	23.6
12	25.3	124.6	121.9
13	38.2	139.7	145.4
14	43.2	42.2	41.9

²⁷ Wenkert, E., Baddeley, G. V., Burfitt, I. R., & Moreno, L. N. (1978). *Organic Magnetic Resonance*, 11(7), 337–343.

²⁸ S. A. Knight. (1974) *Organic Magnetic Resonance*, 6, 603-611.

15	27.4	26.8	26.3
16	35.7	28.2	27.1
17	42.0	33.9	32.4
18	48.4	59.2	47.4
19	48.2	39.8	47.0
20	151.2	39.8	31.1
21	29.9	31.4	34.9
22	39.9	41.7	37.3
23	28.2	28.2	28.3
24	15.6	15.8	15.6
25	16.3	15.9	15.7
26	16.1	17.0	17.0
27	14.7	23.4	26.2
28	18.2	28.9	28.6
29	109.5	17.5	33.5
30	19.5	21.6	23.9

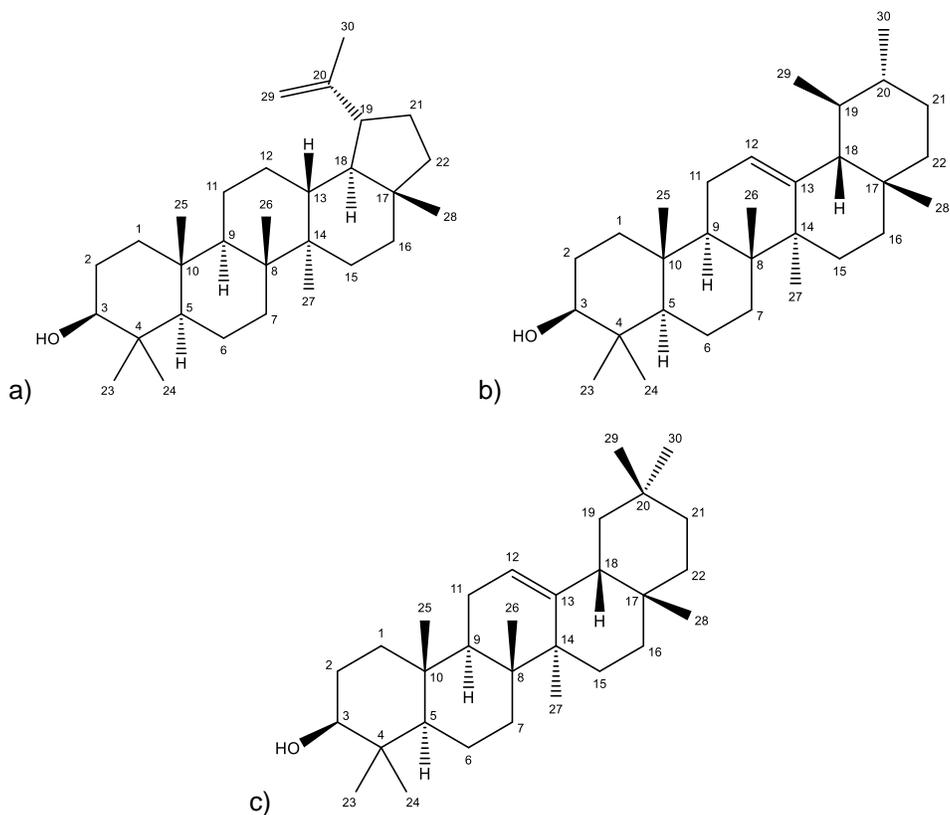


Figura 14. a) Estructura del lupeol; b) Estructura de la α -amirina; c) Estructura de la β -amirina

6.5 Elucidación de la fracción 15-17

La fracción 15-17 fue aislada como un aceite de color amarillo. Con base en los resultados obtenidos en la CG-EM (Cromatograma 9, Tabla 13) se concluye que los componentes principales de esta fracción son ácidos grasos.

Tabla 13. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 15-17.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
5.15	Butanona	5.22
20.37	Ácido mirístico	1.57
21.68	Ácido pentadecanoico	1.34
22.96	Ácido palmítico	13.82
25.29	Ácido esteárico	3.94
27.84	Ácido adípico	2.72
37.55	β -amirona	5.33
37.98	Compuesto no identificado	11.67
41.37	Compuesto no identificado	10.97
43.87	Fluoridona	7.85

En el espectro de $^1\text{H-RMN}$ (Espectro 11) se puede observar el perfil típico de los ácidos grasos en el cual las señales entre 2.2 y 2.4 ppm se asignan a los metilenos enlazados α al ácido carboxílico y las señales entre 1.5 y 1.7 ppm corresponden a los metilenos en posición β , por su parte, las señales entre 0.8 y 0.9 ppm corresponden a los metilos terminales y, finalmente, las señales entre 1.2 y 1.3 ppm son de los metilenos presentes en el resto de la molécula.

6.6 Elucidación de la fracción 18

La fracción 18 fue aislada como un aceite de color amarillo y en su espectro de IR (Espectro 12) se observa la banda de enlaces $\text{C}(\text{sp}^3)\text{-H}$ ($2962, 2931, 2873 \text{ cm}^{-1}$) así como la torsión simétrica y asimétrica de metilos ($1449, 1376 \text{ cm}^{-1}$), finalmente, se observa la banda de torsión de tijera de metilos (893 cm^{-1}) y la flexión C-H fuera del plano de alquenos trisustituidos (839 cm^{-1}).¹⁹

En el espectro de $^1\text{H-RMN}$ (Espectro 13) se observa la señal de un átomo de hidrógeno vinílico, 5.10 ppm (1H, sa), el cual se asigna a la posición C-4, la señal en 2.02 ppm (4H) se asigna a los metilenos en la posición C-3 y C-5, finalmente, la

señal en 1.66 ppm (3H) se asigna al metilo de la posición C-1.²⁹ Los datos anteriores permiten establecer que la fracción 18 está constituida principalmente por poliisopreno; la presencia del poliisopreno en esta fracción, a la cual se le ha realizado un proceso de extracción y purificación, implica que los ácidos grasos presentes en el látex se encuentren más expuestos, esto se ve reflejado de mejor forma en el espectro de ¹³C-RMN.³⁰

Por otro lado, en el espectro de ¹³C-RMN de la fracción 18 (Espectro 14) se observan dos señales en 135.3 y 125.1 ppm asignadas a los carbonos vinílicos C-2 y C-4 respectivamente, mientras que las señales en 23.5, 26.5 y 32.3 ppm son asignadas a los carbonos alílicos de las posiciones C-1, C-5 y C-3 respectivamente, finalmente, la señal en 29.8 se atribuye a la presencia de ácidos grasos.

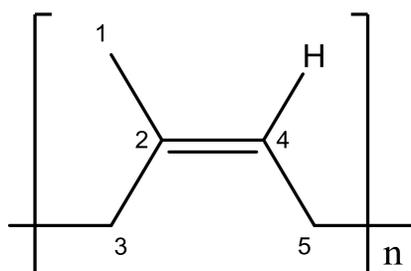


Figura 15. Estructura del poliisopreno

6.7 Elucidación de la fracción 19-52

Dada la complejidad de las fracciones consecuentes a la fracción 18 únicamente se mostrarán los resultados obtenidos mediante el análisis mediante la técnica de CG-EM, los resultados se muestran en las Tablas 14,15, 16 y 17 y los Cromatogramas 10, 11, 12 y 13. Las fracciones fueron aisladas como un sólido amarillo.

Tabla 14. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 19-26.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
5.14	Étil geranil acetona	8.92
8.99	Hexanoato de vinilo	2.28
9.25	Ácido levulínico	6.33

²⁹ Kjær, A., & Rosendahl, P. (2013). Cis-1,4-prenyltransferase obtained from *Hevea brasiliensis* cDNA. Registry of Standard Biological Parts. Disponible en: http://parts.igem.org/Part:BBa_K1088003

³⁰ Tanaka, Y. (2001). *Rubber Chemistry and Technology*, 74(3), 355–375.

17.31	Anhídrido caproico	2.74
34.05	Tetratriacontano	3.09
34.24	Acetato de β -amirina	2.01
35.66	Tetratriacontano	2.33
38.14	β -amirina	10.57
38.68	Benzimidazo[2,1-a]isoquinolina	34.82

Tabla 15. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 27-31.

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
5.12	Butanona	10.70
8.91	Ácido levulínico	4.82
10.71	Ácido γ -acetilbutírico	3.01
17.29	Anhídrido caproico	4.12
27.81	Ácido adípico	4.35

Tabla 16. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 32-40

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
5.11	Butanona	8.38
8.99	Ácido levulínico	5.16
9.87	Nonanal	2.57
10.76	Ácido γ -acetilbutírico	2.48
14.08	Ácido trans-4- hidroxiciclohexanocarboxílico	6.50
19.76	Pentadecanal	4.68
22.91	Ácido palmítico	3.89
28.10	Docosanal	1.71
28.91	2-Palmitoilglicerol	12.09
29.11	Tricosanal	1.74
30.07	Tetracosanal	1.84
30.85	L- α -Monostearina	4.09
34.23	Euparona	1.80
34.61	Urs-12-eno	6.09
36.15	γ -sitosterol	-----

Tabla 17. Compuestos identificados con la técnica CG-EM en la fracción 41-52

Tiempo de retención (min)	Compuesto	% Área
19.76	Pentadecanal	4.25
22.89	Ácido palmítico	3.52
29.31	Ftalato de bis(6-metilhept-2-ilo)	3.20
31.13	Ftalato de 4-metilhept-3-il octilo	3.27
31.61	Ftalato de hept-4-il nonilo	4.81
31.84	Ftalato de 5-metilhex-2-il nonilo	4.77
32.05	Dinonil ftalato	4.20
32.29	Dinonil ftalato	3.26
34.6	Acetato de β -amirina	10.22
36.13	γ -sitosterol	15.39

VII. CONCLUSIONES

- Se estableció un método de extracción, separación y análisis para una muestra de pelota contemporánea.
- Se identificaron los compuestos principales en una muestra contemporánea y una muestra de hule vulcanizado sin un tratamiento previo.
- Se realizó la caracterización y elucidación de las fracciones primarias y secundarias del proceso de maceración de la muestra contemporánea.
- Después de realizar la elucidación de las fracciones primarias y secundarias se concluye que no es necesario efectuar técnicas de separación cromatográfica ya que se obtiene el mismo alcance que el conjunto de resultados de los análisis realizados a las muestras sin tratamiento previo y a los extractos crudos obtenidos de la maceración.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- ¹ Ortuño, Á. V. (1900). Introducción a la química industrial. Barcelona, España: Editorial Reverté.
- ² Vaysse, L., Bonfils, F., Sainte-Beuve, J., & Cartault, M. (2012). Polymer Science: A Comprehensive Reference, 10, 281-293.
- ³ Höfer, R. (2009). Sustainable Solutions for Modern Economies (Vol. 4). New York, USA: RSC.
- ⁴ J. L. Jacob, J d'Auzac, J C Prevôt. (1993). Clin Rev Allergy Fall., 11(3), 325-37.
- ⁵ Nawamawat, K., Sakdapipanich, J. T., Ho, C. C., Ma, Y., Song, J., & Vancso, J. G. (2011). Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 390, 157– 166.
- ⁶ Brahmkshatriya, P. P., & Brahmkshatriya, P. S. (2013). Natural Products, 2665–2691.
- ⁷ Hamilton, J. L. (2016). Natural Rubber. New York, USA: Macmillan Publishers.
- ⁸ Kohjiya, S., & Ikeda, Y. (2014). Chemistry, Manufacture and Applications of Natural Rubber. Oxford, UK: Woodhead Publishing.
- ⁹ Blackley, D. C. (2012). Polymer Latices. New York, USA: Springer Publishing.
- ¹⁰ Mekonnen, T. H., Ah-Leung, T., Hojabr, S., & Berry, R. (2019) Colloids and Surfaces A, 583, 123949.
- ¹¹ Cataldo, F. (1998). Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 44(2), 121–130.
- ¹² Adam, C., Lacoste, J., & Lemaire, J. (1991). Polymer Degradation and Stability, 32(1), 51-69.
- ¹³ Tarkanian, M. J., & Hosler, D. (2011). Latin American Antiquity, 22(4), 469–486.
- ¹⁴ Carreón Blaine, E. A. (2016). Trace, 70, 9-44.
- ¹⁵ Miller, M. E. (1989). Record of the Art Museum, Princeton University, 48(2), 22-31.
- ¹⁶ Aguilar-Moreno M. (2015). An. Antrop., 49-I, 73-112,
- ¹⁷ Olguín, F. R. S., & Alonso, R. V. (2010). Ulama: el juego de la vida y la muerte (1a ed.). Universidad Autónoma de Sinaloa.

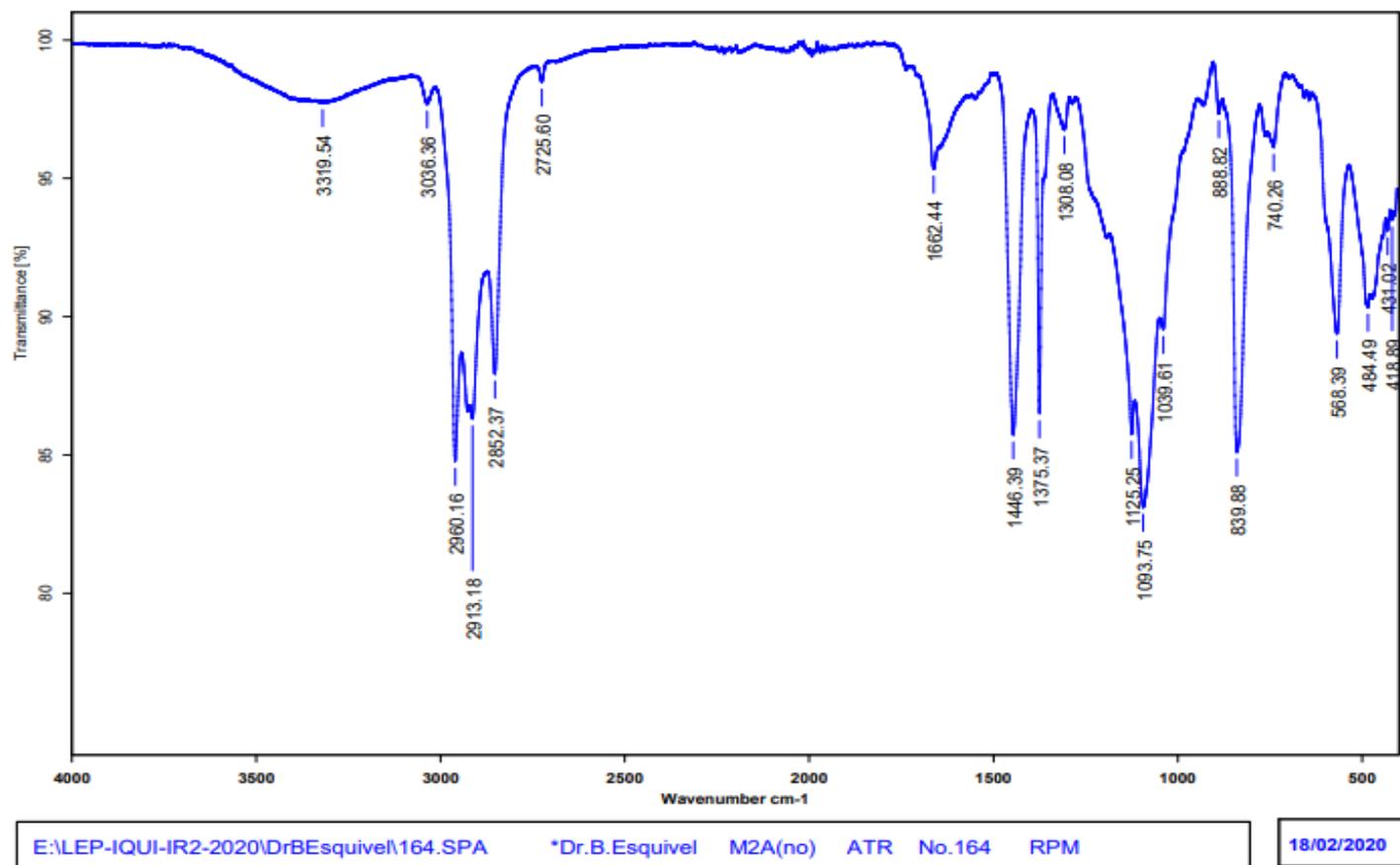
- ¹⁸ Liang, Y., Luo, Y. Y., Jing, W., Chen, K., Zhao, P. F., Li, P. W., & Zhang, B. L. (2017). *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 123, 118–125.
- ¹⁹ Arjunan, V., Subramanian, S., & Mohan, S. (2001). *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 57(13), 2547–2554.
- ²⁰ Kang, H., Kang, M. Y., & Han, K. H. (2000). *Plant Physiology*, 123(3), 1133–1142.
- ²¹ Pretsch, E., Bühlmann, P., & Badertscher, M. (2009). *Structure Determination of Organic Compounds: Tables of Spectral Data*. (4th Revised, Enlarged ed.). Springer.
- ²² Ukawa, J., Kawahara, S., & Sakai, J. (2007). *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 45(9), 1003–1009.
- ²³ Davis, E. M., & Croteau, R. (2000). *Biosynthesis*, 53–95.
- ²⁴ Otuki MF, Vieira-Lima F, Malheiros A, Yunes RA, Calixto JB (2005). *Eur J Pharmacol*, 10(507), 253–259.
- ²⁵ Cháirez-Ramírez M.H., Moreno-Jiménez M.R., González-Laredo R.F., GallegosInfante J.A., Rocha-Guzmán N.E. (2016). *EXCLI Journal*, 15, 758-771.
- ²⁶ Van Minh, C., Van Kiem, P., Thanh, H., & Joon, J. (2004). *Journal of Chemistry*, 42(4), 499–502.
- ²⁷ Wenkert, E., Baddeley, G. V., Burfitt, I. R., & Moreno, L. N. (1978). *Organic Magnetic Resonance*, 11(7), 337–343.
- ²⁸ S. A. Knight. (1974) *Organic Magnetic Resonance*, 6, 603-611.
- ²⁹ Kjær, A., & Rosendahl, P. (2013). Cis-1,4-prenyltransferase obtained from *Hevea brasiliensis* cDNA. Registry of Standard Biological Parts. Disponible en: http://parts.igem.org/Part:BBa_K1088003
- ³⁰ Tanaka, Y. (2001). *Rubber Chemistry and Technology*, 74(3), 355–375.

IX. ESPECTROS

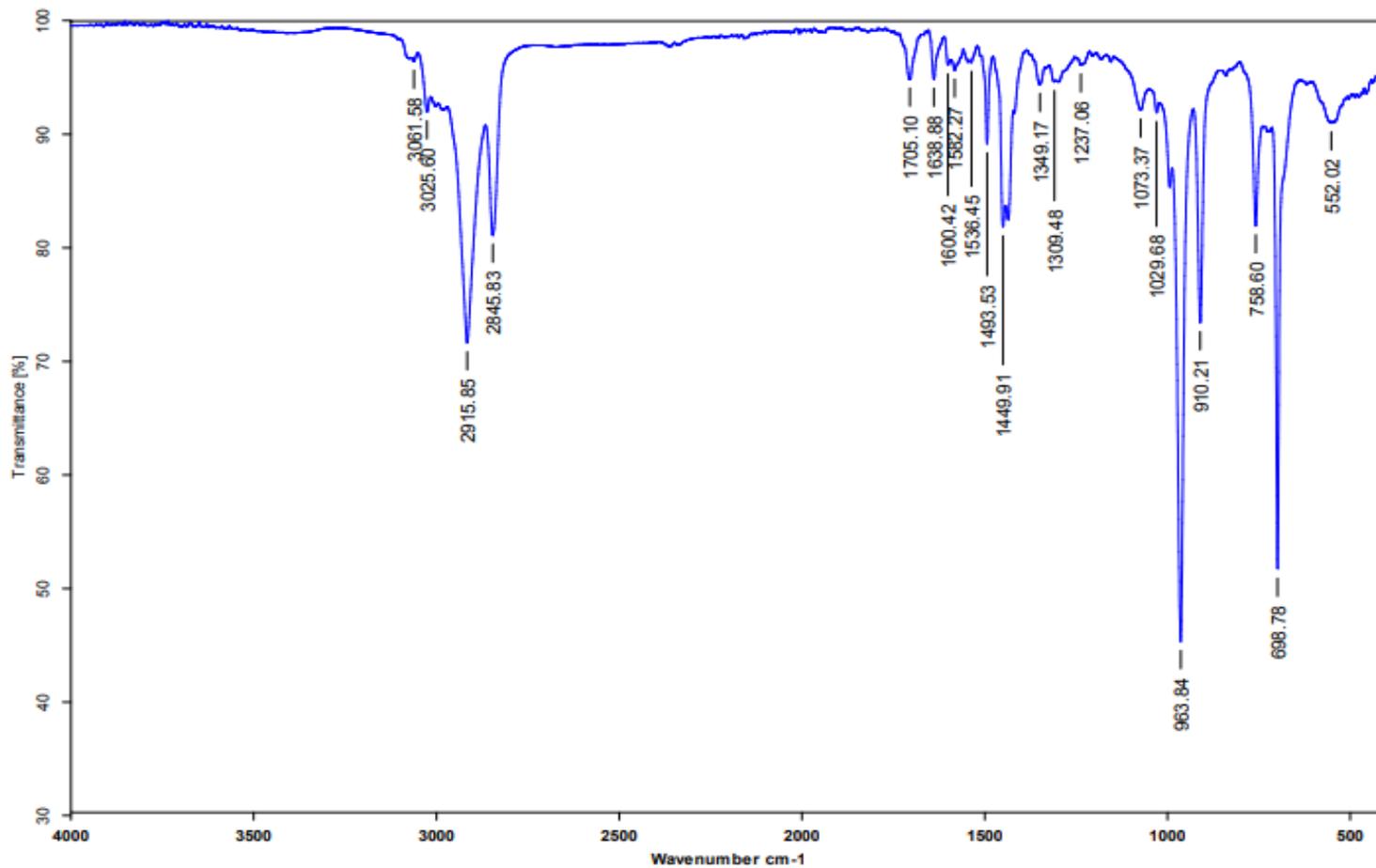


Instituto de Química, UNAM

Laboratorio de Espectroscopía



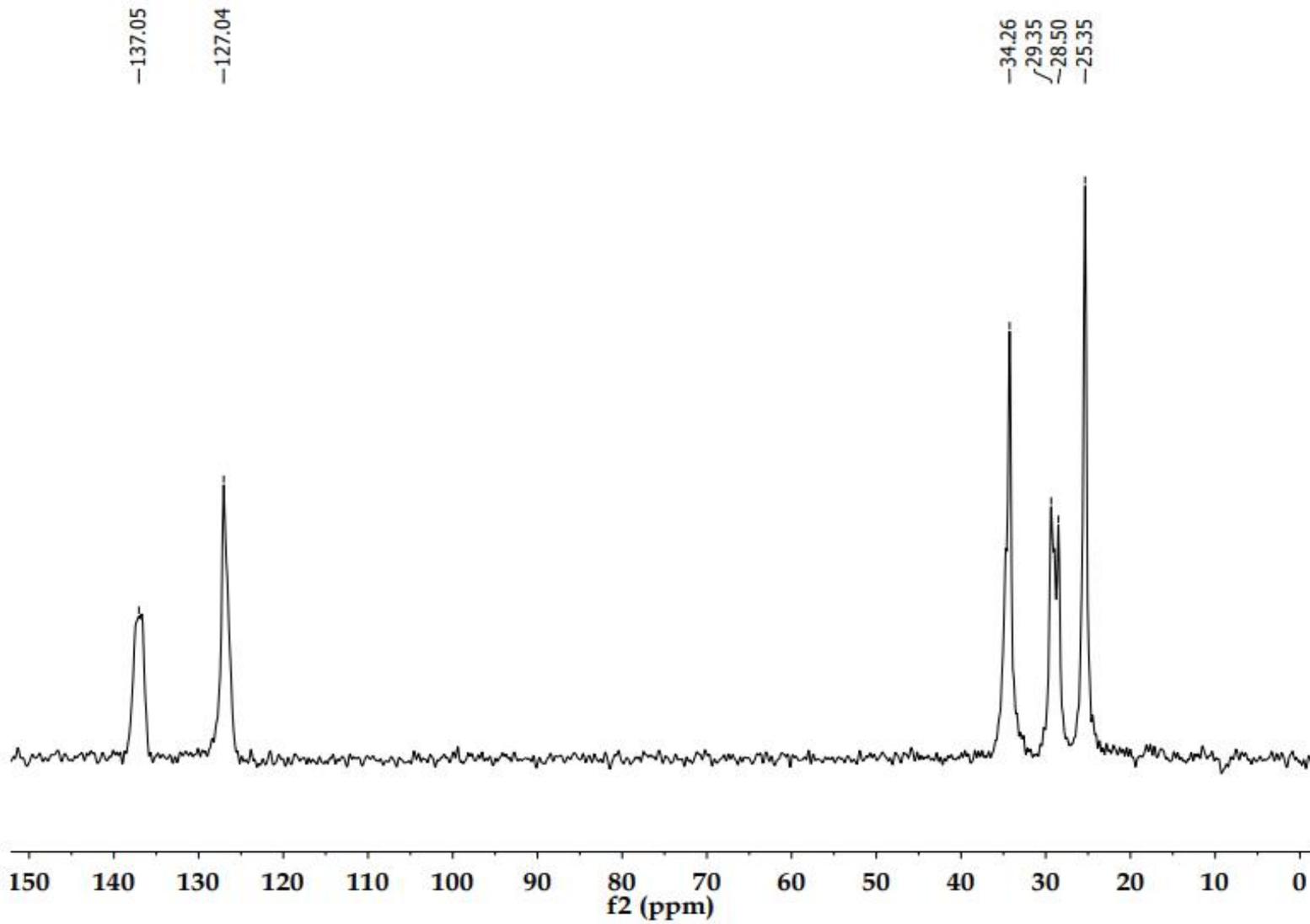
Espectro 1. IR de la pelota de hule contemporánea



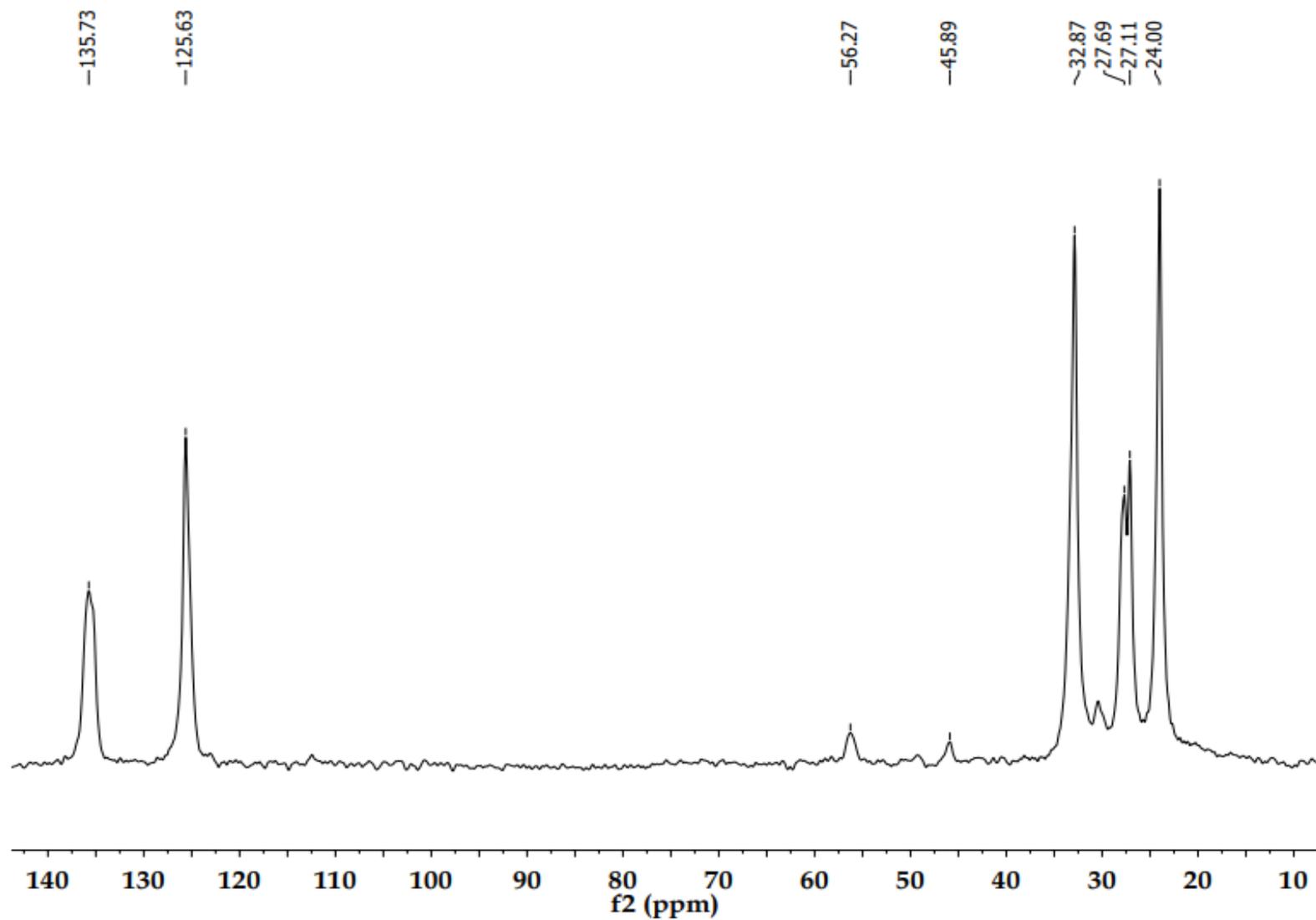
Dr. Baldomero Esquivel Rodríguez HUCE VUCC ATR 021 ARP

11/01/2022

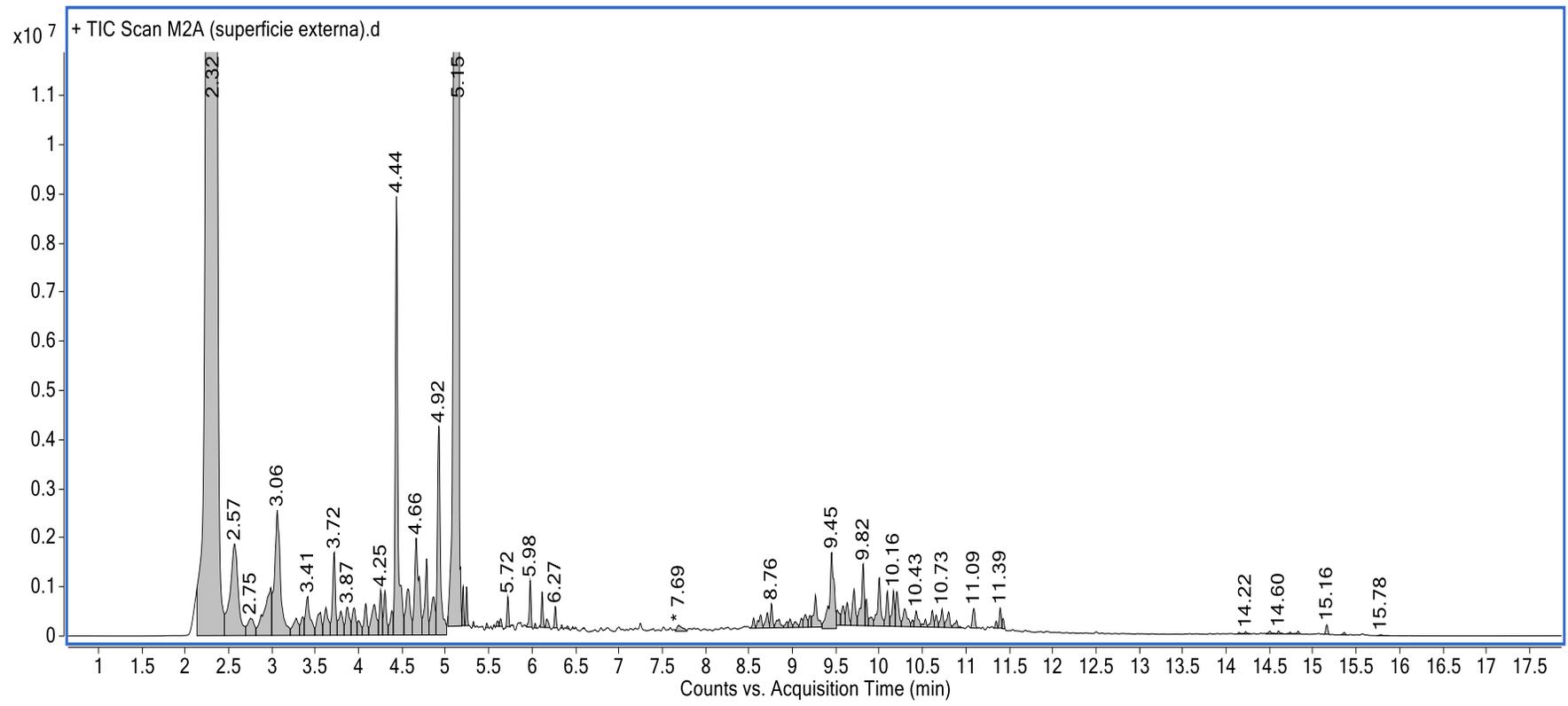
Espectro 2. IR del hule vulcanizado



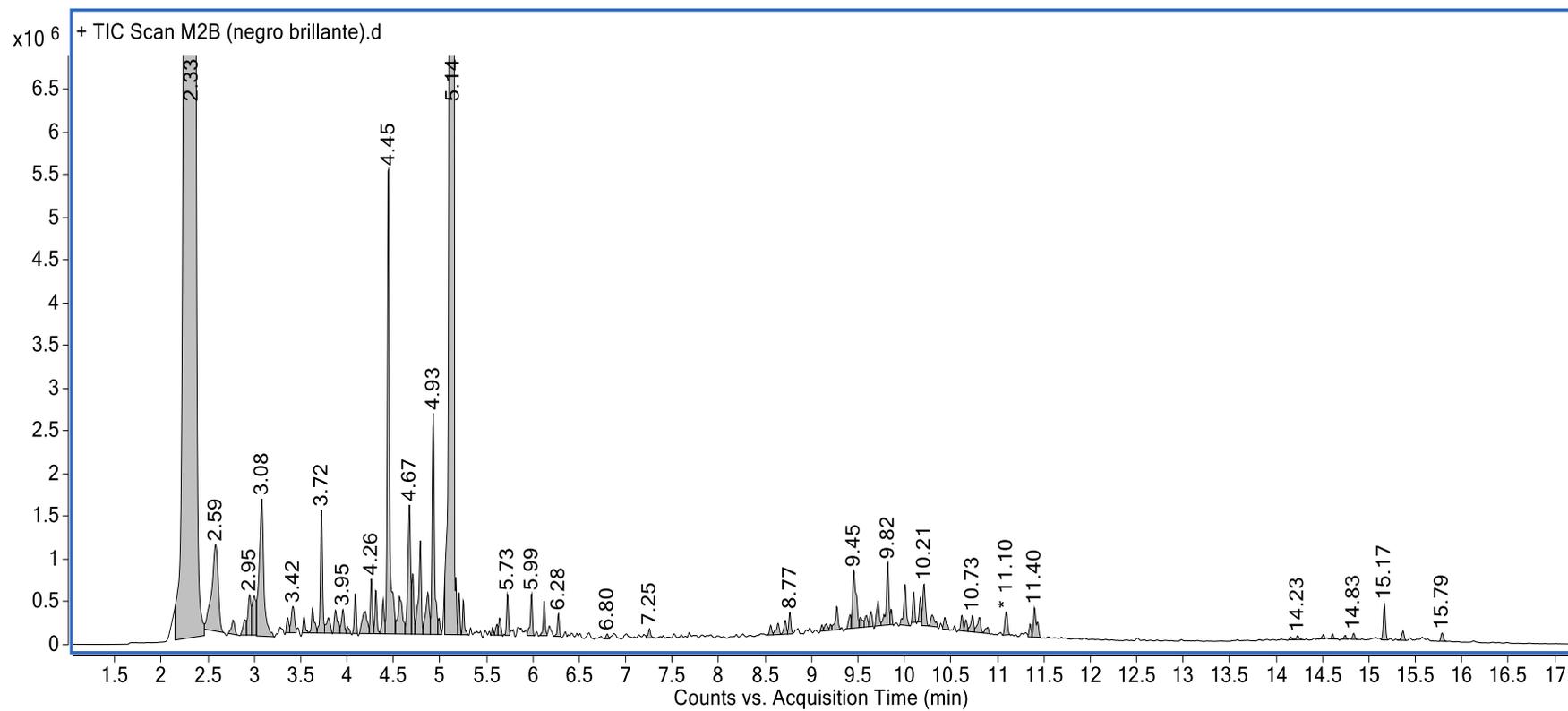
Espectro 3. ¹³C-RMN de la pelota de hule contemporánea



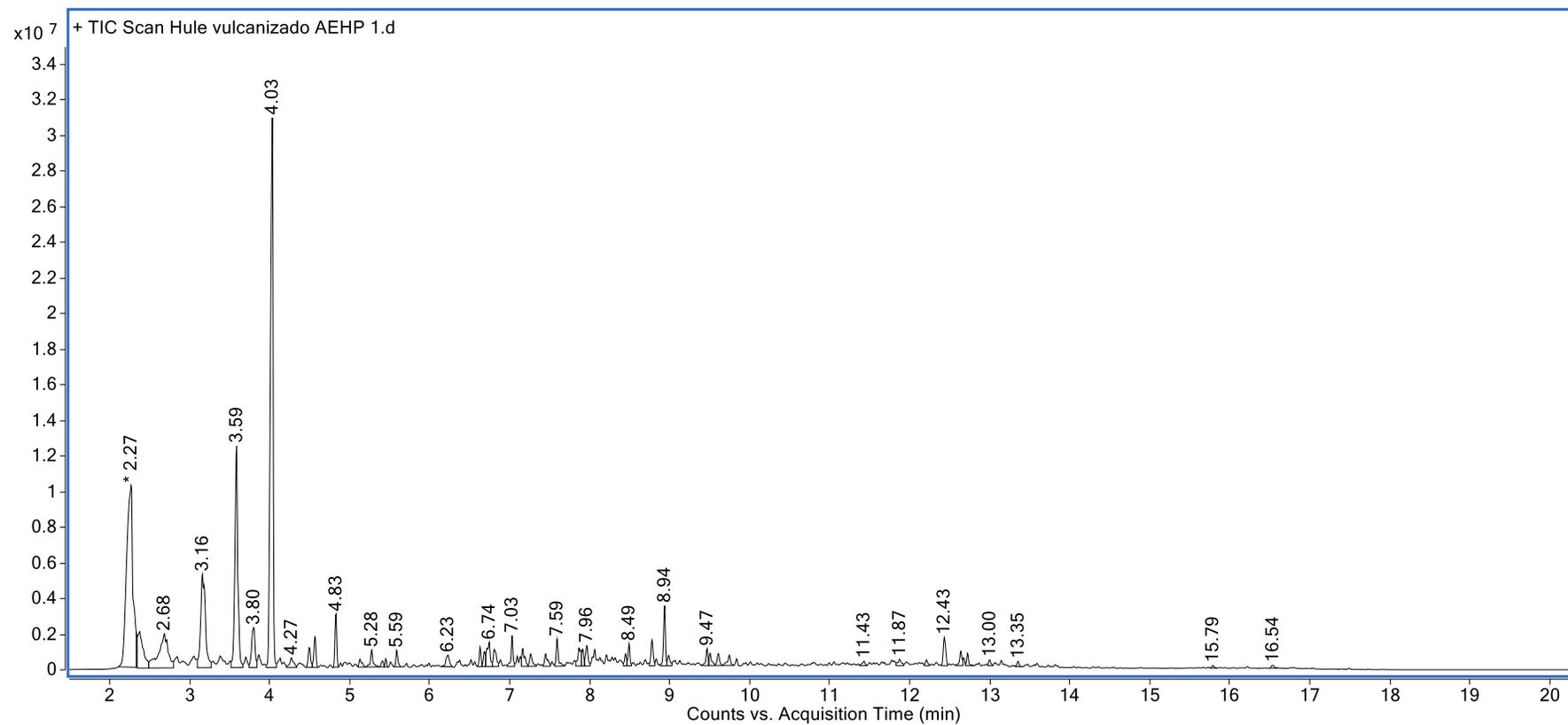
Espectro 4. ^{13}C -RMN del hule vulcanizado



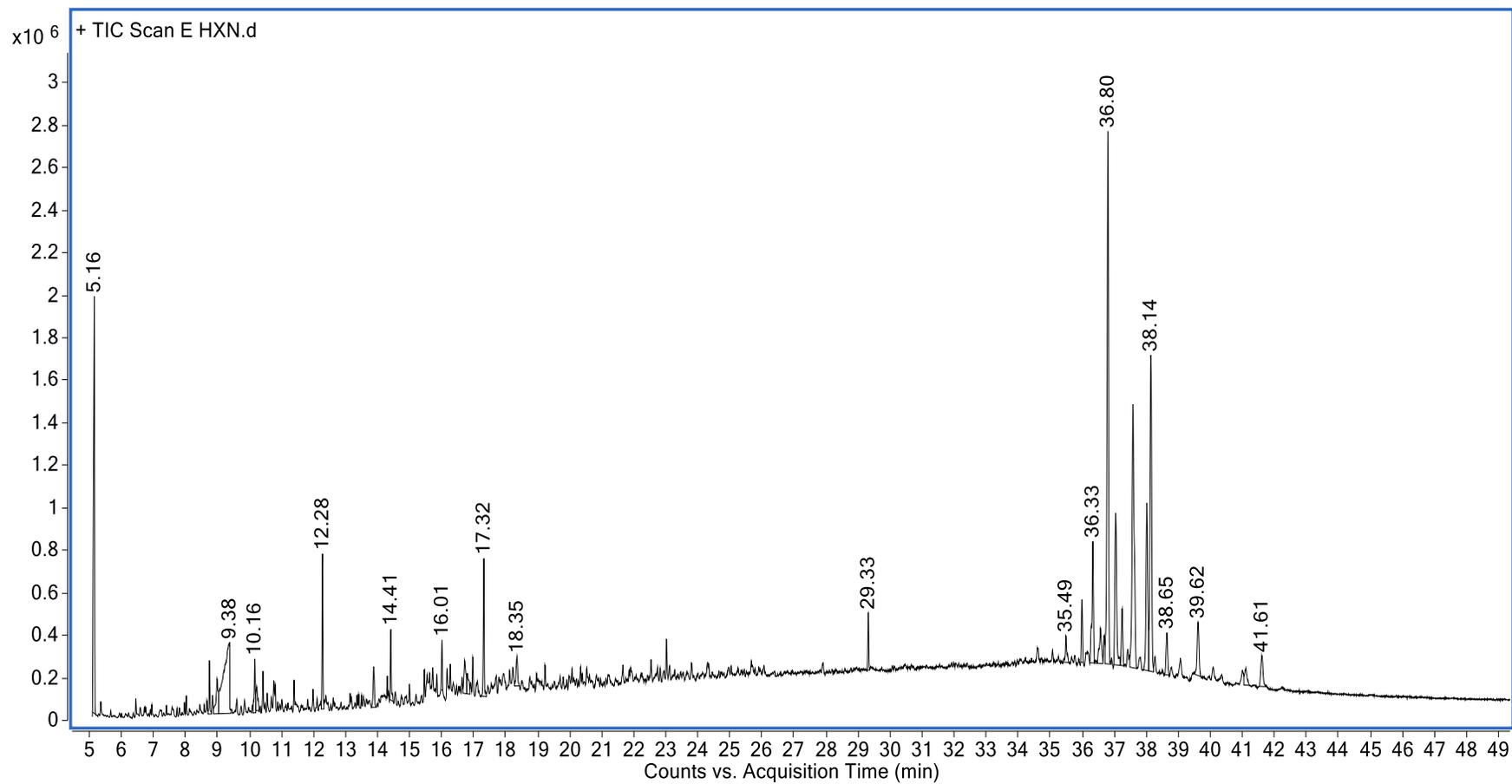
Cromatograma 1. Pi-CG/EM de la superficie externa de la pelota sin tratamiento previo



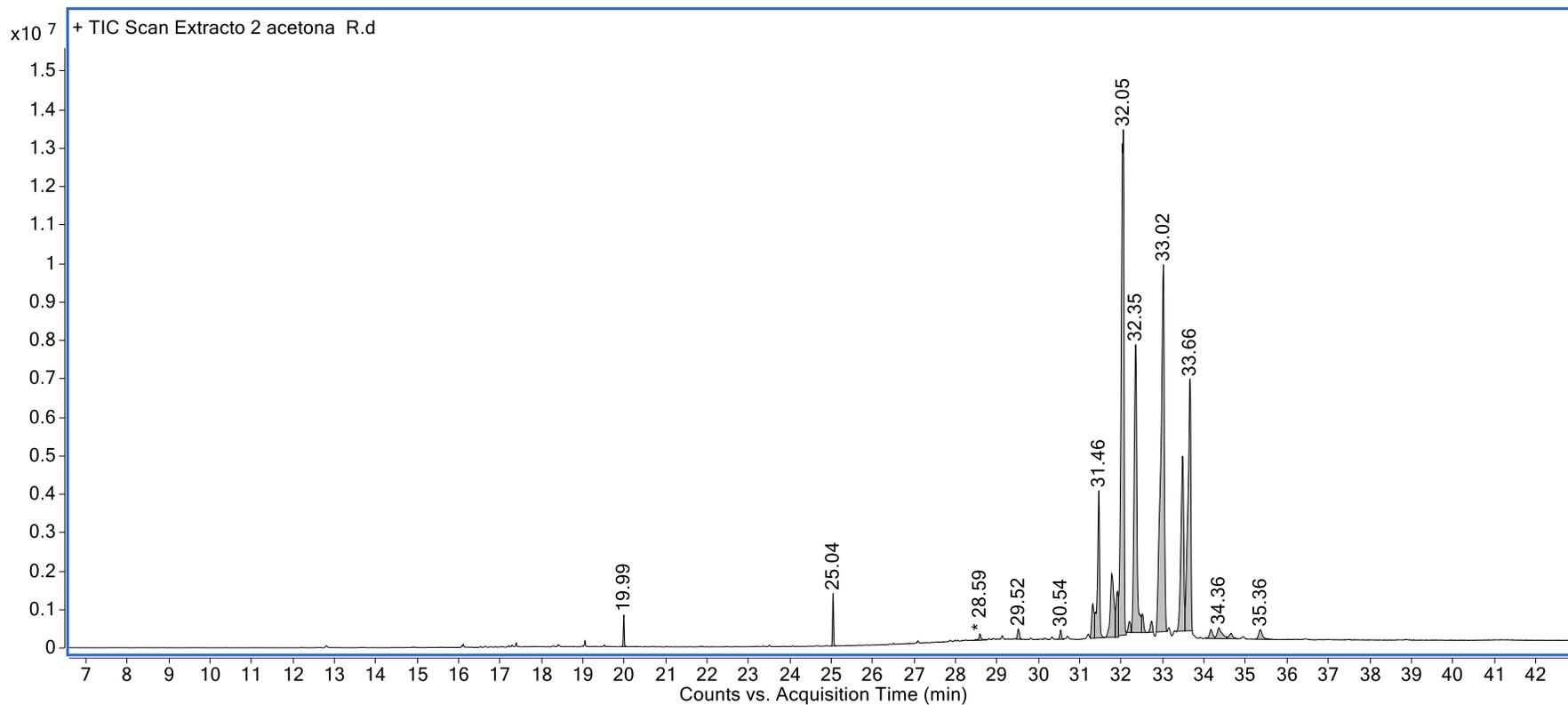
Cromatograma 2. Pi-CG/EM de la superficie interna de la pelota sin tratamiento previo



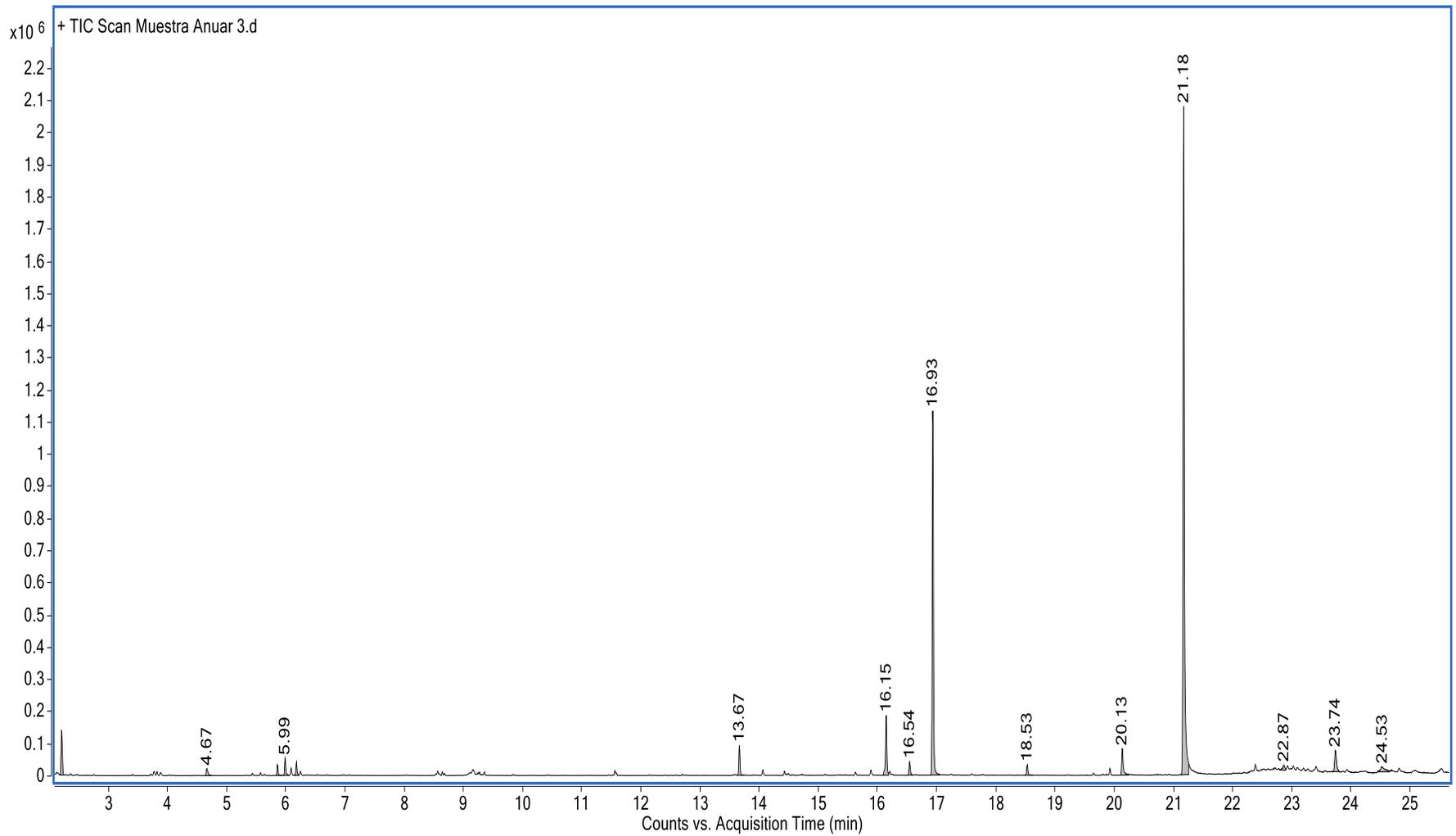
Cromatograma 3. Pi-CG/EM del hule vulcanizado



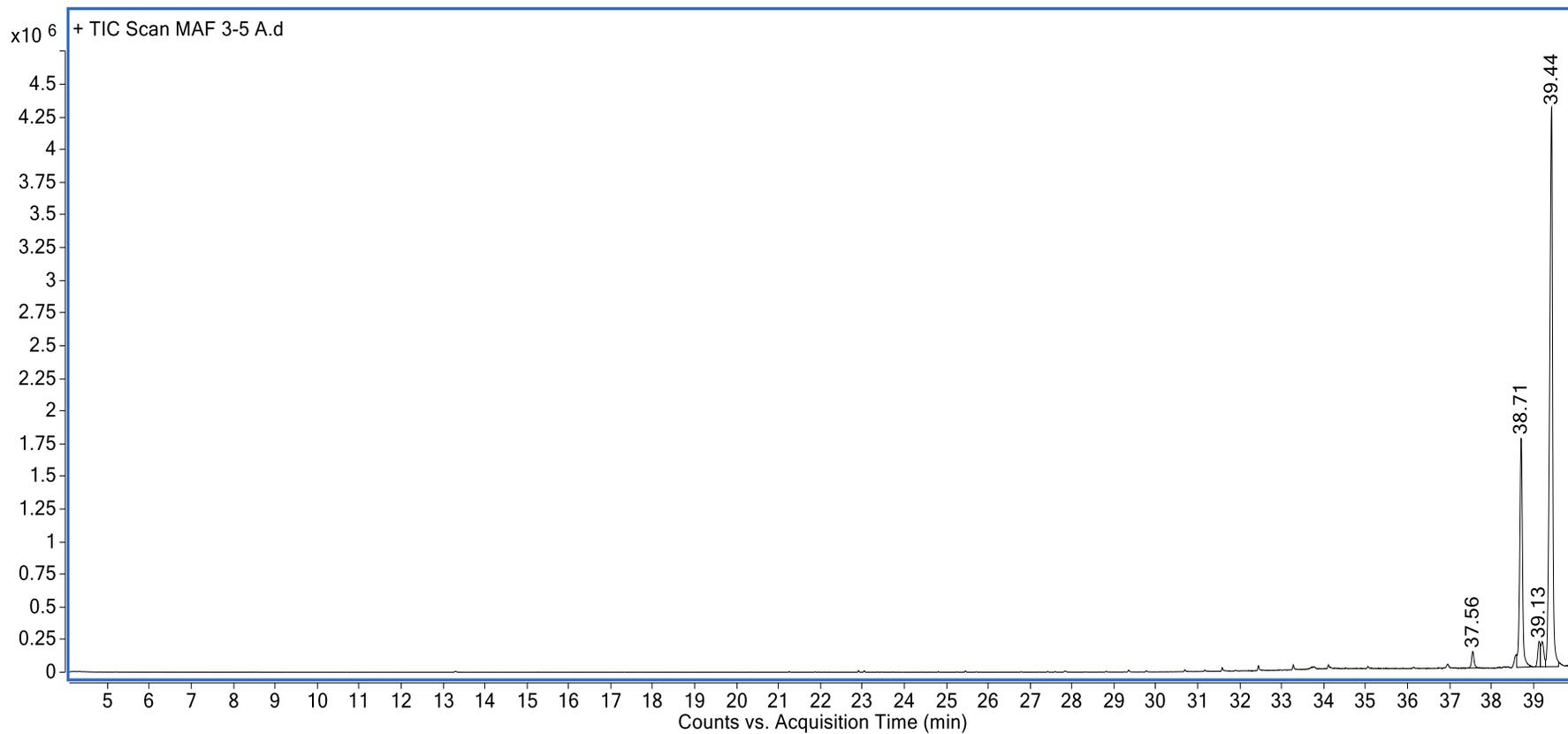
Cromatograma 4. CG-EM del extracto crudo de hexano



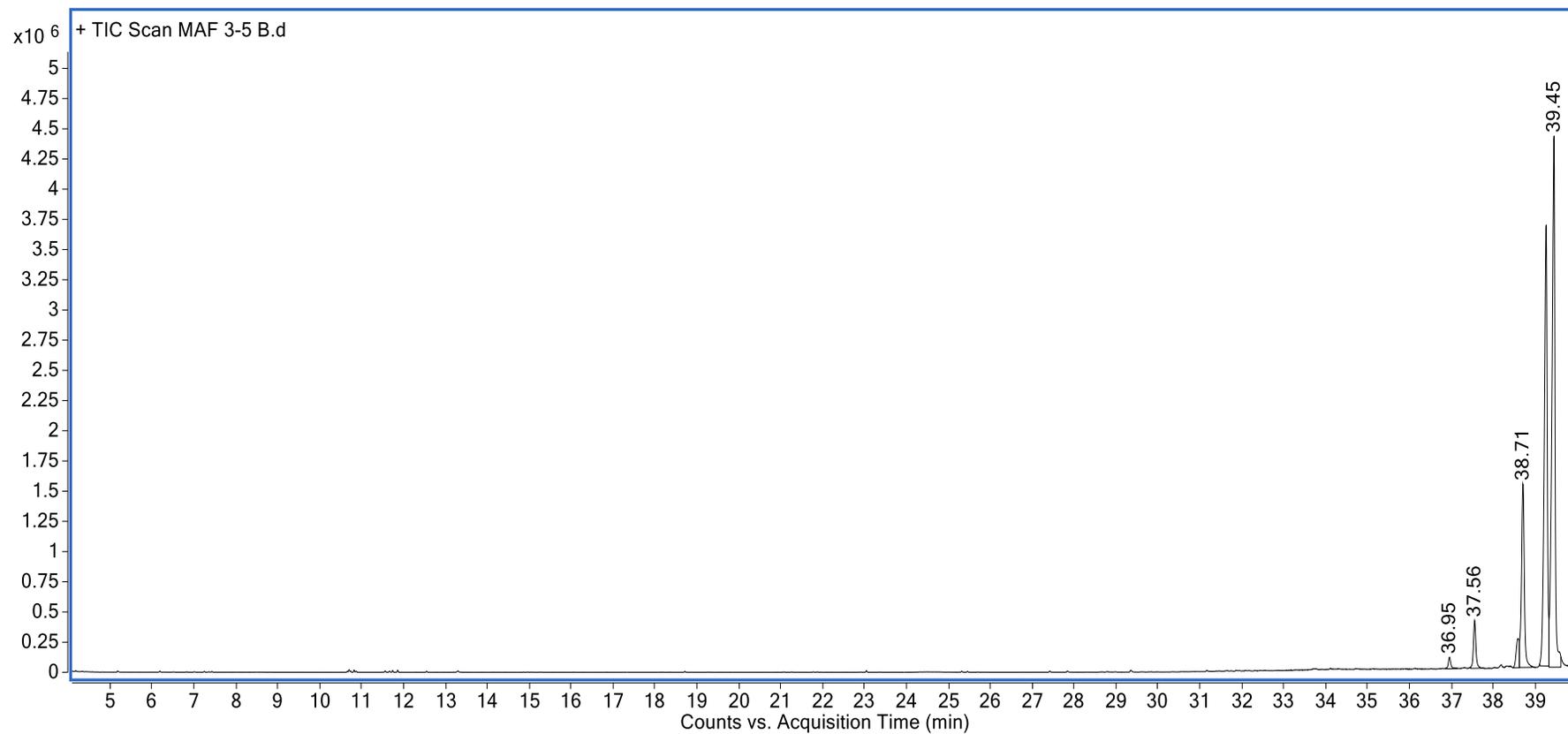
Cromatograma 5. CG-EM del extracto crudo de acetona



Cromatograma 6. CG-EM de la fracción 3-5



Cromatograma 7. CG-EM de la fracción 3-5 A

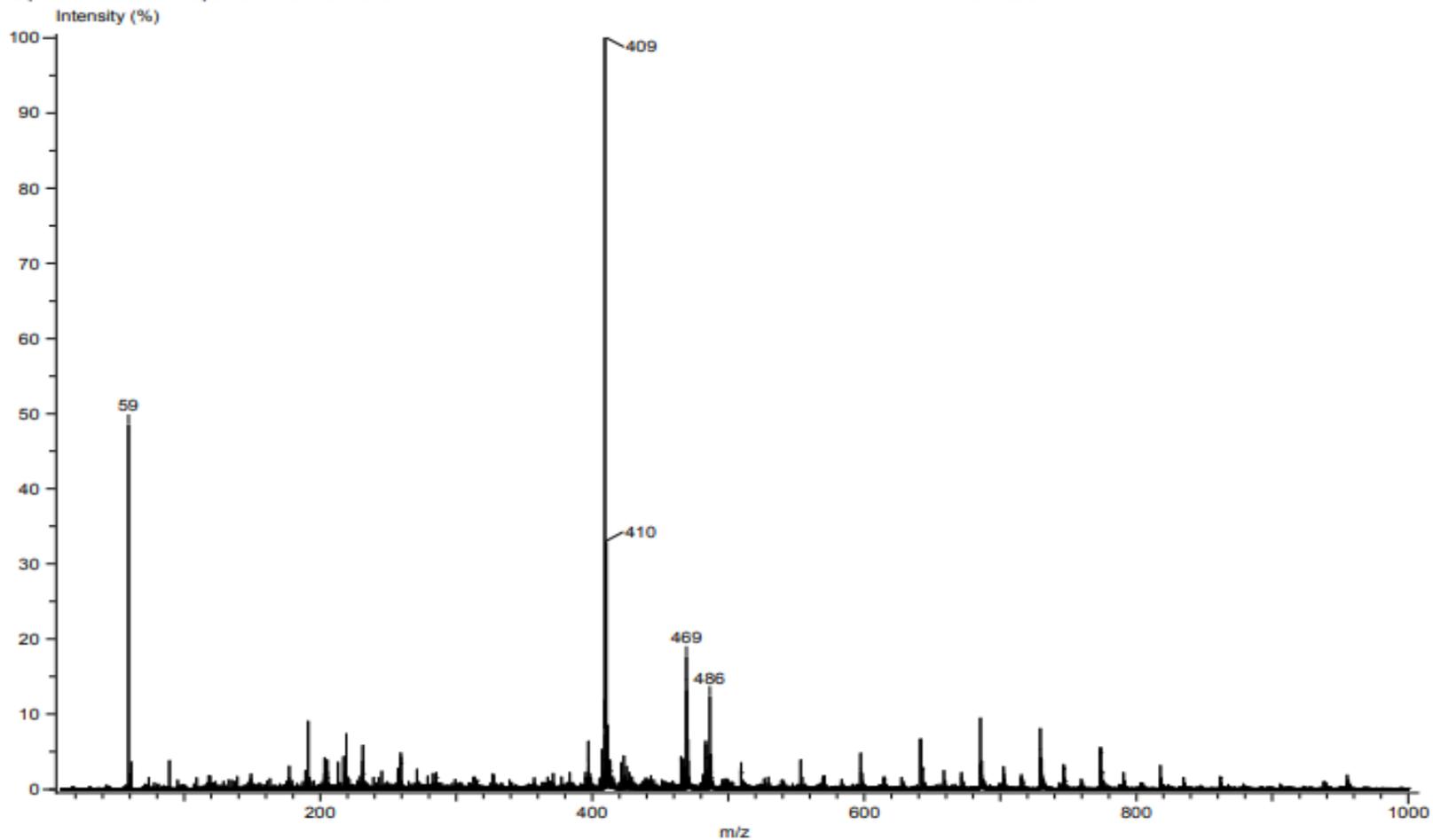


Cromatograma 8. CG-EM de la fracción 3-5 B

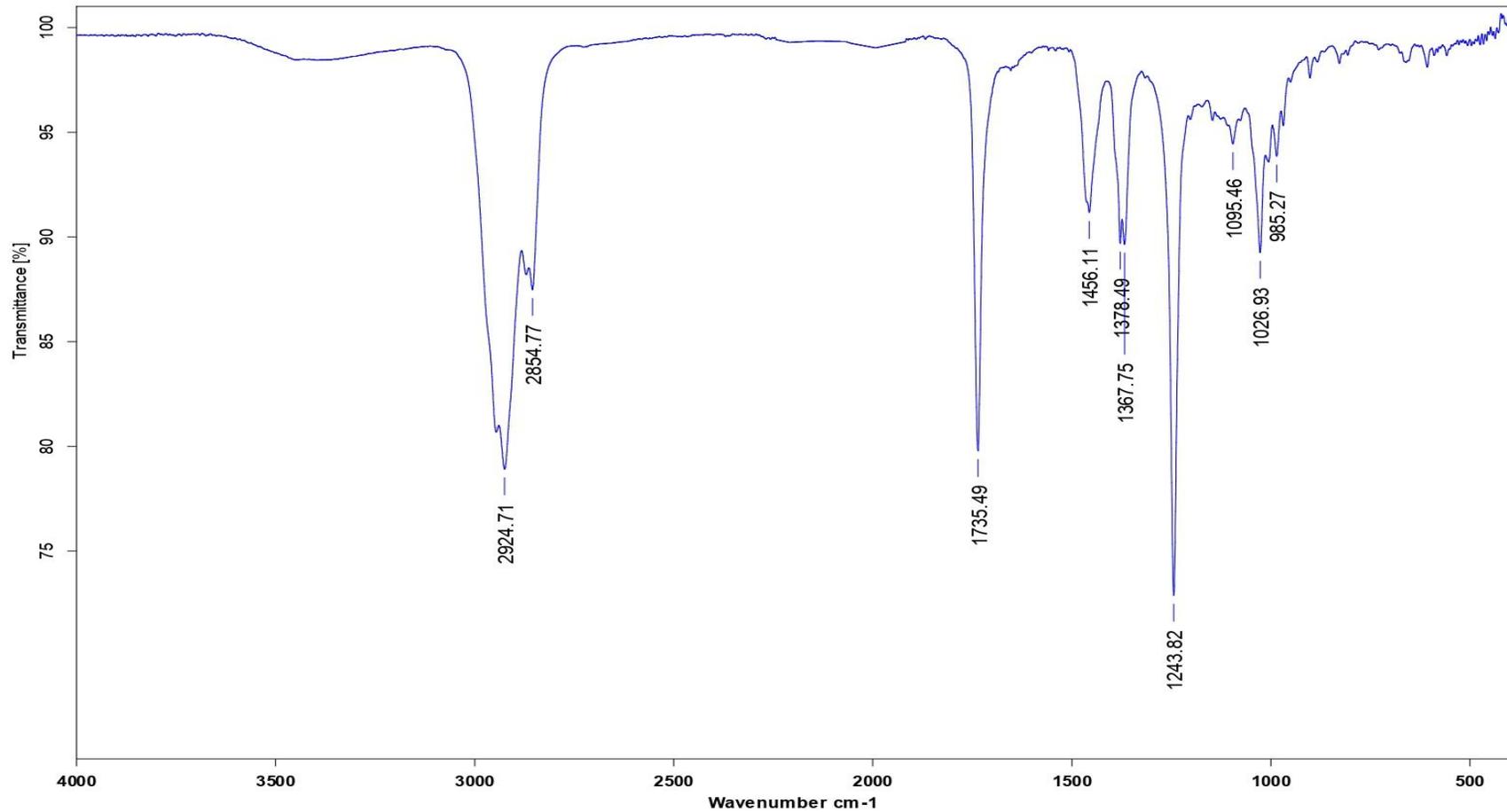
INSTITUTO DE QUIMICA, UNAM
LABORATORIO DE ESPECTROMETRIA DE MASAS

Acq. Data Name: 774 MAF 3-5A
Creation Parameters: Average(MS[1] Time:0..0)
Dr Esquivel Baldomero / Operador: Carmen Garcia

Experiment Date/Time: 8/12/2021 11:55:09 AM
Instrument : JEOL The AccuTOF : JMS-T100LC
Ionization Mode: DART+



Espectro 5. DART de la fracción 3-5 A



Dr. Baldomero Esquivel R.

MAF 3-5 A

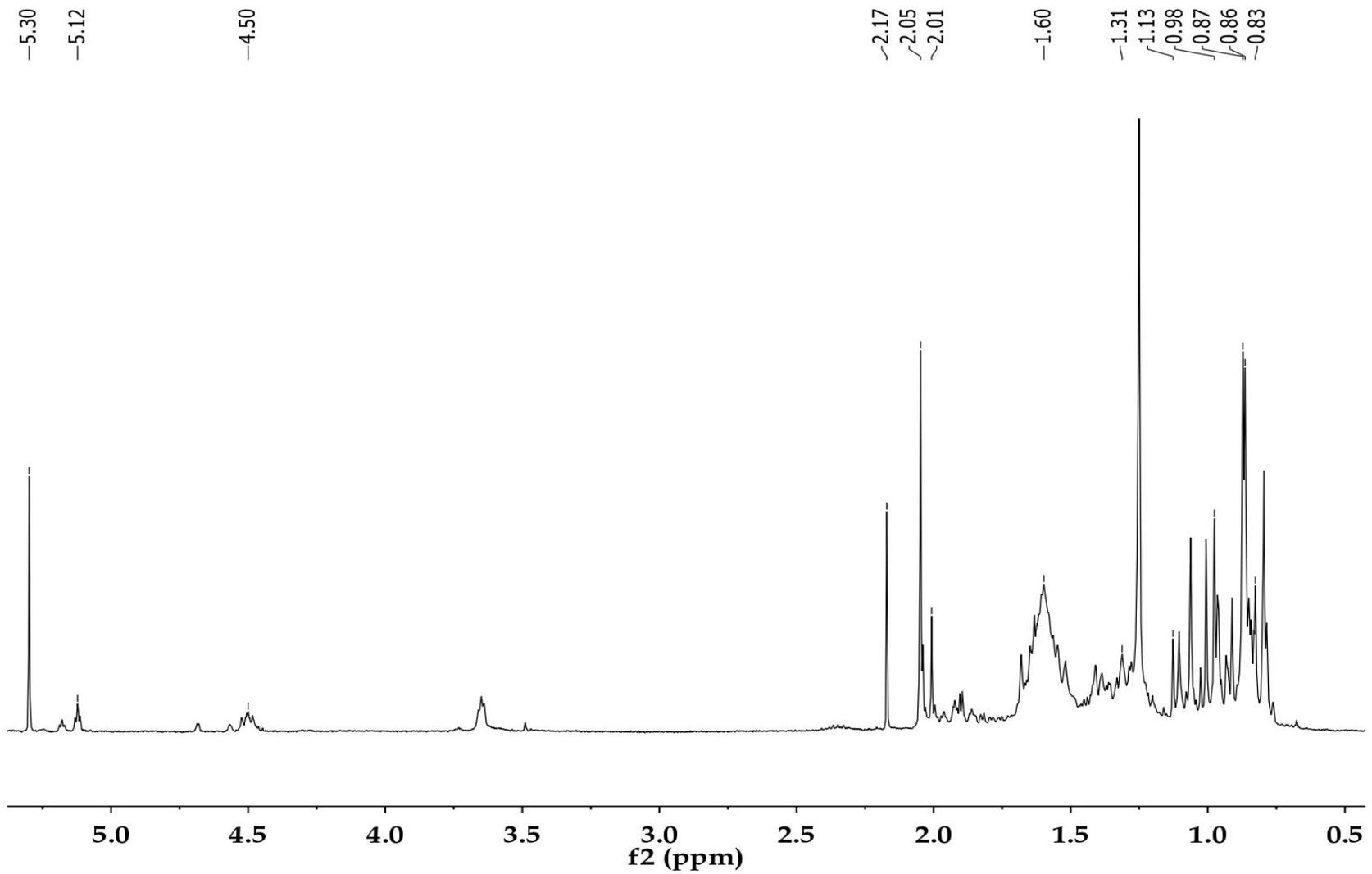
No de registro 187

ATR

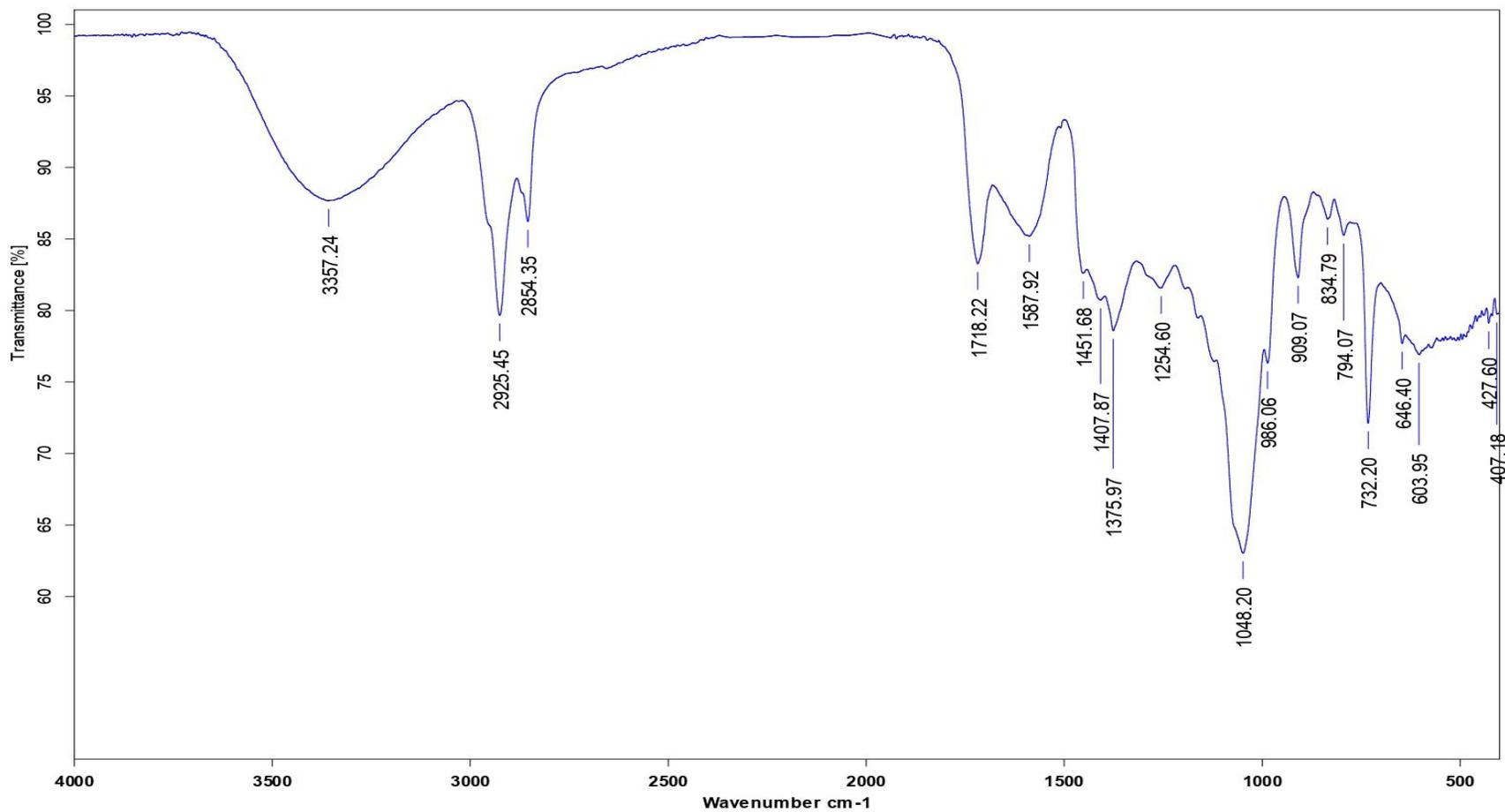
CBB

17/06/2021

Espectro 6. IR de la fracción 3-5 A



Espectro 7. ^1H -RMN de la fracción 3-5 A



Dr. Baldomero Esquivel R

MAF-6-7

ATR

No. registro 090

EGR

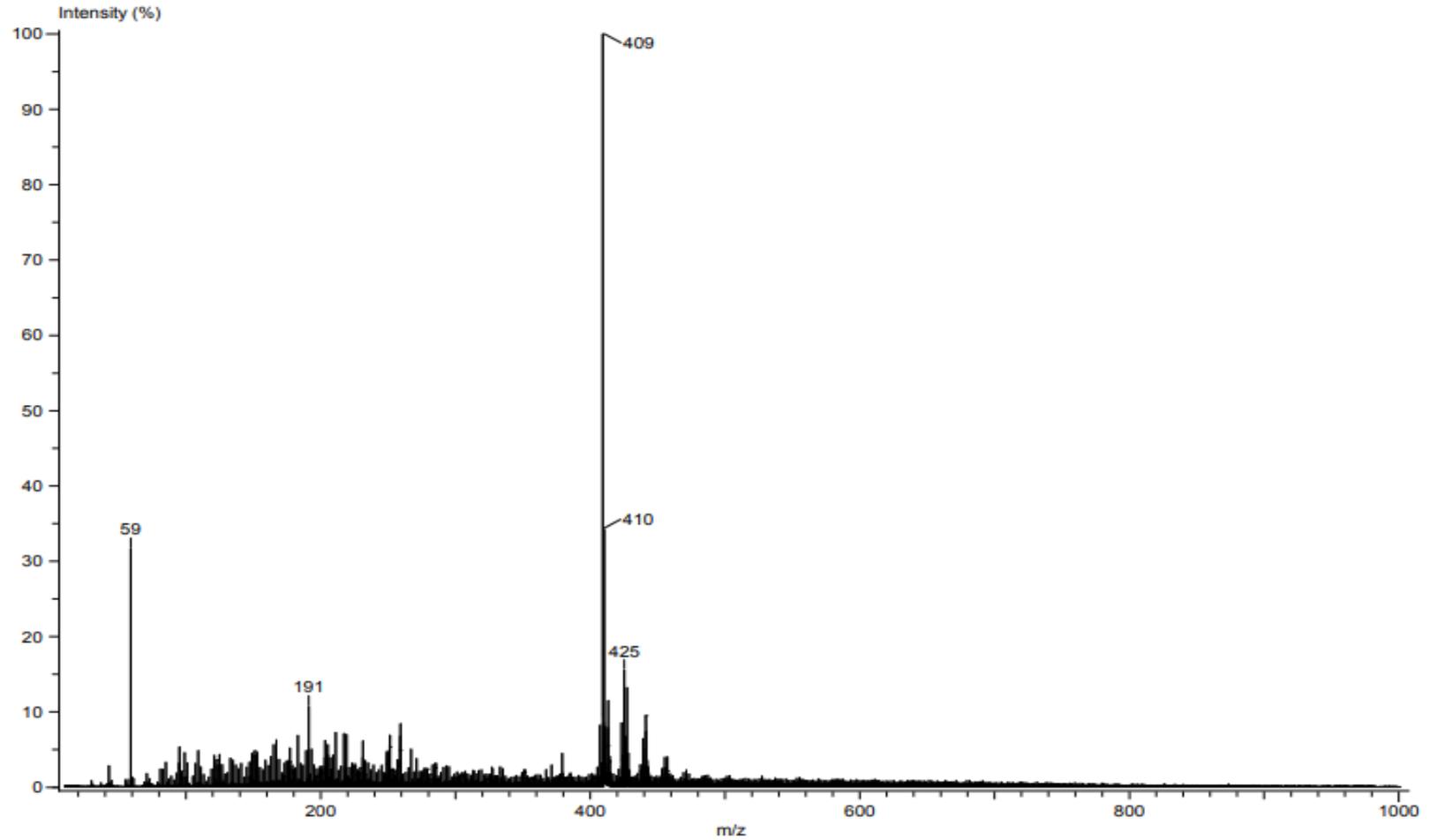
01/06/2021

Espectro 8. IR de la fracción 6-7

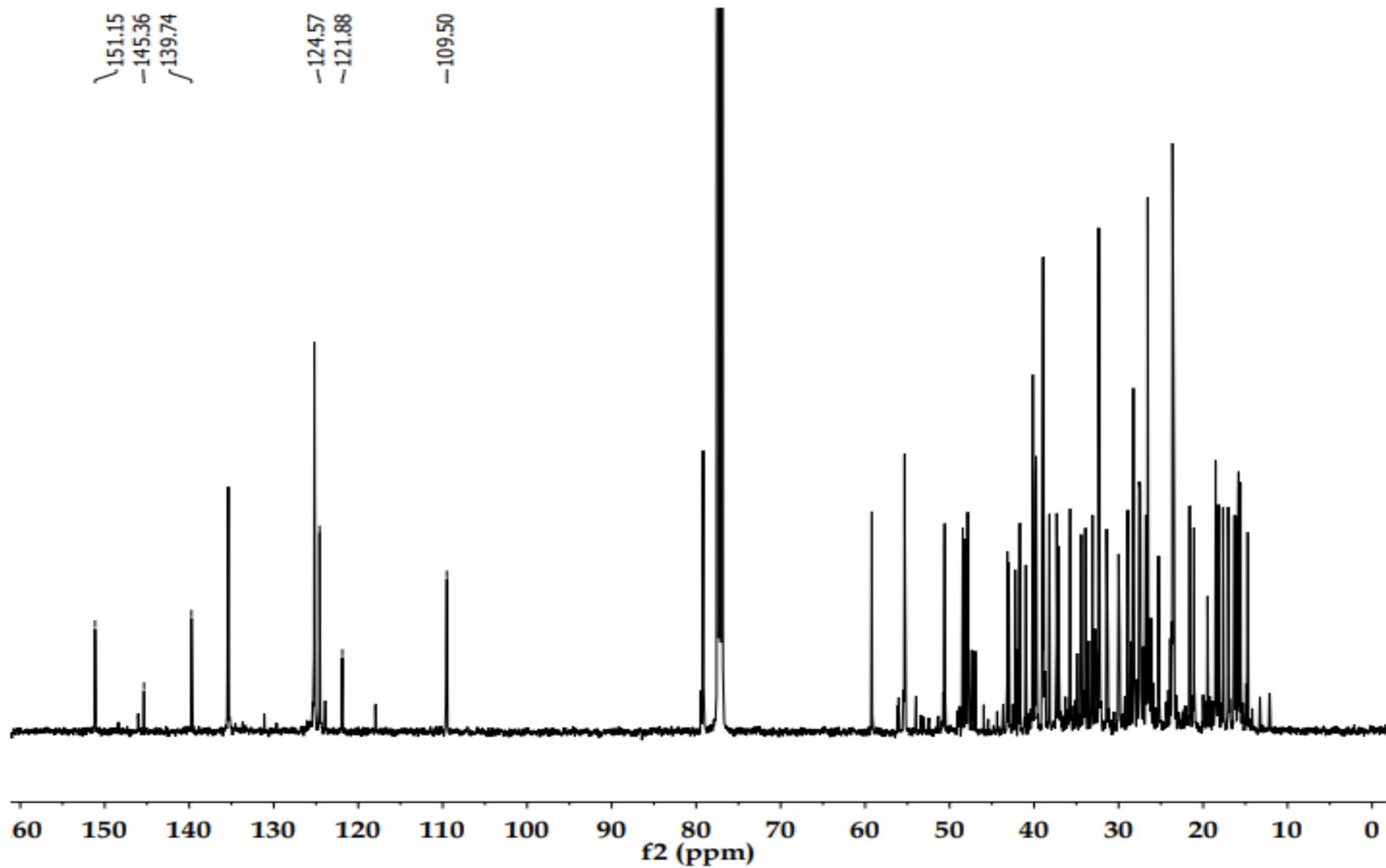
INSTITUTO DE QUIMICA, UNAM
LABORATORIO DE ESPECTROMETRIA DE MASAS

Acq. Data Name: 777 MAF 6-7
Creation Parameters: Average(MS[1] Time:1..1)
Dr Esquivel Baldomero / Operador: Carmen Garcia

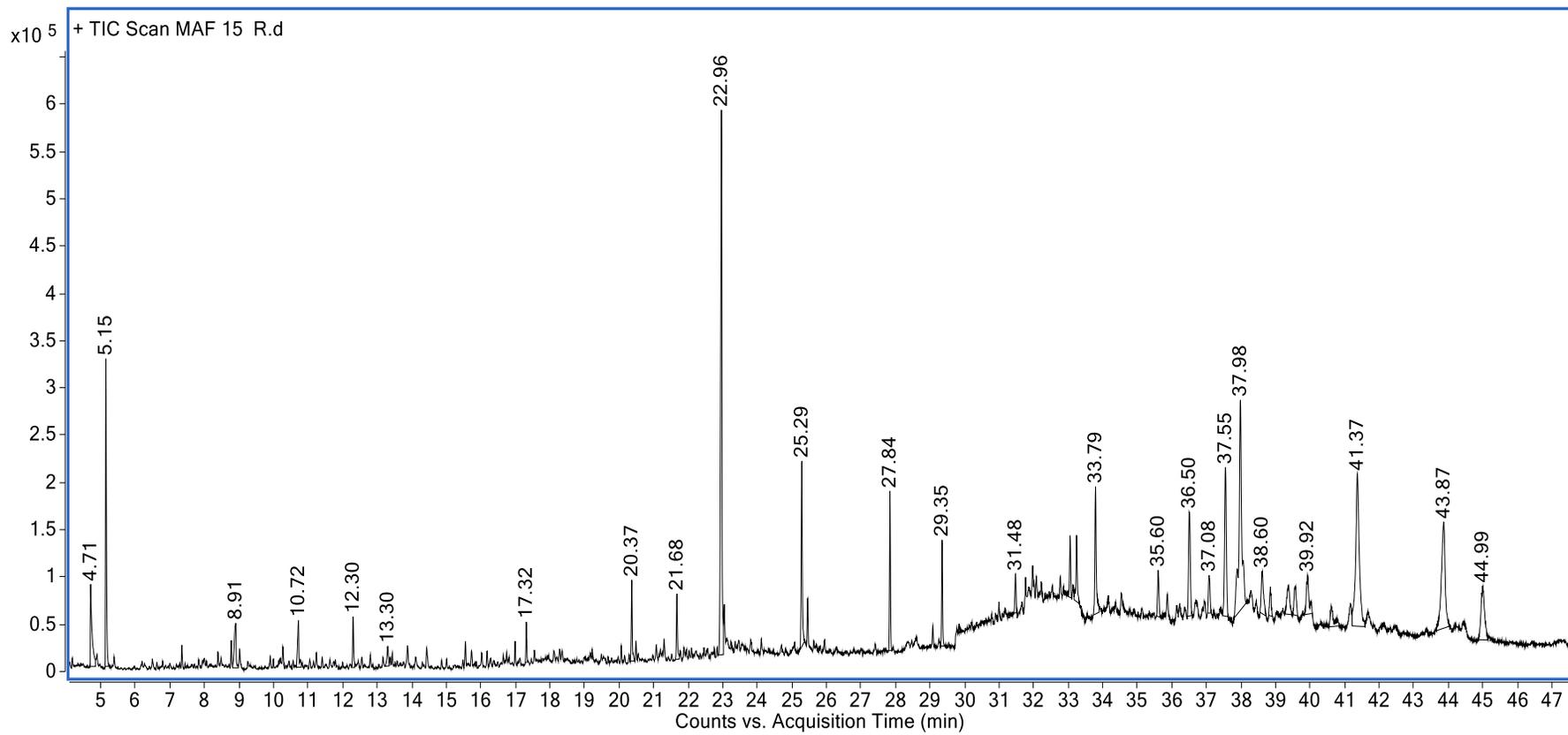
Experiment Date/Time: 8/12/2021 12:03:37 PM
Instrument : JEOL The AccuTOF : JMS-T100LC
Ionization Mode: DART+



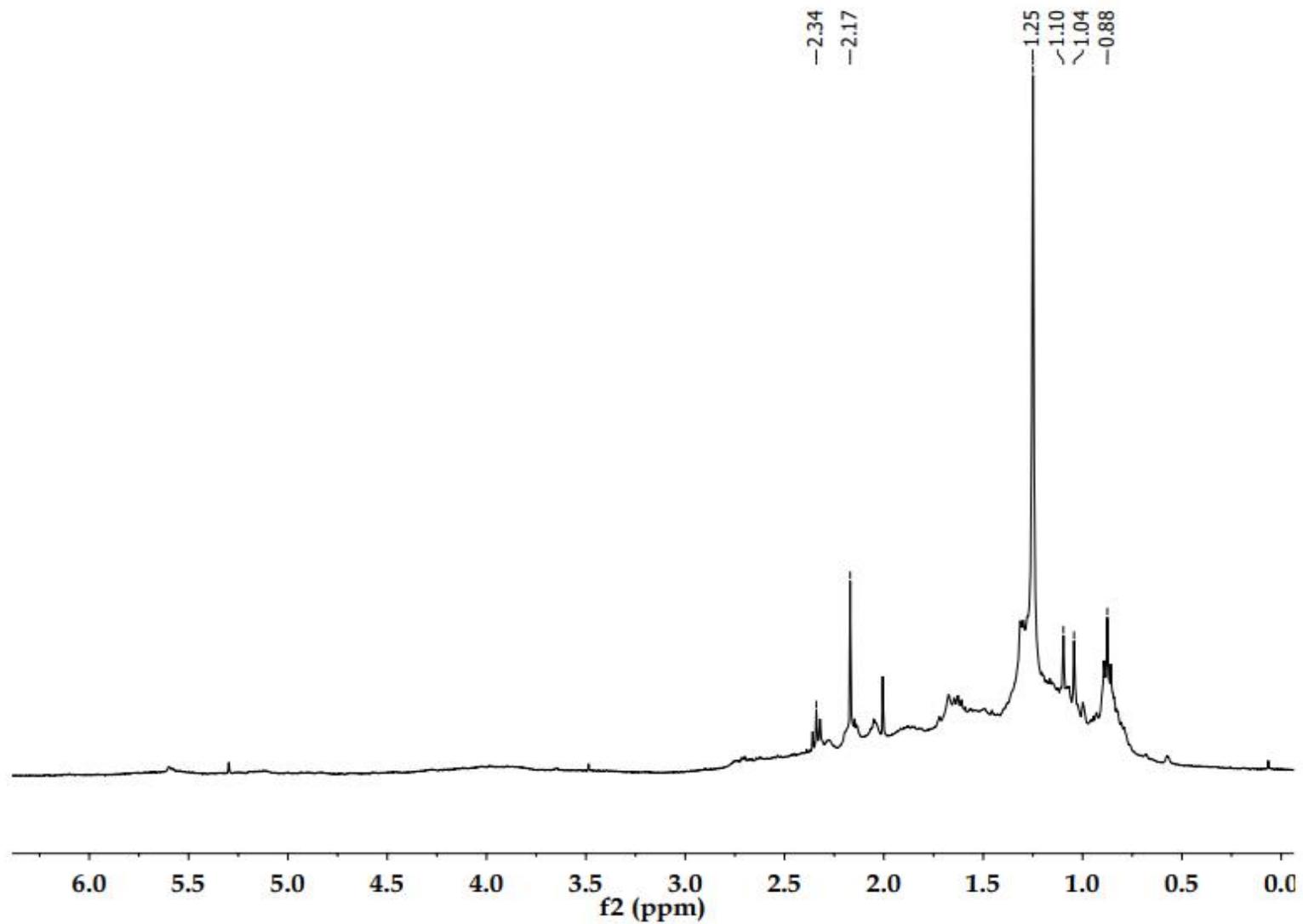
Espectro 9. DART de la fracción 6-7



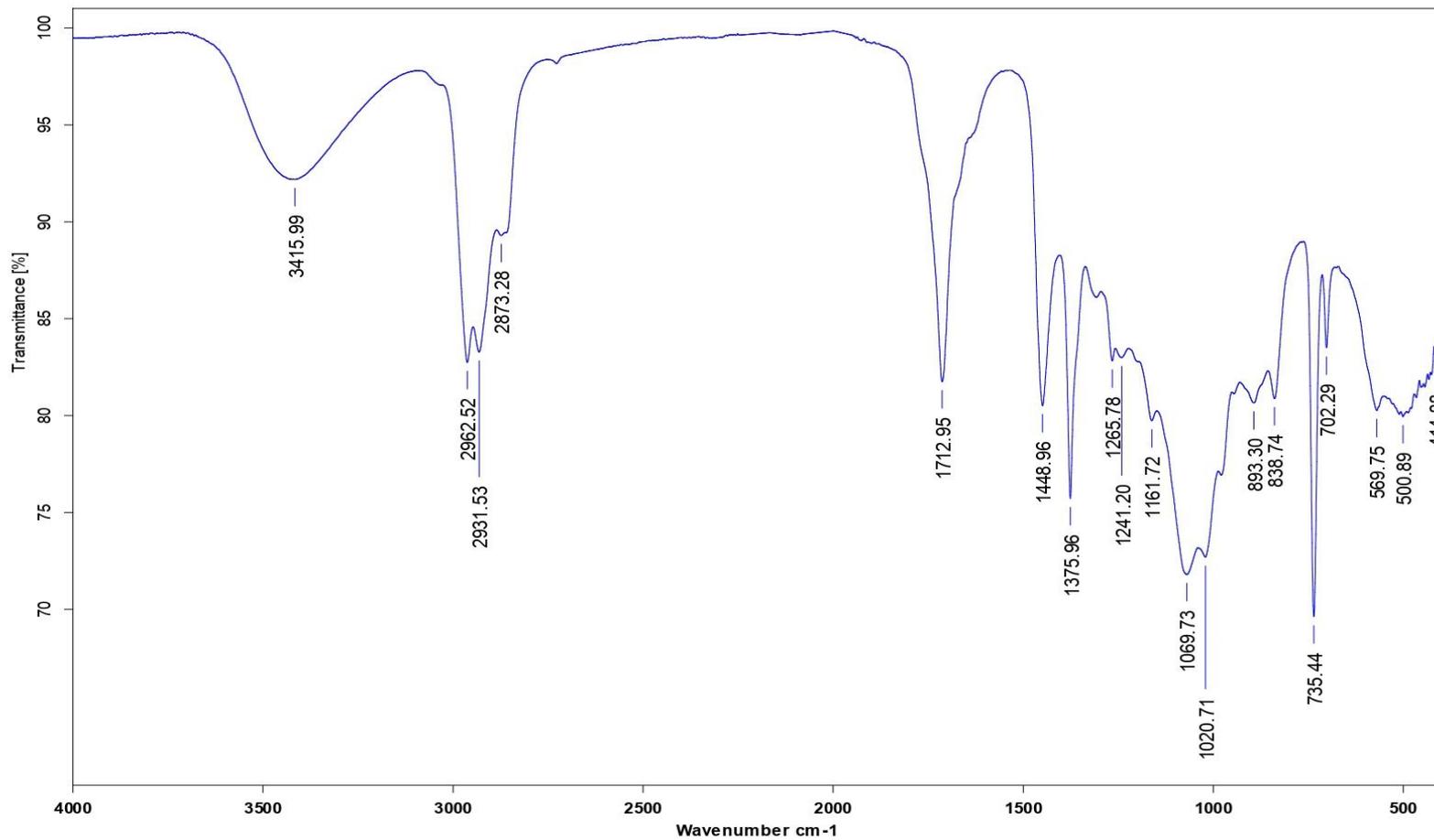
Espectro 10. ^{13}C -RMN de la fracción 6-7



Cromatograma 9. CG-EM de la fracción 15-17



Espectro 11. ¹H-RMN de la fracción 15-17



Dr. Baldomero Esquivel R.

MAF 18

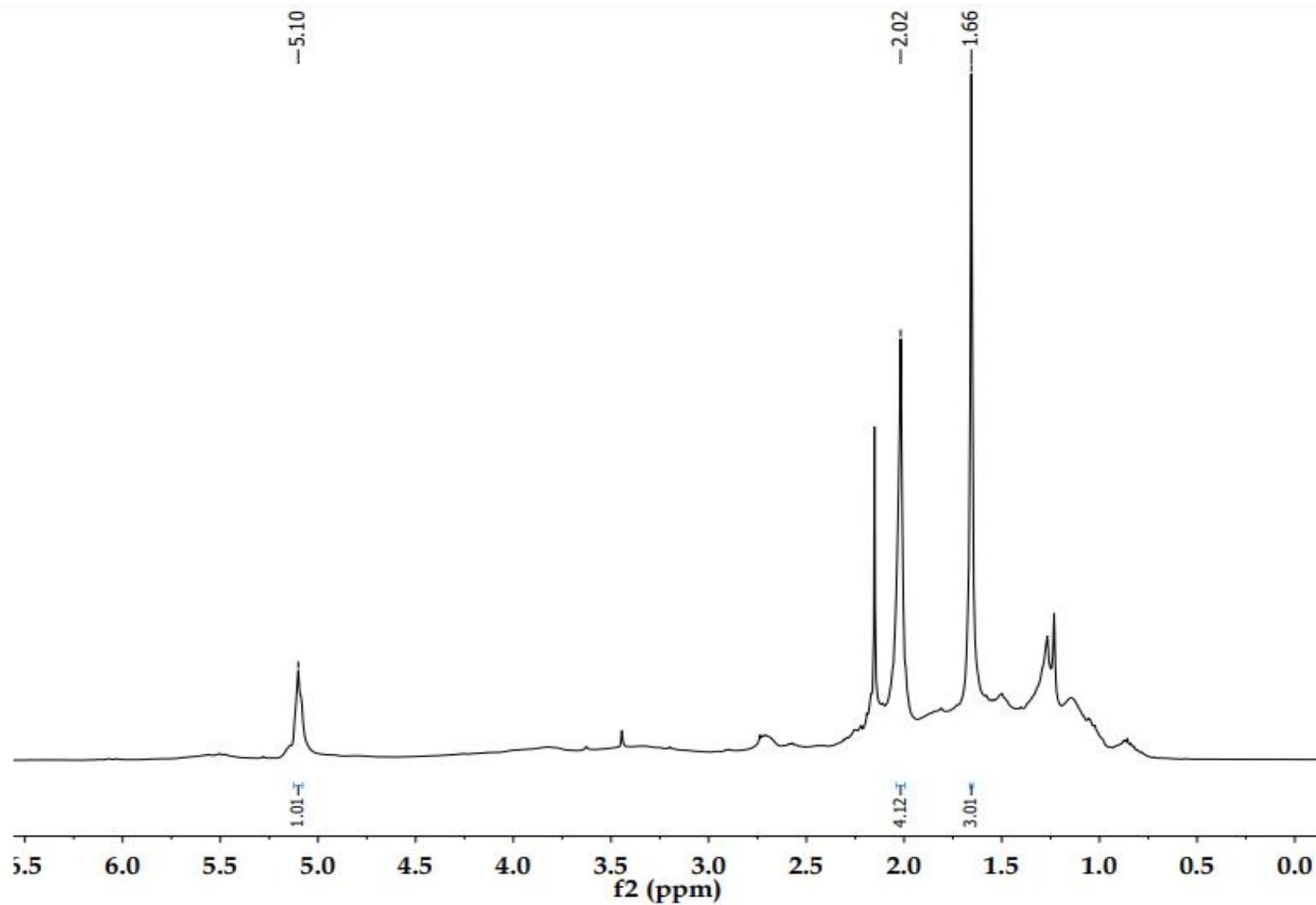
No de registro 254

ATR

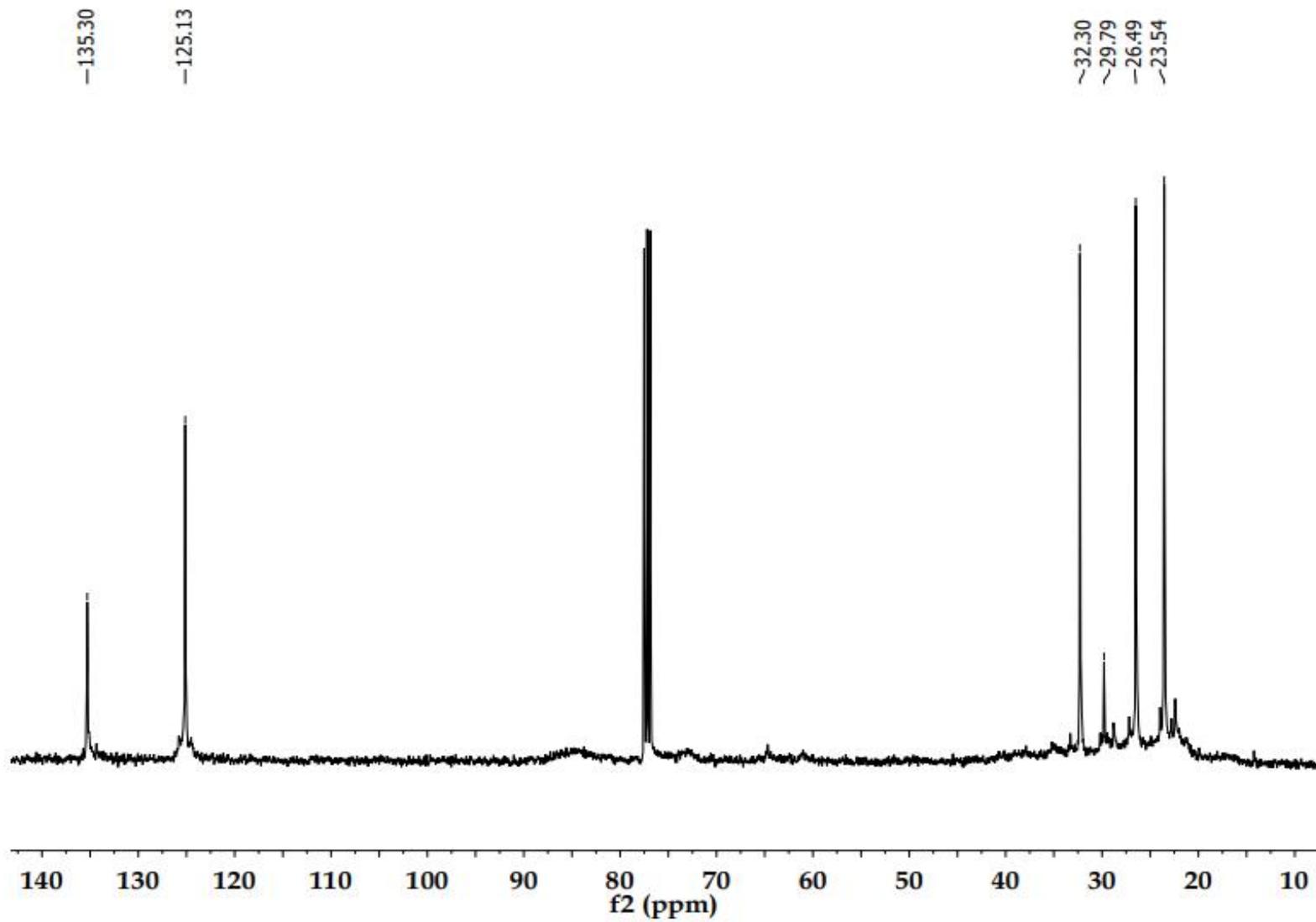
CBB

29/06/2021

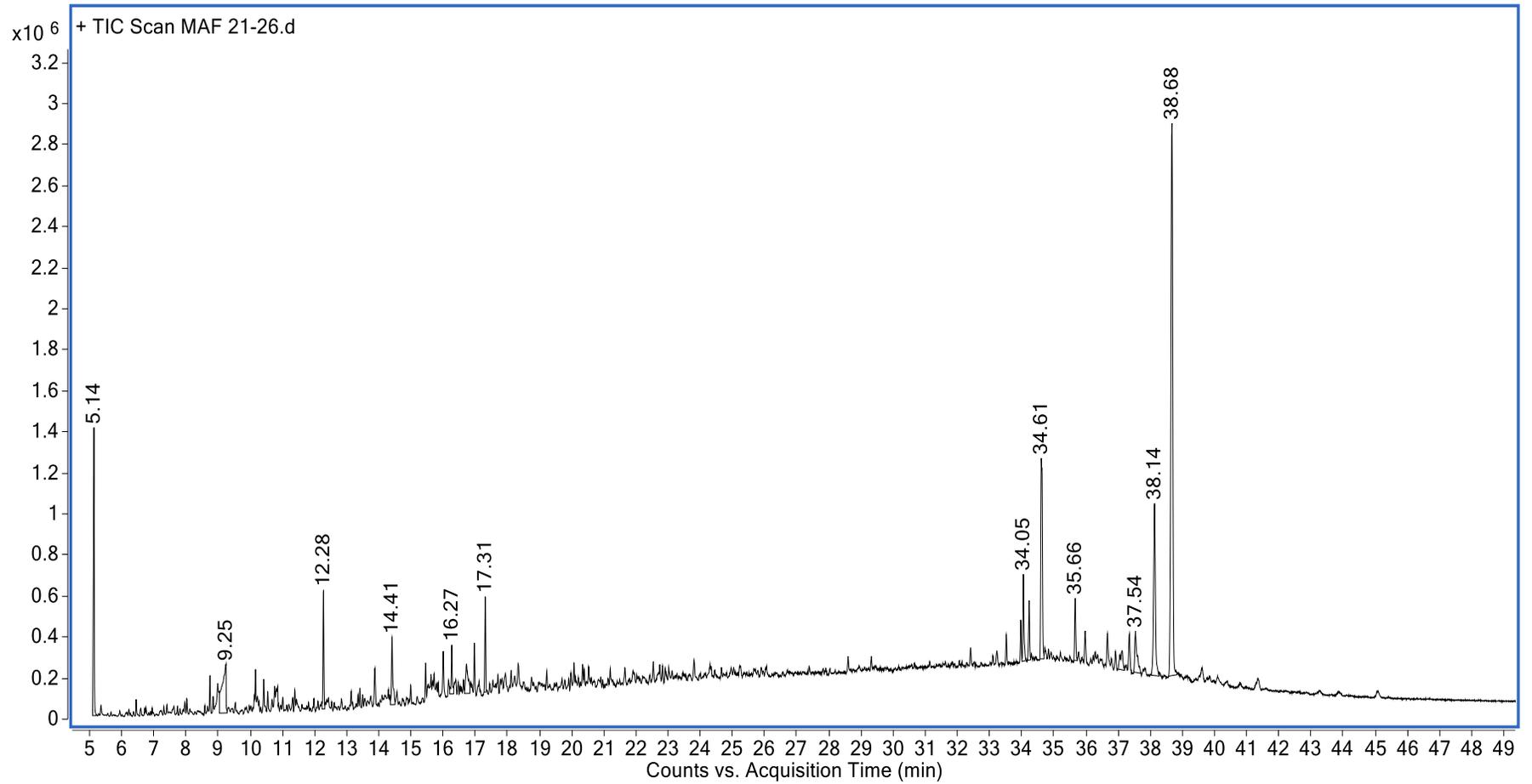
Espectro 12. IR de la fracción 18



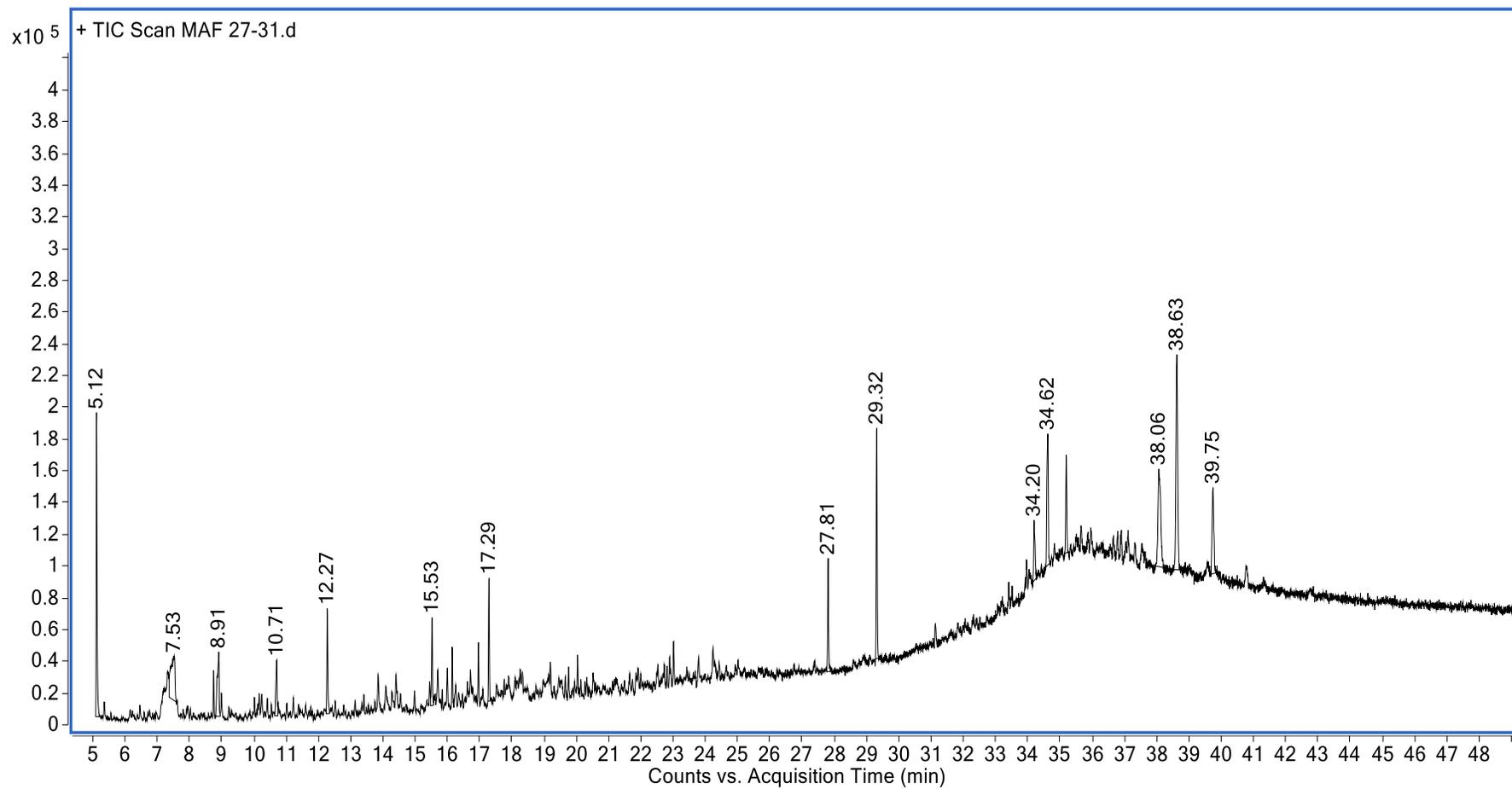
Espectro 13. ¹H-RMN de la fracción 18



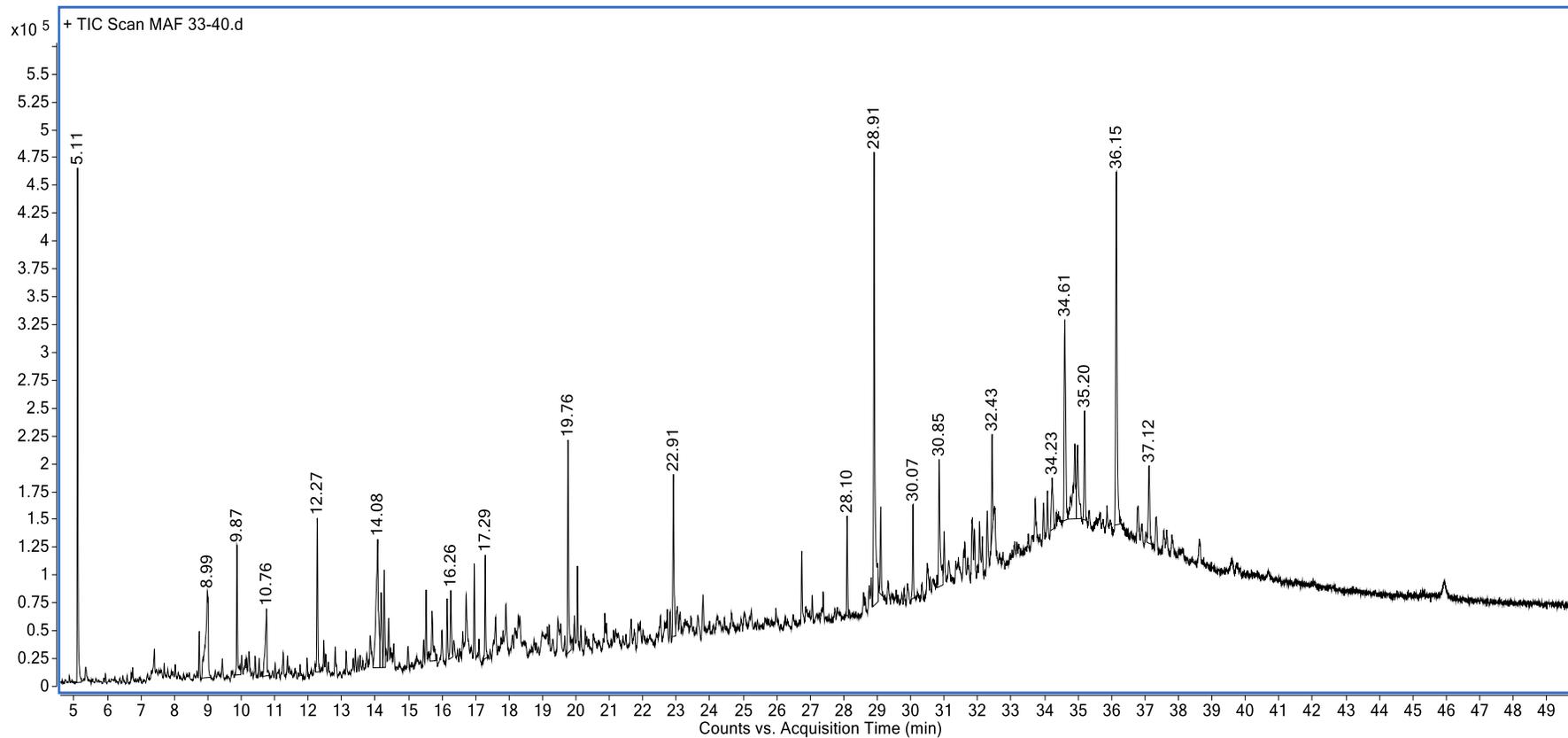
Espectro 14. ^{13}C -RMN de la fracción 18



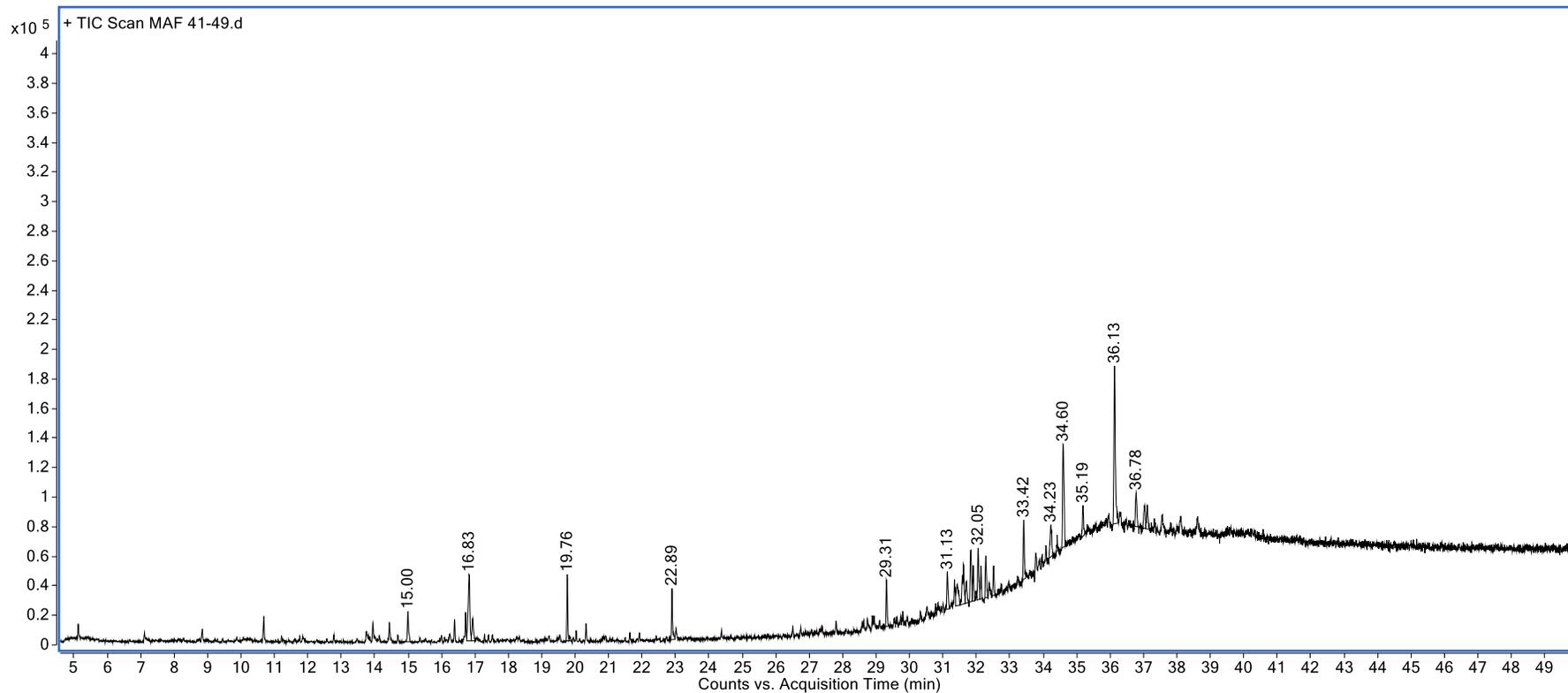
Cromatograma 10. CG-EM de la fracción 19-26



Cromatograma 11. CG-EM de la fracción 27-31



Cromatograma 12. CG-EM de la fracción 32-40



Cromatograma 13. CG-EM de la fracción 41-52