



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA
QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**

**OBTENCIÓN DE EXTRACTOS CON
PROPIEDADES ANTIOXIDANTES A
PARTIR DE *Curcuma longa* L.**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO INDUSTRIAL**

PRESENTA

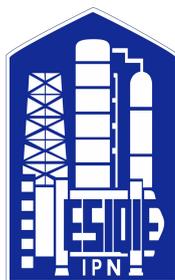
JESÚS EMMANUEL BAUTISTA LUGO

Primer Asesor

M. en C. Jesús Torres Calderón

Segundo Asesor

Dr. Samuel Siles Alvarado



México, Ciudad de México

Septiembre 2017

SEP

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Politécnico Nacional
Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
DEPARTAMENTO DE EVALUACION Y SEGUIMIENTO ACADÉMICO



"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"
"60 Aniversario del CECyT 14 "Luis Enrique Erro"
"60 Aniversario del Patronato de Obras e Instalaciones"
"50 Aniversario de la COFAA-IPN"
"30 Aniversario de la Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología"

T-075-17

Ciudad de México, 9 de agosto del 2017.

Al C. Pasante:
JESÚS EMMANUEL BAUTISTA LUGO

Boleta:
2010320013

Carrera:
IQI

Generación:
2010-2014

Mediante el presente se hace de su conocimiento que la Subdirección Académica a través de este Departamento autoriza que el C. **Ing. Jesús Torres Calderón y al C. Dr. Samuel Siles Alvarado**, sean asesores en el tema que propone usted desarrollar como prueba escrita en la opción **Tesis Individual**, con el título y contenido siguiente:

"Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L."

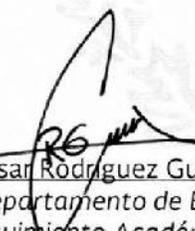
Resumen.
Introducción.
I.- Fundamentación teórica.
II.- Metodología experimental.
III.- Interpretación de resultados.
Conclusiones.
Referencias.

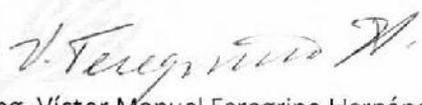
Se concede un plazo máximo de un año, a partir de esta fecha, para presentarlo a revisión por el Jurado asignado.


M. en C. María Elena Jiménez Vieyra
Presidente de la Academia de
Química Analítica.


Ing. Jesús Torres Calderón
Director de Tesis
Ced. Prof.1475896


Dr. Samuel Siles Alvarado
Director de Tesis


Ing. César Rodríguez Guerrero
Jefe del Departamento de Evaluación
y Seguimiento Académico.


Ing. Víctor Manuel Feregrino Hernández
Subdirector Académico

SEP

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Politécnico Nacional
Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
DEPARTAMENTO DE EVALUACIÓN Y SEGUIMIENTO ACADÉMICO



"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"
"60 Aniversario del CECyT 14 "Luis Enrique Erro"
"60 Aniversario del Patronato de Obras e Instalaciones"
"50 Aniversario de la COFAA-IPN"
"30 Aniversario de la Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología"

T-075-17

Ciudad de México, a 1 de septiembre de 2017.

Al C. Pasante:
JESÚS EMMANUEL BAUTISTA LUGO
PRESENTE

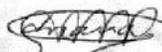
Boleta: **2010320013** Carrera: **IQI** Generación: **2010-2014**

Los suscritos tenemos el agrado de informar a usted, que habiendo procedido a revisar el borrador de la modalidad de titulación correspondiente denominado:

"Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de Curcuma longa L."

encontramos que el citado Trabajo de **Tesis Individual**, reúne los requisitos para autorizar el Examen Profesional y **PROCEDER A SU IMPRESIÓN** según el caso, debiendo tomar en consideración las indicaciones y correcciones que al respecto se le hicieron.

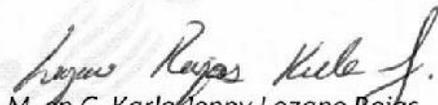
Atentamente
JURADO


Q.B.P. Adriana Naranjo Martínez
Presidenta


Ing. Jesús Torres Calderón
Secretario


Dr. Román Cabrera Sierra
1er. Vocal


Ing. Gabriela García Asiain
2º Vocal


M. en C. Karla Jenny Lozano Rojas
3er. Vocal

c.c.i.- Expediente
CRG/rcr

Agradecimientos

Deseo agradecer a la Academia de Química Analítica de la ESIQIE – IPN por permitirme desarrollar este trabajo, particularmente al Laboratorio de Fitoquímica, en donde fue realizado.

Agradezco a mis colegas de laboratorio que me impulsaron tanto a crecer como persona como investigador, especialmente a Bárbara Ávila Camacho, Marisol Padrón Vásquez y Dulce Morales Hernández, quienes dejaron una huella más profunda.

Con admiración y respeto a:

Dr. Samuel Siles Alvarado, por su orientación, apoyo y dedicación en la asesoría de esta tesis, asimismo por impulsarme a pensar.

M. en C., Jesús Torres Calderón, quien por su apoyo existe este trabajo.

Sin lugar a dudas, a mi familia: a mis padres y a mis hermanos por cuanto me apoyaron.

Nadie que es curioso es tonto. Las personas que no hacen preguntas permanecen ignorantes durante sus vidas.

Neil deGrasse Tyson

A mi madre:

Emma Lugo Hernández.

Por su amor y paciencia
que me impulsaron a seguir adelante.

A mi padre:

Jesús Manuel Bautista Barrera.

Cuyo ejemplo, trabajo y dedicación
siempre me orientó.

ÍNDICE

Abreviaturas	i
Índice de figuras, tablas y esquemas	iii
Resumen	iv
Introducción	v
CAPÍTULO 1. Fundamentación teórica	1
1.1 Cúrcuma (<i>Curcuma longa</i> L.)	1
1.1.1 Colorantes contenidos en la <i>Curcuma longa</i> L.	1
1.1.2 Propiedades de la curcumina	3
1.1.3 Usos de la cúrcuma	5
1.2 Extracción de la curcumina	5
1.2.1 Extracción asistida por baño de ultrasonido (BUS)	6
1.2.2 Decocción	6
1.3 Técnicas analíticas	6
1.3.1 Cromatografía de placa delgada (TLC)	6
1.3.2 Pruebas organolépticas	6
1.3.3 Espectroscopia Ultravioleta-Visible (UV-VIS)	6
1.3.4 Análisis de barrido de peróxido de Hidrógeno (H ₂ O ₂)	7
1.3.5 Método de Capacidad de Absorbancia del Radical Oxígeno (ORAC)	7
1.3.6 Cromatografía en columna (CC)	7
1.3.7 Cromatografía de gases (GC)	7
1.3.8 Cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas (GC-MS)	7

1.4 Derivatización	7
CAPÍTULO 2. Metodología experimental	8
2.1 Preparación de la muestra	8
2.2 Extracción	8
2.2.1 Extracción asistida por baño de ultrasonido	8
2.2.2 Decocción	9
2.3 Derivatización	11
2.3.1 Metilación	11
2.4 Técnicas analíticas	12
2.4.1 Cromatografía de placa delgada	12
2.4.2 Pruebas organolépticas	12
2.4.3 Espectroscopia UV-VIS	12
2.4.4 Cromatografía en columna	12
2.4.5 Análisis de barrido de H ₂ O ₂	13
2.4.6 Método ORAC	13
2.4.7 Cromatografía de gases	13
2.4.8 GC-MS	14
CAPÍTULO 3. Interpretación de resultados	15
3.1 Extracciones	15
3.2 Cromatografía en columna	16
3.3 Metilación	17
3.4 Cromatografía de gases	19
3.5 GC-MS	19
3.6 Actividad antioxidante	20
CONCLUSIONES	23

BIBLIOGRAFÍA	24
Anexos	28
Anexo A: Fotografías de las extracciones	29
Anexo B: Pruebas organolépticas	30
Anexo C: Espectros de UV-VIS de las pruebas organolépticas	36
Anexo D: Fotos TLC extracción	45
Anexo E: Espectros de UV-VIS de la cromatografía en columna	46
Anexo F: Espectros de UV-VIS de la metilación	49
Anexo G: Cromatogramas	50
Anexo H: Estructuras moleculares	52
Anexo I: Fragmentograma de FO-5	57
Anexo J: Interpretación de los espectros de masas	58

Abreviaturas y simbología

↑	Evaporación
↑↓	Reflujo
#	Número natural
(#:#)	Mezcla de solventes v/v
@	Evaluado a...
β-FE	β-ficoeritrina
λ#	Longitud de onda #
λ _{MAX}	Longitud de onda de máxima absorbancia
μg	Microgramo
μm	Micras
AcOEt	Acetato de etilo
Ar	Argón
Abs	Absorbancia
AcOEt	Acetato de etilo
°C	Grados Celsius
BF ₃	Trifloruro de Boro
BUS	Extracción asistida por baño de ultrasonido
CAS	Chemical Abstracts Service
CC	Cromatografía en columna
Celita	Tierras diatomeas
CHCl ₃	Cloroformo
cm	Centímetros
DC	Decocción
D _{int}	Diámetro interno
EI ⁺	Ionización por impacto electrónico
EtOH	Etanol
eV	Electronvoltios
FA-#	Fase acuosa #
FAE-#	Fase aquaetanólica #
FAM-#	Fase aquametanólica #
FCC-#	Fracción de la cromatografía en columna #
FE-#	Fase etanólica #
FE	Fase estacionaria
FID	Flame Ionization Detector (detector de ionización de flama)
film	Espesor de película
FM	Fase móvil
FO-#	Fase orgánica #
g	Gramos
GC	Cromatografía de Gases
GC-MS	Cromatografía de Gases acoplada a Espectrometría de Masas
H	Hidrógeno
HCl	Ácido clorhídrico
He	Helio
Hex	Hexano
H ₂ O	Agua destilada

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

H ₂ O ₂	Peróxido de Hidrógeno
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
L.	Carlos Linneo
líq-líq	Extracción líquido-líquido
m	Metros
mL	Mililitros
MeOH	Metanol
min	Minuto
mM	Milimol
m/z	Relación masa/carga, de un ion
M ⁺	Ion molecular
MP	Materia Prima
MS	Espectrometría de Masas
N	Normalidad
NaOH	Hidróxido de Sodio
NIST	National Institute of Standards and Technology
nm	Nanómetros
ORAC	Oxygen Radical Absorbance Capacity (Capacidad de Absorbancia del Radical Oxígeno)
pág.	Página
pH	Potencial de Hidrógeno
PM	Peso molecular
psi	Libras por pulgada cuadrada
RES	Residuo
R _f	Relación de frentes
Roscoe	William Roscoe
Roxb.	William Roxburgh
R _t	Tiempo de retención
Salisb.	Richard Anthony Salisbury
seg	Segundos
sol-líq	Extracción sólido-líquido
t=0	Tiempo cero
T _{col}	Temperatura de la columna
T _{fuelle}	Temperatura de la fuente de ionización
T _{inyec}	Temperatura del inyector
T _{transf}	Temperatura de la línea de transferencia
TLC	Thin Layer Chromatography (cromatografía en capa fina)
Tol	Tolueno
UHP	Ultra High Purity (ultra alta pureza)
UV	Ultravioleta
UV-VIS	Ultravioleta-Visible
v/v	Relación volumen/volumen

Índice de figuras, tablas y esquemas

Clave	Nombre	pág.
Figuras		
Figura 1.1	<i>Curcuma longa</i> L.	1
Figura 1.2	Degradación alcalina de la curcumina	4
Figura 1.3	Equilibrio ceto-enol de la curcumina	5
Figura 2.1	Extracción asistida por ultrasonido	8
Figura 2.2	Decocción	9
Figura 2.3	Cromatografía de capa fina	12
Figura 3.1	FAM-1	18
Figura 3.2	Curva de barrido de H ₂ O ₂	20
Figura 3.3	Prueba ORAC	21
Tablas		
Tabla 3.1	Pruebas organolépticas	15
Tabla 3.2	Relaciones de frente de las extracciones por materia prima	16
Tabla 3.3	Relaciones de frente de las extracciones por BUS y DC	16
Tabla 3.4	Relaciones de frente de las extracciones con diferente solvente	16
Tabla 3.5	UV-VIS de la cromatografía en columna	17
Tabla 3.6	TLC de la cromatografía en columna	17
Tabla 3.7	TLC de las extracciones de la metilación	18
Tabla 3.8	UV-VIS de las extracciones de la metilación	18
Tabla 3.9	Resultados GC-MS de FO-5	19
Tabla 3.10	Resultados de la prueba de barrido de H ₂ O ₂	21
Tabla 3.11	Resultados de la prueba ORAC	22
Esquemas		
Esquema 1	Extracción asistida por ultrasonido y decocción de MP-1	10
Esquema 2	Extracción asistida por ultrasonido y decocción de MP-2	10
Esquema 3	Extracción asistida por ultrasonido y decocción de MP-3	10
Esquema 4	Metilación	11

Resumen

La cúrcuma es un colorante alimenticio vegetal obtenido de la *Curcuma longa* L., es usada en una diversidad de platillos preparados, otorgando una coloración amarilla al alimento. Su uso en la medicina tradicional y estudios sobre su actividad biológica muestran que la cúrcuma cuenta con propiedades antioxidantes.

Los extractos fueron obtenidos a partir de los rizomas de la planta (secos y frescos) en baño de ultrasonidos y por decocción, y caracterizados por UV-VIS y TLC.

Después de las separaciones y purificaciones preliminares, se analizó la actividad antioxidante con las pruebas de “Barrido de peróxido de Hidrógeno” y “ORAC”. El análisis por GC-MS muestra la presencia de compuestos aromáticos, terpenos y cíclicos insaturados

Introducción

Por siglos, los aditivos alimenticios han sido utilizados con distintos fines: la sal era para preservar carnes y pescados; hierbas y especias para mejorar el sabor; azúcar para la preservación de frutas; vinagre para el encurtido de carne y vegetales. Ante una demanda de alimentos siempre creciente y una oferta cada vez más diversificada, los consumidores se vuelven cada vez más exigentes en las características organolépticas de los alimentos que consumen ⁽¹⁾.

Tomando en cuenta que los aditivos alimenticios son productos y/o sustancias que, sin formar parte original de los alimentos permiten la mejora y/o conservación de las propiedades organolépticas, así como la preservación de los alimentos ⁽²⁾; el uso de productos naturales como ingredientes en la elaboración de alimentos se hace cada vez más un requerimiento sustancial por parte de los consumidores.

Los aditivos alimenticios más empleados en la industria son sin duda los colorantes; sin embargo, en vista de que los colorantes sintéticos fueron mostrando efectos nocivos para la salud de los consumidores ⁽³⁾; el uso de colorantes naturales se va incrementando de manera muy significativa, no solamente por sus propiedades organolépticas ^{(1) (4)} sino también porque está comprobado que muchos de ellos presentan actividades biológicas desde antiinflamatorias hasta antioxidantes. Tomando en cuenta estas propiedades potenciales se optó por estudiar los colorantes contenidos en la cúrcuma (*Curcuma longa* L.), empleados ancestralmente en la coloración de alimentos, pero también conocido por su actividad antioxidante.

El consumo de alimentos ricos en antioxidantes está vinculado a los beneficios para la salud ya que permiten proteger de los daños producidos por los radicales libres, tanto endógenos como exógenos ^{(5) (6)}. El desbalance de radicales libres en un organismo vivo puede dañar proteínas, lípidos, ADN y otros; provocando envejecimiento celular y estrés oxidativo que conducen a enfermedades cardiovasculares, neuronales, cáncer y otras ⁽⁶⁾.

CAPÍTULO 1. Fundamentación teórica

1.1 Cúrcuma (*Curcuma longa* L.)

Cúrcuma es el nombre común de la planta *Curcuma longa* L., así como de la especia y de la tintura elaboradas a partir de la misma ⁽⁷⁾ ⁽⁸⁾. El condimento colorido obtenido de los rizomas deshidratados de la planta tiene un color anaranjado o rojizo, un olor a almizcle y un sabor amargo. Es usado como colorante en salsas, mantequillas, quesos y otros ⁽⁸⁾.



Figura 1.1 *Curcuma longa* L.

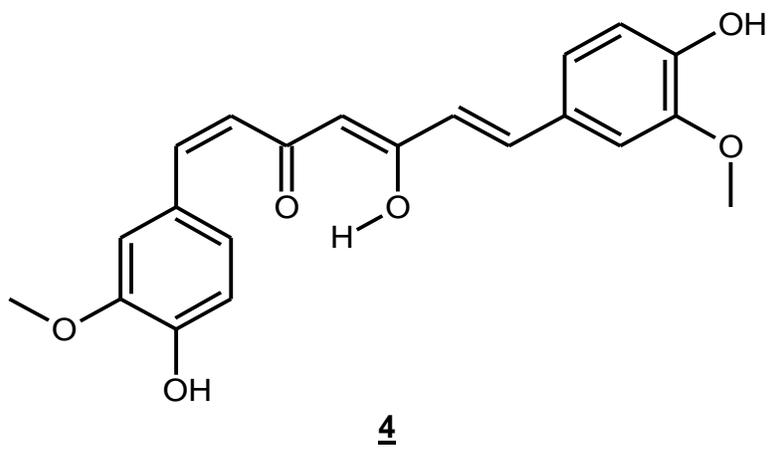
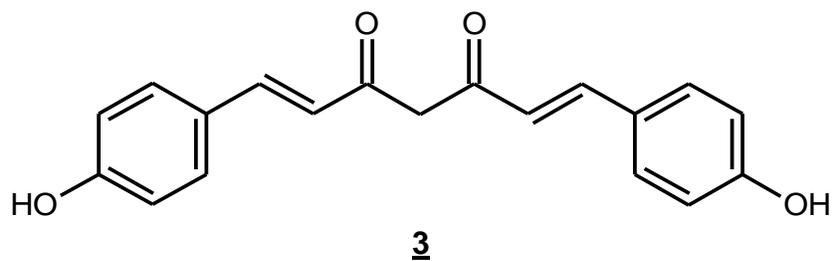
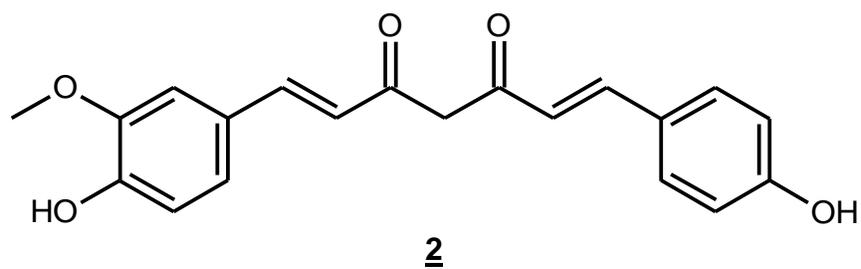
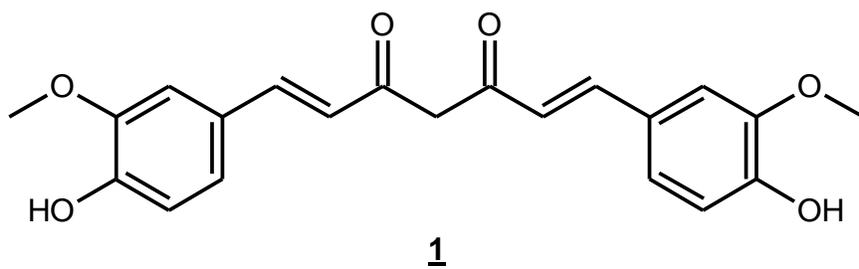
Aparte de la *Curcuma longa* L., varias especies del género *Curcuma*; tales como la *C. aromatica* Salisb., *C. amada* Roxb., *C. caesia* Roxb., *C. aeruginosa* Roxb., y *C. xanthorrhiza* Roxb., todas ellas son procedentes de Asia tropical ⁽⁹⁾. El género *Curcuma* pertenece a la familia Zingiberaceae, e incluye otras especies importantes como el cardamomo (*Elettaria cardamomum* L.), cardamomo negro (*Amomum subulatum* Roxb.), y el jengibre (*Zingiber officinale* Roscoe) ⁽¹⁰⁾.

Aproximadamente el 80% de la producción mundial de cúrcuma proviene de la India, siendo éste el mayor productor, consumidor y exportador. Los principales importadores son Japón, Estados Unidos, Reino Unido, Sri Lanka, África y Medio Oriente ⁽⁹⁾. Este colorante alimenticio es producido y consumido tradicionalmente en América Latina.

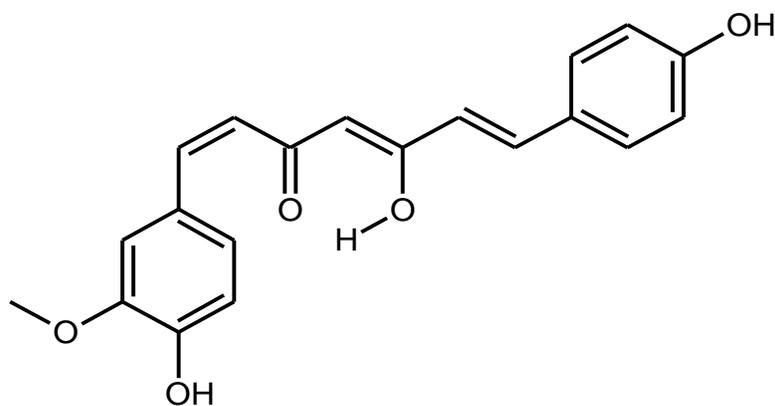
1.1.1 Colorantes contenidos en la *Curcuma longa* L.

El color característico de la cúrcuma es debido a la presencia de curcuminoides ⁽¹¹⁾ ⁽¹²⁾, siendo el más abundante la curcumina **1** ⁽⁸⁾, seguido de la desmetoxicurcumina **2** y la bidesmetoxicurcumina **3** ⁽¹¹⁾ ⁽¹³⁾ ⁽¹⁴⁾. También se aislaron otros constituyentes minoritarios **4**, **5**, y **6**, isómeros de los tres primeros ⁽⁸⁾.

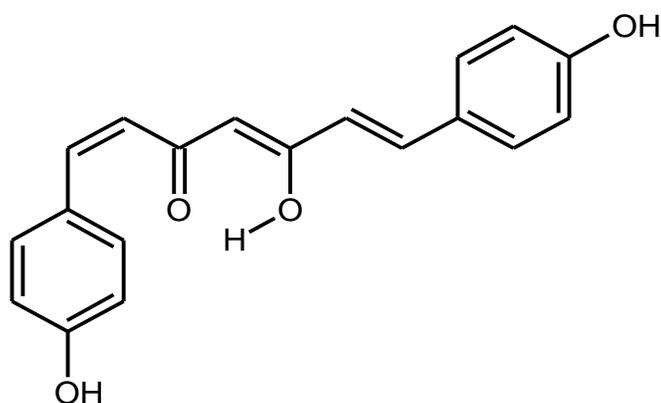
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



5



6

1.1.2 Propiedades de la curcumina

Nombre: Curcumina ⁽¹⁴⁾

Número de Registro CAS: 458-37-7 ^{(13) (14)}

Nombre CAS: 1,7-Bis (4-hidroxi-3-metoxi-fenil)-1,6-heptadieno-3,5-diona ^{(13) (14)}

Otros nombres: Amarillo cúrcuma ⁽¹⁴⁾; E100; E100i; Kurkum ⁽¹³⁾; diferuloilmetano ^{(14) (15)}; C.I. 75300 ⁽¹⁴⁾; Amarillo natural 3 ⁽¹⁴⁾

Fórmula molecular: C₂₁H₂₀O₆ ^{(13) (14) (16) (17)}

Peso molecular: 368.39 g/mol ^{(13) (14) (16) (17)}

Porcentaje de composición: C 68.47%, H 5.47%, O 26.06%. ⁽¹⁴⁾

Punto de Fusión: 183°C ^{(14) (16) (17) (20)}

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Índice de refracción: 1.5118 @ 20°C ⁽²¹⁾

Absortividad máxima: 265 y 420 a 425 nm ^{(12) (13) (20)}

Propiedades: Polvo cristalino de color amarillo-naranja o amarillo-rojizo ^{(8) (13) (14) (17)}. Las soluciones (etanólica y/o acuosa) cambian a rojo a pH ≥ 7.5 Como oleorresina es un fluido viscoso de color café-naranja oscuro ⁽¹¹⁾. Es inestable a pH alcalino ⁽²⁰⁾ y se degrada a feruloilmetano **7**, ácido ferúlico **8**, vainillina **9** y acetona **10** ^{(8) (23)}.

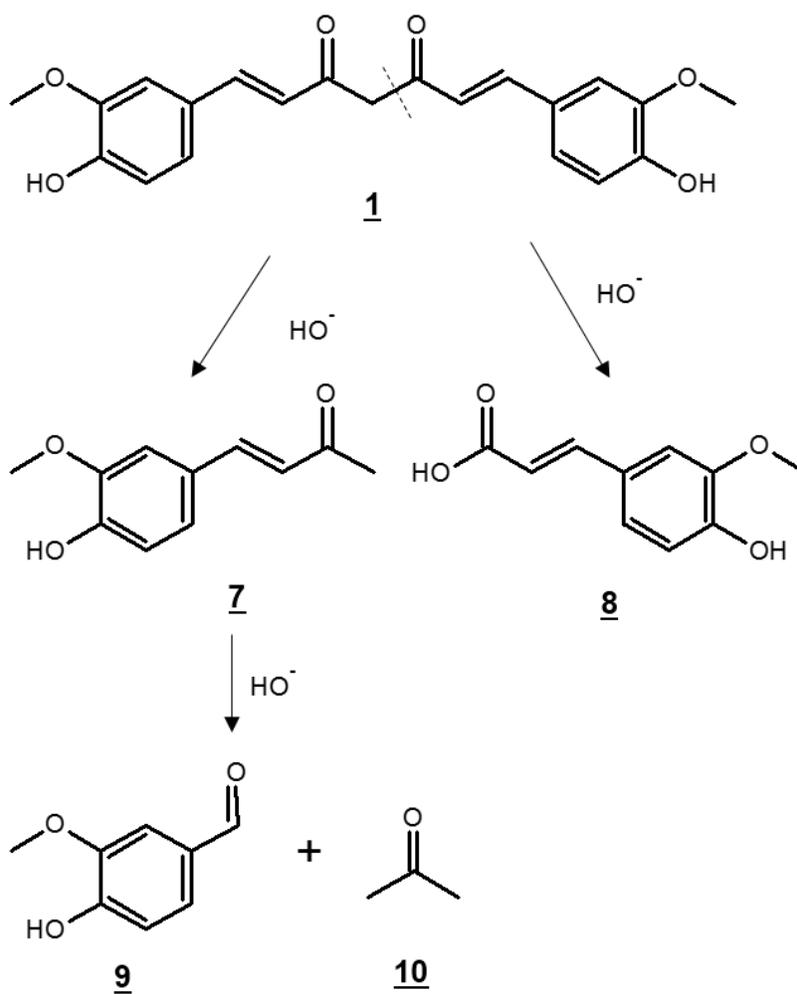


Figura 1.2 Degradación alcalina de la curcumina

Como especia, tiene un aroma fresco que recuerda a naranja dulce y jengibre, un poco fuerte y sabor picante ^{(7) (18) (19)}.

La curcumina es insoluble en Agua ^{(11) (13) (14) (17) (20)} y en Dietil éter ^{(13) (14) (17)}. Ligeramente soluble en Benceno ⁽¹²⁾ y en Acetona ^{(12) (20)}. Soluble en Etanol ^{(12) (13)}

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

(14) (16) (17) (20) y en Ácido acético glacial (13) (14) (16) (17); pero no presenta toxicidad (20) (21).

La curcumina presenta diferentes especies químicas en función del pH con $pK_{a1}=7.8$; $pK_{a2}=8.5$; $pK_{a3}=9.0$.

Tautomería

Debido a la presencia de 1,3 dicarbonilo en la estructura principal, el equilibrio ceto-enólico hace que, dependiendo del medio, más del 95 por ciento de estos componentes se encuentran en su forma enol **11** (8) (22).

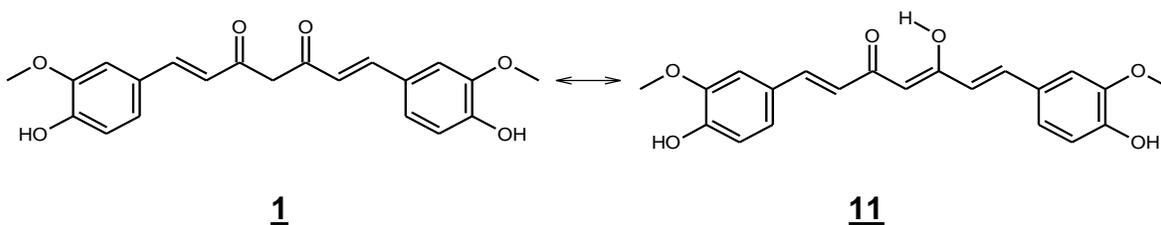


Figura 1.3 Equilibrio ceto-enol de la curcumina

1.1.3 Usos de la cúrcuma

El colorante obtenido de los rizomas de cúrcuma, ha sido empleado tradicionalmente para dar color y preservar alimentos, ingrediente esencial en varios platillos asiáticos. Este colorante natural ha sido aprobado por la Unión Europea como aditivo alimenticio en productos lácteos, helados, frutas y verduras, dulces, cereales, panadería, carne, pescado, huevos, especias, sopas y salsas, o como colorante en aceites y ceras (7) (24) (25).

Además del ámbito alimenticio, este colorante es usado para el teñido de telas, como colorante biológico, o como indicador de pH (8 a 9) como papel de cúrcuma, para la detección del Boro (14). La cúrcuma ha sido usada por milenios en la medicina tradicional de la India (10) (12), para el tratamiento de heridas (15) (26). Últimamente se han estudiado sus actividades biológicas potenciales como antiinflamatorio (15) (20) (24) (27), antioxidante (15) (20) (28), antiséptico (15) y en el tratamiento de ciertos tipos de cáncer (18), aunque esta última actividad no parece ser muy significativa (12) (15) (20).

1.2 Extracción de la curcumina

Para el análisis cualitativo de los componentes de un producto natural, es importante la separación de los compuestos de interés de la matriz en que se encuentran (29). La extracción sólido-líquido usando solventes es la técnica más común (30). El uso de calor no es recomendable en componentes de origen natural debido a su inestabilidad térmica.

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

De las técnicas reportadas para la extracción de curcumina a partir de los rizomas de cúrcuma ⁽²⁴⁾ ⁽³⁰⁾ ⁽³¹⁾ ⁽³²⁾, se escogió la extracción asistida por baño de ultrasonido y decocción.

1.2.1 Extracción asistida por baño de ultrasonido (BUS)

El incremento de la eficiencia en la extracción usando BUS, ha sido atribuido a la propagación de ondas de presión de ultrasonido a través del solvente, resultando en el fenómeno de cavitación; descrito como la formación, crecimiento y colapso de burbujas llenas de vapor en un líquido. La implosión de las burbujas en la cavitación propicia los fenómenos físicos de microturbulencia, alta velocidad de colisión entre partículas, ruptura de las paredes celulares y reducción del tamaño de partícula, que conlleva a un incremento en la transferencia de masa de componentes tanto intra como intercelulares ⁽³¹⁾.

1.2.2 Decocción

Técnica utilizada para las partes duras de las plantas (raíces, cortezas, ramas y semillas), que requieren ser cocidas para soltar sus principios activos. El material vegetal, trozado o molido, es introducido en un recipiente con solvente y se calienta hasta ebullición, dejando hervir de 3 a 10 minutos; se deja enfriar y posteriormente se filtra. Este procedimiento es adecuado para extraer componentes térmicamente estables ⁽³³⁾.

1.3 Técnicas analíticas

1.3.1 Cromatografía de placa delgada (TLC)

Es una técnica de separación de mezclas complejas, donde las distintas moléculas de la muestra son discriminadas en función de la interacción diferenciada entre los componentes de la muestra y las fases estacionaria y móvil. Luego los productos separados en la placa son visualizados al exponerlos a, por ejemplo, luz UV, vapores de Yodo o rociando ácido sulfúrico.

1.3.2 Pruebas organolépticas

Es la disciplina científica que permite evocar, medir, analizar e interpretar las reacciones a características de los alimentos y materiales, de acuerdo a como se perciben por medio de los sentidos de la vista, olfato, gusto, tacto y oído.

1.3.3 Espectroscopia UV-VIS

Esta técnica espectroscópica, está basada en la capacidad de absorción de la radiación electromagnética a una longitud de onda bien definida que permite la transición electrónica entre orbitales moleculares ligantes y antiligantes, característicos de grupos funcionales que se encuentran en el analito.

1.3.4 Análisis de barrido de peróxido de hidrógeno (H₂O₂)

De acuerdo a la metodología propuesta por Ruch et al. (1989) ⁽³⁶⁾, una solución de peróxido de hidrógeno (40 mM) es preparada en buffer de fosfato. La concentración de peróxido es determinada por absorción, usando un espectrofotómetro. El extracto antioxidante (20-60 µg) en agua destilada es añadido al peróxido de hidrógeno y la absorbancia es determinada después de diez minutos con un blanco de solución buffer de fosfato sin el peróxido de hidrógeno.

1.3.5 Método de Capacidad de Absorbancia del Radical Oxígeno (ORAC)

El método ORAC (Oxygen Radical Absorbance Capacity), es una prueba que permite comprobar el "Poder antioxidante" de los alimentos y otras sustancias químicas. Esta prueba puede realizarse usando tanto β-ficoeritrina (β-FE) o fluoresceína como molécula objetivo. Midiendo el decrecimiento en la fluorescencia en presencia de barredores de radicales libres.

1.3.6 Cromatografía en columna (CC)

Proceso donde los componentes de la mezcla son arrastrados de manera descendente por la fase móvil a través de una columna rellena, separándose por la diferencia de distribución de cada componente entre las fases móvil y estacionaria.

1.3.7 Cromatografía de gases (GC)

Es una técnica que permite separar mezclas complejas con base a la interacción diferenciada de los analitos con una fase estacionaria activa. Los analitos en estado gaseoso son acarreados por un gas inerte a lo largo de un capilar que contiene la fase activa.

1.3.8 Cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas (GC-MS)

Este sistema acoplado es una técnica analítica destructiva de alta sensibilidad y especificidad que permite separar los componentes de una mezcla y determinar su estructura mediante la interpretación de los fragmentos iónicos obtenidos por interacción con una fuente de energía externa.

1.4 Derivatización

La derivatización es un proceso químico que permite la modificación temporal y/o permanente de los grupos funcionales de una especie química; para adecuarlos a los requisitos de una técnica analítica. Por ejemplo, el trifloruro de Boro (BF₃) es un reactivo útil para la formación de éteres y/o ésteres metílicos.

CAPÍTULO 2. Metodología experimental

2.1 Preparación de la muestra

La materia prima utilizada fue cúrcuma, bajo tres presentaciones:

1. Rizoma fresco de cúrcuma (MP-1).
2. Rizoma seco y pulverizado (MP-2).
Los rizomas frescos fueron lavados con agua destilada, cortadas y secadas a temperatura ambiente, a la sombra, durante una semana. El producto una vez seco fue molido hasta formar un polvo uniforme.
3. Polvo de Cúrcuma (MP-3). Condimento comercial.

2.2 Extracción

2.2.1 Extracción asistida por ultrasonido

Se usaron tres solventes diferentes: agua, agua:etanol (1:1) y etanol. Para MP-1 se pesaron 20 g en tres recipientes diferentes y se añadieron 100 mL de cada solvente. Para MP-2 se pesaron 2 g en tres recipientes diferentes y se añadieron 100 mL de cada solvente. Para MP-3 se pesaron 2 g en tres recipientes diferentes y se añadieron 100 mL de cada solvente. Cada una de las mezclas fue introducida en un baño de ultrasonido dos veces por 30 minutos a 60 Hz. Los sólidos fueron separados por filtración con papel.

Se obtuvieron tres fases acuosas (FA-1, FA-2, FA-3), tres fases acuetaenólicas (FAE-1, FAE-2, FAE-3) y tres fases etanólicas (FE-1, FE-2, FE-3), todas ligeramente tibias. Fueron guardadas en refrigeración y al cabo de una noche mostraron turbidez que fue eliminada por filtración en un Büchner-Celita (FA-4, FA-5, FA-6; FAE-4, FAE-5, FAE-6; FE-4, FE-5, FE-6).

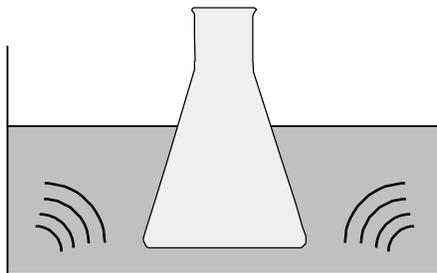


Figura 2.1 Extracción asistida por ultrasonido

2.2.2 Decocción

Se usaron los solventes anteriormente descritos; para MP-1 se pesaron 20 g en tres recipientes diferentes y se añadieron 100 mL de cada solvente. Para MP-2 se pesaron 2 g en tres recipientes diferentes y se añadieron 100 mL de cada solvente. Para MP-3 se pesaron 2 g en tres recipientes diferentes y se añadieron 100 mL de cada solvente. Las mezclas fueron calentadas 10 minutos a reflujo y los sólidos separados por filtración con papel.

Se obtuvieron tres fases acuosas (FA-7, FA-8, FA-9), tres fases acuaetanólicas (FAE-7, FAE-8, FAE-9) y tres fases etanólicas (FE-7, FE-8, FE-9); todas ligeramente tibias. Fueron guardadas en refrigeración y al cabo de una noche mostraron turbidez que fue eliminada por filtración en un Büchner-Celita (FA-10, FA-11, FA-12; FAE-10, FAE-11, FAE-12; FE-10, FE-11, FE-12).

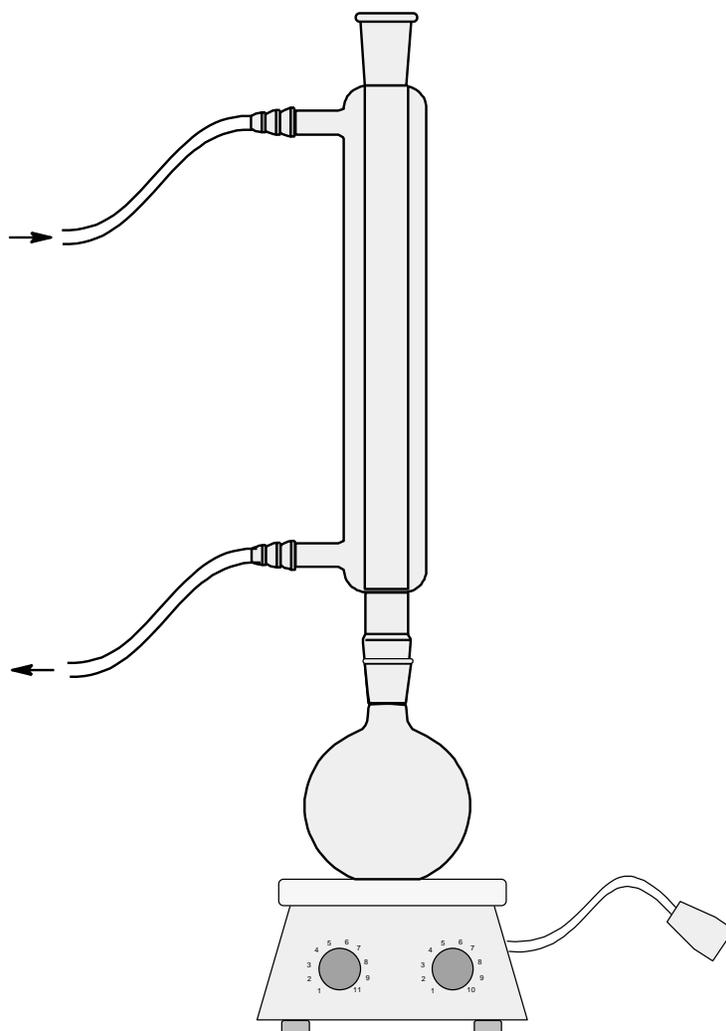
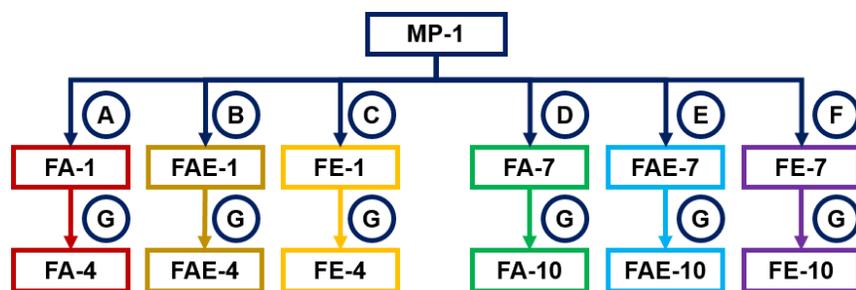
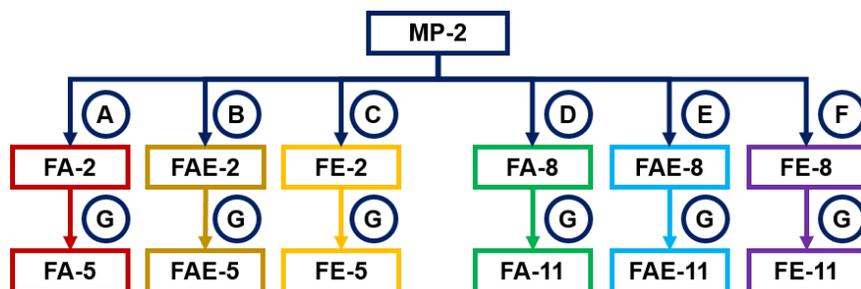


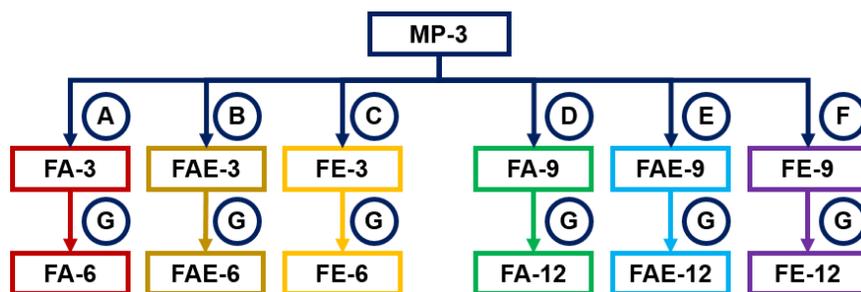
Figura 2.2 Decocción



Esquema 1 Extracción asistida por ultrasonido y decocción de MP-1



Esquema 2 Extracción asistida por ultrasonido y decocción de MP-2



Esquema 3 Extracción asistida por ultrasonido y decocción de MP-3

(A) MP + 100 mL H₂O
BUS 2x30 min
filtrar con papel filtro

(C) MP + 100 mL EtOH
BUS 2x30min
filtrar con papel filtro

(E) MP + 100 mL H₂O:EtOH
(1:1)
DC 10 min ↑↓
filtrar con papel filtro

(B) MP + 100 mL H₂O:EtOH
(1:1)
BUS 2x30 min
filtrar con papel filtro

(D) MP + 100 mL H₂O
DC 10 min ↑↓
filtrar con papel filtro

(F) MP + 100 mL EtOH
DC 10 min ↑↓
filtrar con papel filtro

(G) Filtración Büchner-Celita

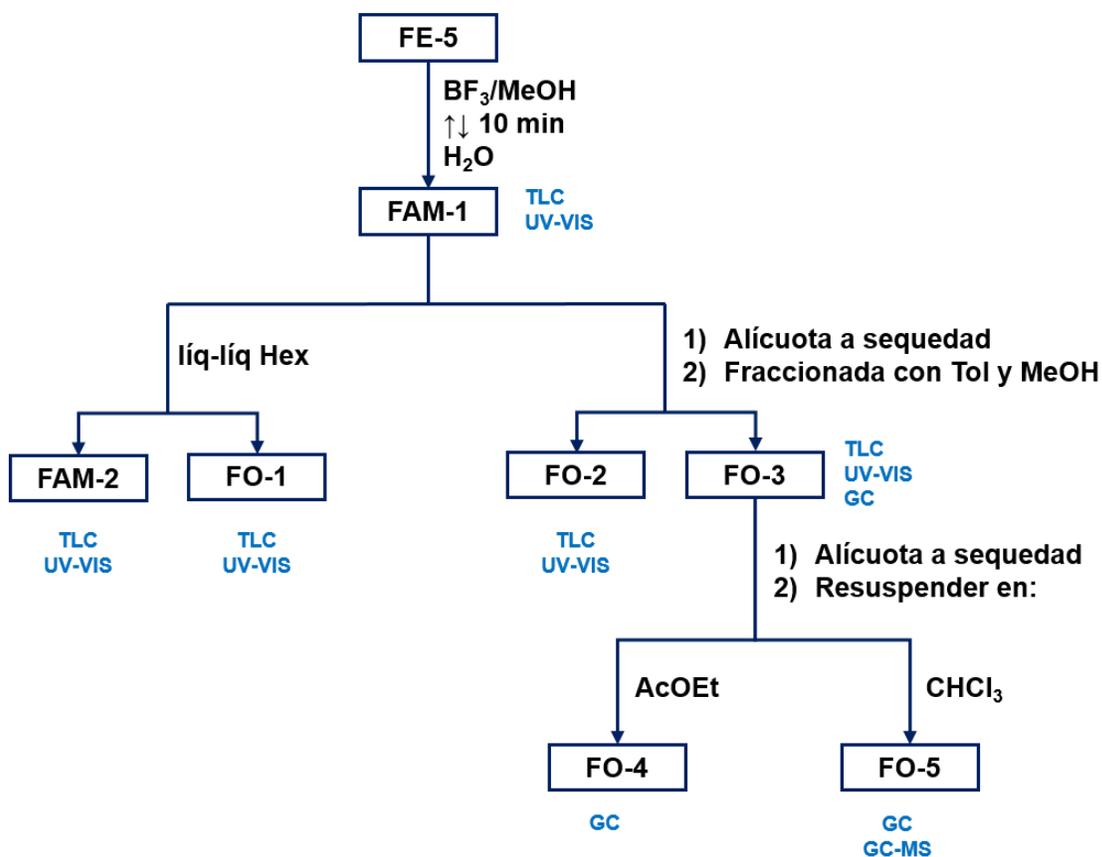
2.3 Derivatización

2.3.1 Metilación

100 mL de FE-5 se concentraron en rotavapor hasta saturación. En un tubo de ensayo, 1 mL de FE-5 concentrado, fue llevado a sequedad con aire; el residuo fue disuelto en 4 mL MeOH y transferido a un matraz bola unido de un refrigerante. Se añadió 1 mL de BF_3/MeOH (20%) y se reflujo en baño de aceite durante 20 minutos; se enfrió y se añadió 5 mL de H_2O (FAM-1). Una vez destruido el exceso de BF_3 , se tomó una fracción de 4 mL que fue extraída con Hexano (3 x 10 mL) (FO-1).

Por otra parte, se tomó un mL de FAM-1 que fue llevado a sequedad y lavado con tolueno (3 x 2 mL) y el residuo sólido fue re-suspendido en MeOH para ser guardada en refrigeración (FO-2).

Una fracción de la solución en tolueno (FO-3) fue analizada por GC, de manera directa y cambiando de solventes (AcOEt [FO-4] y CHCl_3 [FO-5]).



Esquema 4 Metilación

2.4 Técnicas analíticas

2.4.1 Cromatografía de placa delgada

Se realizó el seguimiento de los diferentes procesos por TLC, en placas de sílica gel Merck 60 F₂₅₄, 2.5x10 cm y eluidos con CHCl₃:MeOH (48:2)⁽³⁴⁾. Los reveladores utilizados fueron luz visible y UV (ver Figura 2.1).



Figura 2.1 Cromatografía de capa fina

2.4.2 Pruebas organolépticas

Tres alícuotas independientes de cada uno de los extractos (Esquemas 1, 2, 3) fueron disueltas y homogeneizadas en EtOH. La primer alícuota será tomada como referencia (neutro), a la segunda se le añadieron unas gotas de HCl 0.05N (ácido) y a la tercera unas gotas de NaOH 0.05N (básico). Los resultados muestran una drástica variación de color en medio básico; mientras que en medio ácido no se observan variaciones significativas.

2.4.3 Espectroscopía UV-VIS

Los espectros de UV-VIS se realizaron en un equipo Perkin Elmer Lambda 25, en celdas de cuarzo de 1 cm, en las siguientes condiciones:

Ordenada:	Absorbancia
Rango de barrido:	250-750 nm
Intervalo:	1.0 nm
Slit:	1.0nm
Velocidad de barrido:	480 nm/min

2.4.4 Cromatografía en columna

Se cargó una columna cromatográfica con 30 g de sílica gel suspendida en CHCl₃:MeOH (55:2) como fase móvil. Se introdujo 0.3 g de la muestra FE-5 en la columna y se inició la elución con CHCl₃:MeOH (55:2).

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

A medida que las fracciones eran recolectadas, la polaridad de la fase móvil se fue incrementando, aumentando la proporción de Metanol respecto a la de Cloroformo. La operación fue terminada con MeOH ácido (0.5% HCl v/v).

2.4.5 Análisis de barrido de peróxido H₂O₂

Se preparó una solución de H₂O₂ (40mM) en solución amortiguadora de fosfato (pH=7.4) y se midió su absorbancia a 340 nm. Por otra parte, se preparó una solución del extracto FE-5 en solución buffer de fosfato (20-60 µg/mL).

En un matraz Erlenmeyer 50 mL se colocaron 8.5 mL del extracto y se añadió 1.5 mL de solución de peróxido (t=0) y se fue midiendo la absorbancia de la solución cada 10 minutos durante 50 minutos.

Nota: Las soluciones son inestables y deben ser preparadas en el momento del análisis, el blanco fue la solución buffer.

2.4.6 Método ORAC

Se prepararon, una solución del extracto FE-5 (50 µg/mL), de fluoresceína (0.3 µg/mL), y de H₂O₂ (0.3 µg/mL), todas en solución amortiguadora de fosfato (pH=7.4).

Se tomó el espectro UV-VIS de la solución de fluoresceína y se determinó su λ_{MAX} (495 nm) y luego se midió su absorbancia. A 6 mL de esta solución se añadió 3 mL de solución de H₂O₂ (t=0) y se fue midiendo la absorbancia de la mezcla cada 5 minutos durante una hora.

Para evaluar la actividad antioxidante de la Curcumina se midió la absorbancia de una mezcla de 6 mL de la solución de fluoresceína y 1 mL de la solución del extracto FE-5 (495 nm). A esta mezcla se le añadió 3 mL de la solución de H₂O₂ (t=0) y se fue midiendo la absorbancia de la mezcla cada 5 minutos durante 1 hora.

Nota: Las soluciones son inestables y deben ser preparadas en el momento del análisis, el blanco fue la solución buffer.

2.4.7 Cromatografía de gases

Las separaciones fueron realizadas en un equipo Perkin Elmer AutoSystem XL, en las siguientes condiciones:

Columna: Capilar Elite-5 MS, 30 m, D_{int}: 0.32 mm, film: 0.25 µm
Fase móvil: Ar
Flujo: 15 psi
Split: 0.2 mL/min
T_{inyec}: 200°C; split/splitless
T_{col}: 40°C, 5 min; 40-200°C, 15°C / min; 200°C, 10 min
Detector: FID, 230°C

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

2.4.8 GC-MS

Los análisis por GC-MS fueron realizados en un equipo Perkin Elmer Clarus 600 GC/Perkin Elmer Clarus 600T MS en las siguientes condiciones:

GC

Columna Capilar Elite-5 MS
Longitud de columna: 30 m; D_{int} : 0.32 mm; film: 0.25 μ m
Fase móvil: He UHP
Flujo: 1.8 mL/min
Split: 40 mL/min
 T_{inyec} : 200°C; split/splitless
 T_{col} : 60 °C, 2 min; 60-200 °C, 30 °C / min; 200 °C, 25 min
 T_{transf} : 230°C
 T_{fuente} : 230°C

MS Scan

Solvent delay: 2 min
Mass (m/z): 33-400
Ionization mode: EI⁺; 70 eV
Time (min): 0.5-31.67
Scan Time: 0.5 seg
Inter scan delay: 0.05 seg

CAPÍTULO 3. Interpretación de resultados

3.1 Extracciones

Los extractos obtenidos presentan diferentes tonos y colores (Anexo A, pág. 29). Con el fin de caracterizar los compuestos contenidos en los extractos, se evaluó su comportamiento en medios neutro, ácido y básico. Se pudo constatar que su estructura se modifica en medio básico, tomando un color rojo intenso (Anexo B, pág. 30), lo cual fue corroborado por sus espectros UV-VIS correspondientes (Anexo C, pág. 36).

Como podemos ver en la tabla 3.1, el valor medio de λ_{MAX} del extracto neutro, es de 422 nm. Esto quiere decir que las diferencias visuales son causadas por: gradientes de concentración debidos a la falta de homogeneidad de las muestras, la diferencia de las condiciones de extracción y los solventes empleados. Por otra parte, si bien el cambio de color en medio ácido es muy poco perceptible, hay un corrimiento batocrómico muy significativo en medio básico.

Tabla 3.1 Pruebas organolépticas

Técnica	MP	Solvente	λ_{MAX} [nm]		
			Medio Neutro	Medio Ácido	Medio Básico
BUS	MP-1	H ₂ O	422	421	442
		H ₂ O: EtOH	425	426	476
		EtOH	423	426	464
	MP-2	H ₂ O	422	422	453
		H ₂ O: EtOH	422	422	465
		EtOH	423	426	471
	MP-3	H ₂ O	420	419	440
		H ₂ O: EtOH	425	427	459
		EtOH	419	425	453
DC	MP-1	H ₂ O	421	421	453
		H ₂ O: EtOH	422	422	445
		EtOH	422	425	473
	MP-2	H ₂ O	422	422	442
		H ₂ O: EtOH	421	421	460
		EtOH	422	426	475
	MP-3	H ₂ O	421	422	442
		H ₂ O: EtOH	422	421	463
		EtOH	421	425	472

Por otra parte, los resultados de TLC nos permiten concluir que no hay diferencias cualitativas entre las técnicas de extracción empleadas ni el tipo de materia prima (Tabla 3.2 y Tabla 3.3). Sin embargo, existe una diferencia significativa en la eficiencia de la extracción cuando se cambia de solvente (Tabla 3.3). Los componentes separados son observables en el visible y en el UV (Anexo D, pág.45).

Tabla 3.2 Relaciones de frente de las extracciones por materia prima

Técnica	BUS		
MP	MP-1	MP-2	MP-3
Solvente	EtOH		
Rf ₁	0.51	0.51	0.50
Rf ₂	0.36	0.35	0.35
Rf ₃	0.25	0.24	0.23

Tabla 3.3 Relaciones de frente de por BUS y DC

Técnica	BUS	DC	BUS	DC	BUS	DC
MP	MP-1		MP-2		MP-3	
Solvente	EtOH					
Rf ₁	0.51	0.51	0.51	0.54	0.50	0.50
Rf ₂	0.36	0.35	0.35	0.40	0.35	0.35
Rf ₃	0.25	0.24	0.24	0.24	0.23	0.24

Tabla 3.4 Relaciones de frente de las extracciones con diferente solvente

Técnica	BUS		
MP	MP-2		
Solvente	H ₂ O	H ₂ O:EtOH	EtOH
Rf ₁	---	0.50	0.51
Rf ₂	0.35	0.35	0.35
Rf ₃	0.24	0.224	0.24

Tomando en cuenta las características de los extractos en base a sus espectros UV-VIS, tomamos la decisión de continuar los análisis con el extracto por ultrasonido del rizoma seco de *Curcuma longa* en EtOH (FE-5).

3.2 Cromatografía en columna

La cromatografía en columna de la FE-5 nos dio 14 fracciones (FCC), que fueron caracterizados por TLC y UV-VIS. Las fracciones 3 a 9 muestran espectros UV-VIS idénticos (λ_{416}) (Anexo E, pág. 46), mientras que sus TLC muestran una coelusión de compuestos posiblemente análogos (Tablas 3.5 y 3.6).

Tabla 3.5 UV-VIS de la cromatografía en columna

FCC	λ_1 [nm]	λ_2 [nm]	λ_3 [nm]	λ_4 [nm]	λ_5 [nm]	λ_6 [nm]	λ_7 [nm]	λ_8 [nm]	λ_9 [nm]
1	-----	321	-----	-----	-----	-----	-----	425	-----
2	-----	-----	-----	372	-----	-----	-----	-----	-----
3	-----	-----	-----	-----	-----	-----	417	-----	-----
4	-----	-----	-----	-----	-----	-----	418	-----	-----
5	-----	-----	-----	-----	-----	-----	416	-----	-----
6	-----	-----	-----	-----	-----	-----	415	-----	-----
7	-----	-----	-----	-----	-----	-----	414	-----	-----
8	-----	-----	-----	-----	-----	-----	413	-----	-----
9	-----	-----	-----	-----	-----	-----	417	-----	-----
10	273	-----	358	-----	-----	-----	-----	-----	-----
11	-----	-----	-----	-----	397	-----	416	-----	441
12	273	-----	-----	-----	-----	410	-----	-----	-----
13	273	-----	-----	-----	-----	410	-----	-----	-----
14	274	-----	-----	377	-----	-----	-----	-----	-----

Mientras que los espectros UV-VIS de las fracciones 10 a la 14, muestran mezclas de compuestos de estructura poco definida, y sus placas de TLC indican que se trata de compuestos fuertemente polares y/o eventualmente polímeros.

Tabla 3.6 TLC de la cromatografía en columna

Rf's	FE-5	FCC-2	FCC-3	FCC-4	FCC-5	FCC-6	FCC-7
1	0.67	----	0.67	----	----	----	----
2	0.55	----	----	0.59	----	0.54	----
3	0.45	----	0.44	----	0.43	0.44	----
4	----	----	0.37	----	----	----	0.36
5	----	----	----	----	----	----	----
6	----	0.00	----	----	----	----	----

Tabla 3.6 Continuación

Rf's	FCC-8	FCC-9	FCC-10	FCC-11	FCC-12	FCC-13	FCC-14
1	----	----	----	----	----	----	----
2	----	----	----	----	----	----	----
3	----	0.44	0.44	----	----	----	----
4	----	----	----	----	0.39	----	----
5	0.24	----	----	----	----	----	----
6	----	----	----	0.00	----	0.00	0.00

3.3 Metilación

En vista que la cromatografía en columna no permitió una buena separación de los componentes de la FE-5, se optó por analizar directamente por GC-MS. Tomando en cuenta que los principales componentes de los extractos (referidos en la bibliografía) son compuestos fenólicos, se procedió a la metilación del extracto,

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

obteniéndose una fase acuometanólica (FAM-1) de color rojo oscuro que cambia a azul en medio básico.

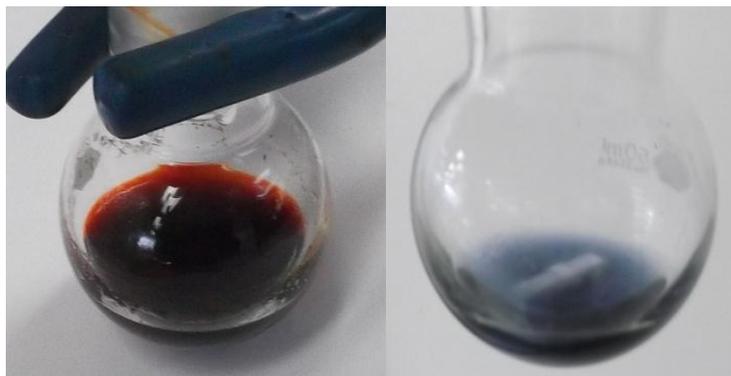


Figura 3.1 FAM-1

Una alícuota de esta fase fue extraída con Hexano (Esquema 4, pág. 11) sin lograr la separación de los compuestos de color (Anexo F, pág. 49).

Posteriormente se tomó otra alícuota y se llevó a sequedad, el residuo fue recuperado con tolueno, logrando así una separación de los componentes de color, sin extraer componentes muy polares (Tabla 3.7 y 3.8).

Tabla 3.7 TLC de las extracciones de la metilación

Rf's	FAM-1	FAM-2	FO-1	FO-2	FO-3
1	----	----	0.83	----	----
2	----	----	0.76	----	----
3	0.45	0.46	----	0.47	0.44
4	0.37	0.37	----	0.37	0.37
5	0.29	0.29	----	0.29	----
6	0.24	0.24	----	0.24	0.24
7	0.18	0.18	----	0.18	----
8	0.15	0.15	----	0.15	0.15
9	----	0.10	----	0.11	----
10	0.02	0.02	----	----	----
11	0.00	0.0	----	0.00	----

Tabla 3.8 UV-VIS de las extracciones de la metilación

Fase	λ_1 [nm]	λ_2 [nm]	λ_3 [nm]	λ_4 [nm]	λ_{MAX} [nm]
FAM-1	----	318	389	466	493
FAM-2	259	314	393	468	493
FO-1	----	----	----	----	495
FO-2	260	314	390	466	493
FO-3	----	----	----	468	496

3.4 Cromatografía de gases

Habiendo constatado que el sistema cromatográfico empleado no permitía separar los analitos en tolueno, se hizo un cambio de solventes a AcOEt (FO-4) y CHCl₃ (FO-5) y los cromatogramas obtenidos en ambos casos son muy similares y muestran una mejor separación (Anexo G, pág. 50). La solución en CHCl₃, calidad HPLC, fue tomada para ser analizada por GC-MS.

3.5 GC-MS

El estudio detallado del fragmentograma obtenido con la fracción FO-5 (Anexo I, pág. 57), nos permitió proponer una estructura para cada uno de los diferentes analitos presentes, con ayuda de la biblioteca NIST (Anexo H, pág. 52). Estas estructuras propuestas fueron corroboradas por medio de los mecanismos de fragmentación para la formación de los principales iones de cada espectro (Anexo J, pág. 58).

Tabla 3.9 Resultados GC-MS de FO-5

R _t [min]	Nombre	Fórmula Bruta	PM	Estructura (Anexo H)	MS (Anexo J)
3.02	Estireno	C ₈ H ₈	104	<u>12</u>	1, pág. 58
3.71	Benzaldehído	C ₇ H ₆ O	106	<u>13</u>	2, pág. 60
4.05	p-Cimeno	C ₁₀ H ₁₄	134	<u>14</u>	3, pág. 62
4.28	γ-Terpineno	C ₁₀ H ₁₆	136	<u>15</u>	4, pág. 64
5.09	Caprilato de etilo	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	172	<u>16</u>	5, pág. 67
6.00	Butanoato de butilo	C ₈ H ₁₆ O ₂	144	<u>17</u>	6, pág. 70
6.04	Tetradecano	C ₁₄ H ₃₀	198	<u>18</u>	7, pág. 72
6.18	Vainillina	C ₈ H ₈ O ₃	152	<u>9</u>	8, pág. 73
6.24	2-Metilen-4, 8, 8-trimetil-4-vinil-biciclo [5, 2, 0] nonano	C ₁₅ H ₂₄	204	<u>19</u>	9, pág. 77
6.43	Lactona del vino	C ₁₀ H ₁₄ O ₂	166	<u>20</u>	10, pág. 82
6.45	Ar-Curcumeno	C ₁₅ H ₂₂	202	<u>21</u>	11, pág. 86
6.58	Dodecanoato de metilo	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	214	<u>22</u>	12, pág. 90
6.63	β-Sesquifelandreno	C ₁₅ H ₂₄	204	<u>23</u>	13, pág. 92
6.75	2, 2, 6, 6-Tetrametilheptano	C ₁₁ H ₂₄	156	<u>24</u>	14, pág. 96
6.86	Hexadecano	C ₁₆ H ₃₄	226	<u>25</u>	15, pág. 97
6.97	5-(hept-6-en-2-iliden) ciclohexa-1, 3-dieno	C ₁₃ H ₁₈	174	<u>26</u>	16, pág. 98
7.04	1-[1-(heptiloxi) etil]-4-metil-benceno	C ₁₆ H ₂₄ O	232	<u>27</u>	17, pág. 100
7.24	Ar-Turmerona	C ₁₅ H ₂₀ O	216	<u>28</u>	18, pág. 101
7.44	Curlona	C ₁₅ H ₂₂ O	218	<u>29</u>	19, pág. 104

Tabla 3.9 Continuación

R _t [min]	Nombre	Fórmula Bruta	PM	Estructura (Anexo H)	MS (Anexo J)
7.45	4-(4-metil-bencen)- pentanal	C ₁₂ H ₁₆ O	176	<u>30</u>	20, pág. 108
7.51	Isovelleral	C ₁₅ H ₂₀ O ₂	232	<u>31</u>	21, pág. 111
7.75	[2-(hex-5-en-2il)-5-metil- fenil] acetaldehído	C ₁₅ H ₂₀ O	216	<u>36</u>	22, pág. 116
7.82	1-(2-metilfenil)-hexan-1- ona	C ₁₃ H ₁₈ O	190	<u>32</u>	23, pág. 121
7.99	2-metil-1-(6-metilciclohex- 2-en-1-il)-butan-1-ona	C ₁₂ H ₂₀ O	180	<u>33</u>	24, pág. 124
8.30	Metil Ferulato	C ₁₁ H ₁₂ O ₄	208	<u>34</u>	25, pág. 126
8.64	Nona-1, 3, 5, 7-tetraen-5-ol	C ₉ H ₁₂ O	136	<u>35</u>	26, pág. 128

3.6 Actividad antioxidante

La disminución de la absorbancia con el tiempo en la prueba de barrido de H₂O₂ (Figura 3.1), indica que el extracto de cúrcuma (FE-5) reacciona con el medio oxidante.

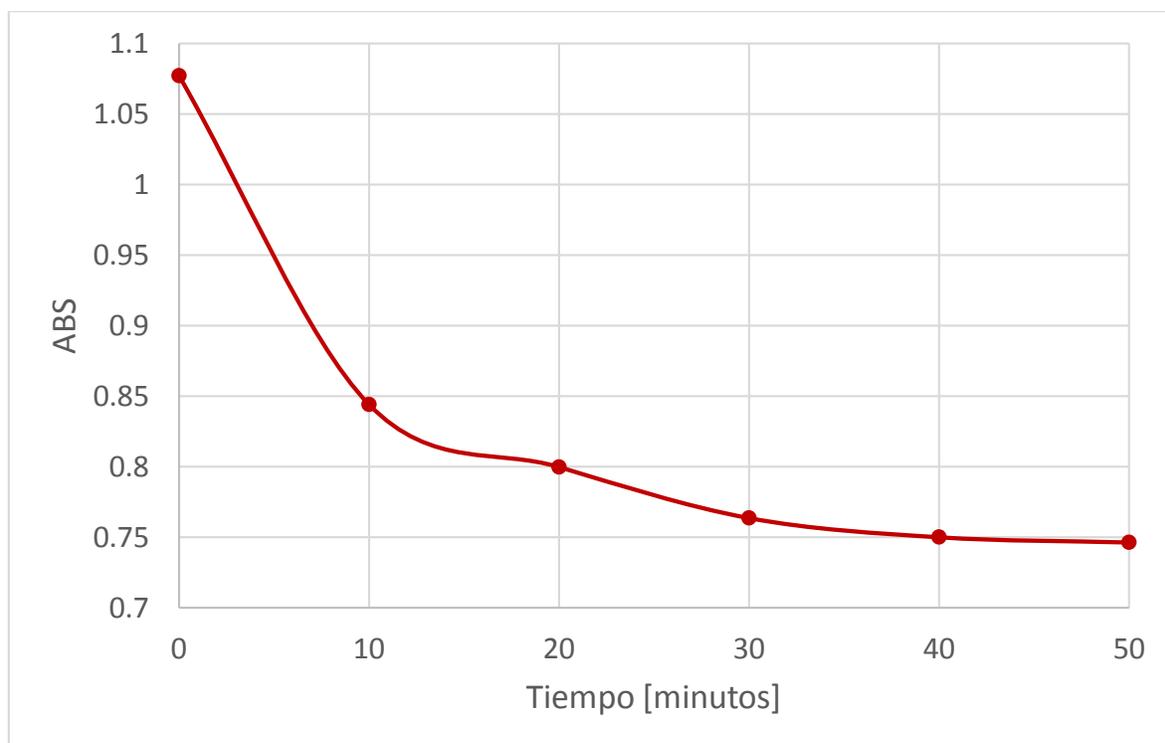


Figura 3.1 Curva de barrido de H₂O₂

Tabla 3.10 Resultados de la prueba de barrido de H₂O₂

Tiempo (min)	Abs@340nm
00	1.0771
10	0.8441
20	0.7998
30	0.7636
40	0.7500
50	0.7463

Por otra parte, las pruebas de ORAC nos permiten ver que la FE-5 reacciona con el H₂O₂, más rápidamente que la fluoresceína, puesto que su drástica disminución de absorbancia nos indica que la tasa de oxidación es mayor, sobre todo durante los 5 primeros minutos (Fig. 3.2).

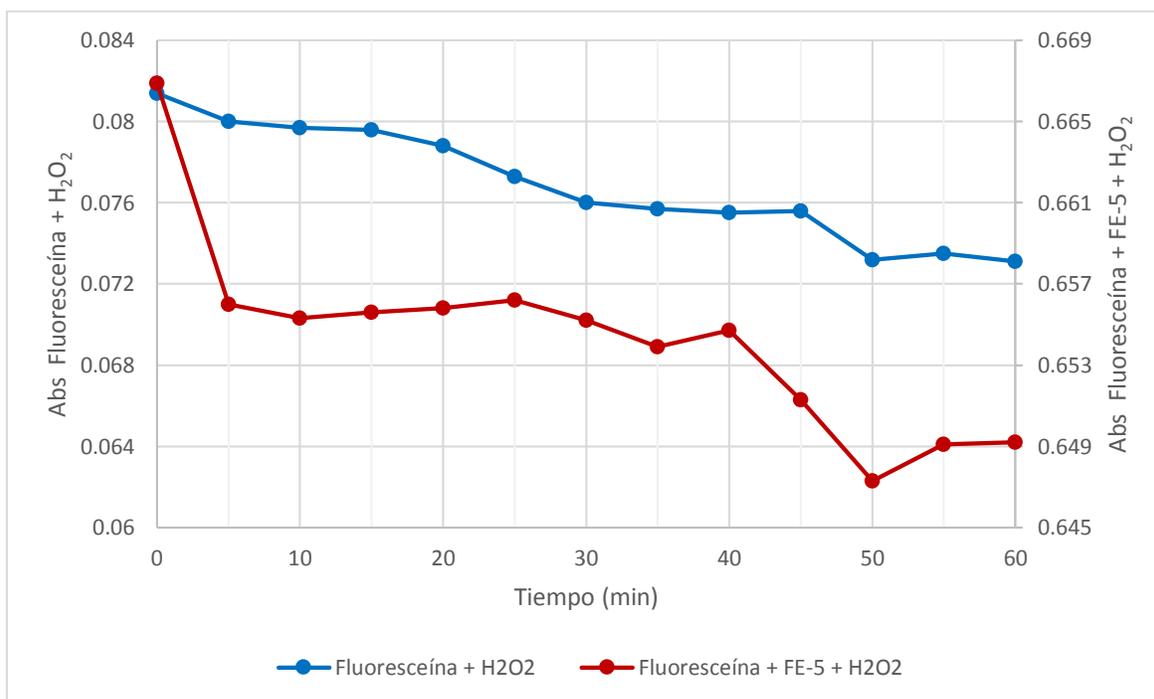


Figura 3.2 Prueba ORAC

Tabla 3.11 Resultados de la prueba ORAC

Tiempo (min)	Abs@495nm Fluoresceína + H₂O₂	Abs@495nm Fluoresceína + FE-5 + H₂O₂
0	0.0814	0.6669
5	0.0800	0.6560
10	0.0797	0.6553
15	0.0796	0.6556
20	0.0788	0.6558
25	0.0773	0.6562
30	0.0760	0.6552
35	0.0757	0.6539
40	0.0755	0.6547
45	0.0756	0.6513
50	0.0732	0.6473
55	0.0735	0.6491
60	0.0731	0.6492

Conclusiones

Independientemente de la materia prima y de la técnica de extracción empleada, las extracciones con EtOH fueron más eficientes para la recuperación de los componentes de color ya que los extractos acuosos y acuetañólicos arrastraban macromoléculas bioorgánicas.

Las pruebas de barrido de H₂O₂ y ORAC nos permitieron confirmar: por una parte, la propiedad reductora de la cúrcuma y por otra la mayor rapidez de oxidación, en relación a la fluoresceína.

El seguimiento por TLC y UV-VIS, del extracto crudo antes y después de la metilación, indica la modificación de los cromóforos, manifestado por un efecto batocrómico. Por lo que se adecuó la muestra a los requisitos de un equipo de GC.

Del análisis de los espectros de GC-MS se encontraron varias moléculas conocidas por ser fragantes: la vainillina 9, el benzaldehído 13, el p-Cimeno 14, el γ -Terpineno 15, el Caprilato de etilo 16, el Butanoato de butilo 17, la Lactona del vino 21, el β -Sesquifelandreno 23, y la curlona 29. De los cuales el γ -Terpineno 15 también es conocido por su actividad antioxidante.

También se puede remarcar la presencia de moléculas aromáticas (12, 13, 14, 20, 27, 28, 30, 32, 33, 35) y otros cíclicos insaturados (15, 19, 21, 23, 26, 29, 31, 34), cuya estructura molecular permite justificar la actividad antioxidante, al ser capaces de donar un protón, quedando una estructura estabilizada por efectos mesoméricos.

De los componentes separados por GC-MS, ninguno de ellos corresponde a algún curcuminoide ni a algún éter metílico. Su ausencia en el fragmentograma es posible a su coelución con el solvente, debido a que la metodología utilizada no fue la más adecuada.

Bibliografía

- (1) International Food Information Council (IFIC) and U.S. Food and Drug Administration. (2010). *Overview of Food Ingredients, Additives & Colors*. Recuperado de <<http://www.fda.gov/Food/IngredientsPackagingLabeling/FoodAdditivesIngredients/ucm094211.htm>>
- (2) Food and Alimentary Organization of the United Nations & World Health Organization (FAO/OMS). (2001). *Codex Alimentarius Commission: Procedural Manual* (12th Edition). Recuperado de <<ftp://ftp.fao.org/docrep/fao/005/Y2200E/Y2200E00.pdf>>
- (3) Kirk-Othmer. (1998). Colorantes naturales. Dyes, natural. *Enciclopedia de Tecnología Química* (Primera Edición) (p.373). México: Limusa, Noriega editores.
- (4) Julie N. Barrows, Ph.D., Arthur L. Lipman, Ph.D., and Catherine J. Bailey, M.Ed. (2014). *Color Additives: FDA's Regulatory Process and Historical Perspectives*. Recuperado de <<http://www.fda.gov/ForIndustry/ColorAdditives/RegulatoryProcessHistoricalPerspectives/>>
- (5) FAO/OMS expert consultation. (2001). *Human Vitamin and Mineral Requirements*. Recuperado de <<http://www.fao.org/3/a-y2809e.pdf>>
- (6) Reşat Apak, Shela Gorinstein, Volker Böhm, Karen M. Schaich, Mustafa Özyürek, and Kubilay Güçlü. (2013). Methods of measurement and evaluation of natural antioxidant capacity/activity: (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.*, Vol. 85, No. 5, pp. 957–998. <<http://dx.doi.org/10.1351/PAC-REP-12-07-15>>
- (7) McGraw-Hill Inc. (1966). Turmeric. *McGraw-Hill Encyclopedia of Science and Technology* (Vol. 14). (p. 163) EE.UU.: McGraw-Hill Inc.
- (8) Ivan Stankovic, FAO. (2004). *CURCUMIN: Chemical and Technical Assessment (CTA)*. Recuperado de <ftp://ftp.fao.org/es/esn/jecfa/cta/CTA_61_Curcumin.pdf>
- (9) K.P. Prabhakaran Nair. (2013). 1 Turmeric: Origin and History. *The Agronomy and Economy of Turmeric and Ginger: The Invaluable Medicinal Spice Crops* (p. 1). Londres: Elsevier
- (10) K.P. Prabhakaran Nair. (2013). 2 The Botany of Turmeric. *The Agronomy and Economy of Turmeric and Ginger: The Invaluable Medicinal Spice Crops* (p. 7). Londres: Elsevier

- (11) Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. (1992). TURMERIC OLEORESIN. *FAO Food and Nutrition Paper 52*. Recuperado de <http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-484.pdf>
- (12) S. Revathy, S. Elumalai, Merina Benny and Benny Antony. (2011). Isolation, Purification and Identification of Curcuminoids from Turmeric (*Curcuma longa* L.) by Column Chromatography. *J. Exp. Sci.*, 2:(7), 21-25
- (13) Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (2003) CURCUMIN. *FAO Food and Nutrition Paper 52*. Recuperado de <<http://www.fao.org/ag/agn/jecfa-additives/specs/Monograph1/Additive-140.pdf>>
- (14) Merck & CO., Inc. (1996). *The Merck Index, an encyclopedia of chemical, drugs and biologicals* (Twelfth edition) (p 450). New Jersey: Published by Merck Research Laboratories
- (15) Mesa M. D.; Ramírez-Tortosa M. C.; Aguilera C. M.; Ramírez-Boscá A. & Gil A. (2000). Efectos farmacológicos y nutricionales de los extractos de *Curcuma longa* L. y de los curcuminoides. *Ars Pharm.* 41:(3), 307-321,
- (16) Haynes, W. M. (1985). Curcumin. *CRC Handbook of Chemistry and Physics: A Ready-Reference Book of Chemical and Physical Data* (66th edition). (p. C-221). Boca Raton: CRC Press
- (17) *Dictionary of organic compounds* (4th edition). (1971). Curcumin (p. 762, Vol. 2 of 5) London: Eyre & Spottiswoode
- (18) Tonex Toxicology Data Network. HSDB:CURCUMIN. Recuperado de <<http://toxnet.nlm.nih.gov/cgi-bin/sis/search2f?./temp/~8w8kKF:1>> [Consulta: 11 de Mayo de 2015]
- (19) *Curcuma, DESCRIPCION DE HIERBAS Y ESPECIAS*. (2008). Recuperado de <http://www.kalpa.es/productos/curcuma_976040_1.html>
- (20) R.A. Sharma, A.J. Gescher, W.P. Steward. (2005). Curcumin: The story so far. *Eur. J. Cancer*, (41), 1955-1968
- (21) *Food-Info.net: Turmerico* (*Curcuma longa* L.). (2013). Recuperado de <<http://www.food-info.net/es/products/spices/turmeric.htm>>
- (22) Shin-ichi Kawano, Yusuke Inohana, Yuki Hashi, Jin-Ming Lin. (2013). Analysis of keto-enol tautomers of curcumin by liquid chromatography/mass spectrometry. *Chin. Chem. Lett.* (24), 685-687

- (23) Hanne Hjorth Tonnesen and Jan Karlsen. (1984). Studies on Curcumin and Curcuminoids V. Alkaline Degradation of Curcumin. *Z. Lebensm.-Unters. Forsch.* (180), 132-134
- (24) S.J.Kulkarni, K.N. Maske, M. P. Budre & R. P. Mahajan. (2012). Extraction and purification of curcuminoids from Turmeric (*curcuma longa* L.). *International Journal of Pharmacology and Pharmaceutical Technology* (1), 81-84
- (25) PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS: COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS. (2001). *INFORME DE LA 33ª REUNIÓN DEL COMITÉ DEL CODEX SOBRE ADITIVOS ALIMENTARIOS Y CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS*. Recuperado de <www.fao.org/input/download/report/203/AI01_24s.pdf>
- (26) Eunice Ríos V., Alba Lucia Duque C., David Fabián León R. (2009). Caracterización espectroscópica y cromatográfica de curcumina extraída de los rizomas de Cúrcuma (*curcuma longa* L.) Cultivada en el departamento del Quindío. *Rev. Invest. Univ. Quindío*, (19), 18- 22
- (27) G. Asghari, A. Mostajeran, M. Shebli. (2009). Curcuminoid and essential oil components of turmeric at different stages of growth cultivated in Iran. *Res. Pharm. Sci.* 4:(1), 55-61
- (28) L. Péret-Almeida, A.P.F. Cherubino, R.J. Alves, L. Dufossé, M.B.A. Glória. (2005). Separation and determination of the physico-chemical characteristics of curcumin, demethoxycurcumin and bisdemethoxycurcumin. *Food Res. Int.* (38), 1039-1044
- (29) Björn Benthin, Henning Danz, Matthias Hamburger. (1998). Pressurized liquid extraction of medicinal plants. *J. Chromatogr. A* (837), 211-219
- (30) S.R. Shirsatha, S.H. Sonawanea, P.R. Gogate. (2012). Intensification of extraction of natural products using ultrasonic irradiations- A review of current status. *Chem. Eng. Process.* (53), 10-23
- (31) Pei-Yin Zhan, Xue-Hua Zeng, He-Ming Zhang, Hai-Hang Li. (2011). High-efficient column chromatographic extraction of curcumin from *Curcuma longa*. *Food Chem.* (129), 700-7003
- (32) P.S. Wakte, B.S. Sachin, A.A. Patil, D.M. Mohato, T.H. Band, D.B. Shinde. (2011). Optimization of microwave, ultra-sonic and supercritical carbon dioxide assisted extraction techniques for curcumin from *Curcuma longa*. *Sep. Purif. Technol.* (79), 50-55

- (33) Morales Hernández, D. M. (2012). *Identificación de los principales componentes hidrosolubles de la raíz de wereque por GC-MS* (Tesis de Ingeniería). Instituto Politécnico Nacional - Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractiva, México, D. F.
- (34) M. Paramasivam, R. Poia, H. Banerjee a, A. Bandyopadhyay. (2008). High-performance thin layer chromatographic method for quantitative determination of curcuminoids in *Curcuma longa* germplasm. *Food Chem.* (113), 640-644
- (35) PLANTA-CURCUMA-LONGA [Dibujo]. Recuperado de <<http://www.curcumina.es/>>
- (36) Nur A., Nusrat J. B., Rafiquzzaman (2012). Review on *in vivo* and *in vitro* methods evaluation of antioxidant activity. *Saudi Pharm. J.* (21), 143-152

Anexos

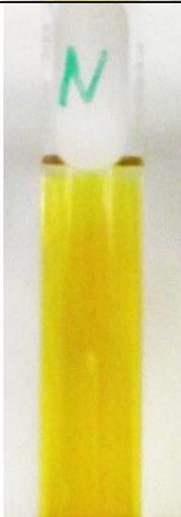
- (A) Fotografías de las extracciones
- (B) Pruebas Organolépticas
- (C) Espectros UV-VIS de las pruebas organolépticas
- (D) Fotos TLC extracción
- (E) Espectros UV-VIS de la cromatografía en columna
- (F) Espectros UV-VIS de la metilación
- (G) Cromatogramas
- (H) Estructuras moleculares
- (I) Fragmentograma
- (J) Interpretación de los espectros de masas

Anexo A: Fotografías de las extracciones

Tabla comparativa de las extracciones de cúrcuma

MP	FA		FAE		FE	
	BUS	DC	BUS	DC	BUS	DC
MP-1						
MP-2						
MP-3						

Anexo B: Pruebas organolépticas

Técnica	MP	Solvente	Medio Neutro	Medio Ácido	Medio Básico
BUS	MP-1	H ₂ O			
		H ₂ O: EtOH			
		EtOH			

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Técnica	MP	Solvente	Medio Neutro	Medio Ácido	Medio Básico
BUS	MP-2	H ₂ O			
		H ₂ O: EtOH			
		EtOH			

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Técnica	MP	Solvente	Medio Neutro	Medio Ácido	Medio Básico
BUS	MP-3	H ₂ O			
		H ₂ O: EtOH			
		EtOH			

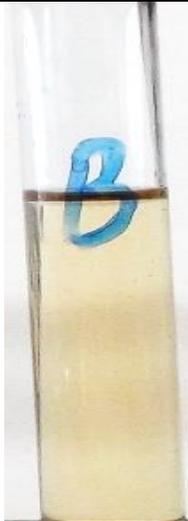
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Técnica	MP	Solvente	Medio Neutro	Medio Ácido	Medio Básico
DC	MP-1	H ₂ O			
		H ₂ O: EtOH			
		EtOH			

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

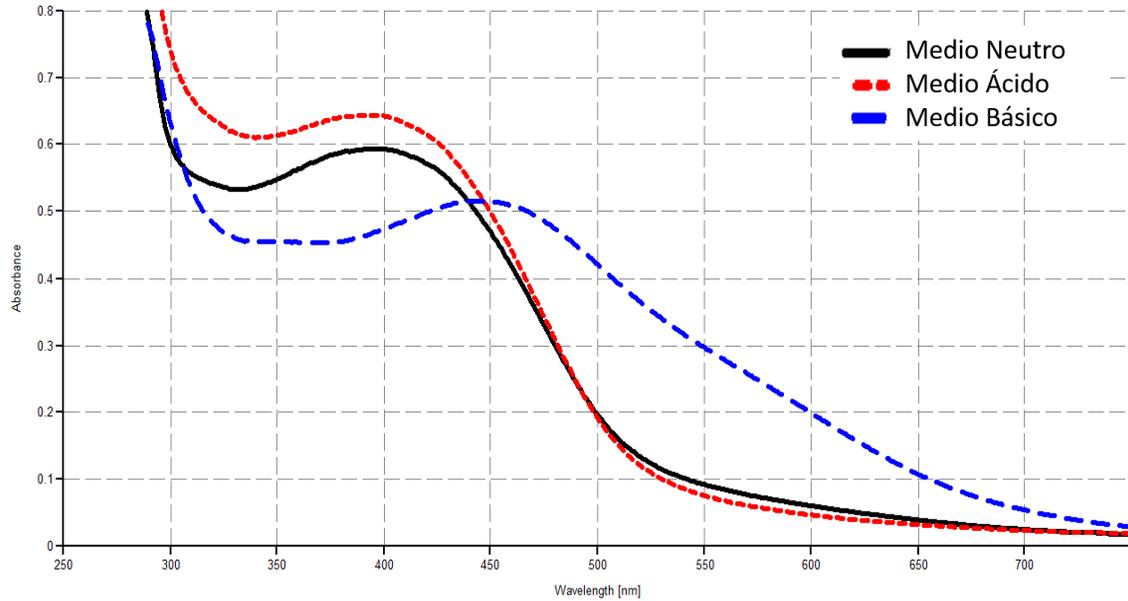
Técnica	MP	Solvente	Medio Neutro	Medio Ácido	Medio Básico
DC	MP-2	H ₂ O			
		H ₂ O: EtOH			
		EtOH			

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

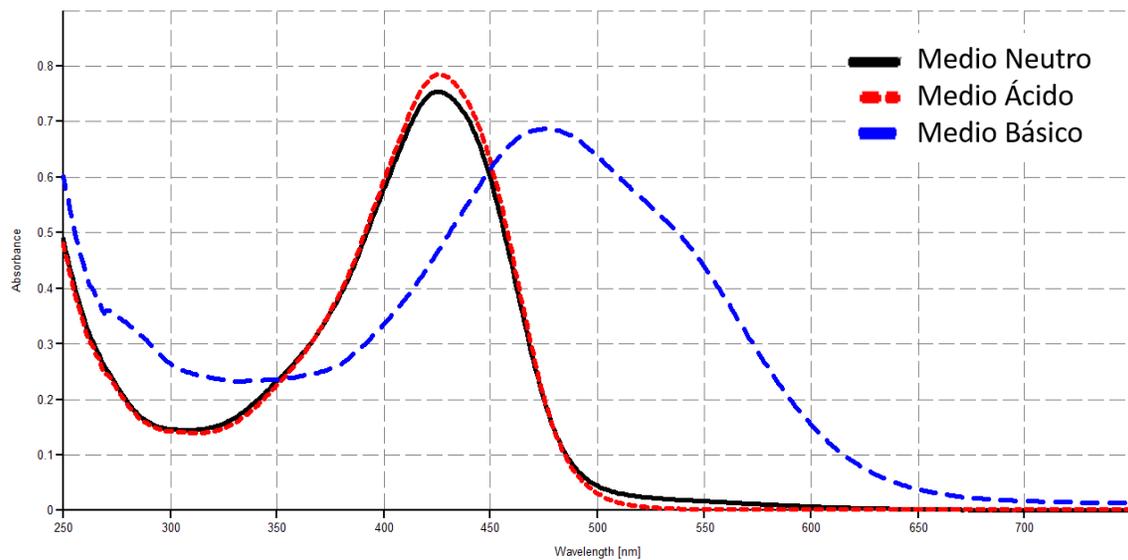
Técnica	MP	Solvente	Medio Neutro	Medio Ácido	Medio Básico
DC	MP-3	H ₂ O			
		H ₂ O: EtOH			
		EtOH			

Anexo C: Espectros de UV-VIS de las pruebas organolépticas

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FA-4 (MP-1, BUS, H₂O)

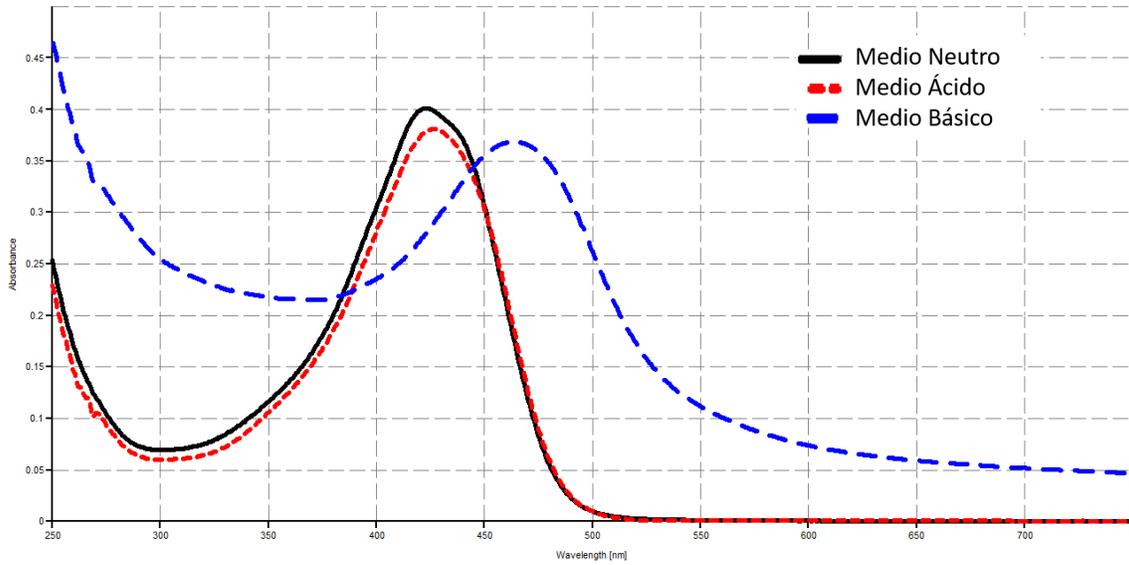


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FAE-4 (MP-1, BUS, H₂O: EtOH)

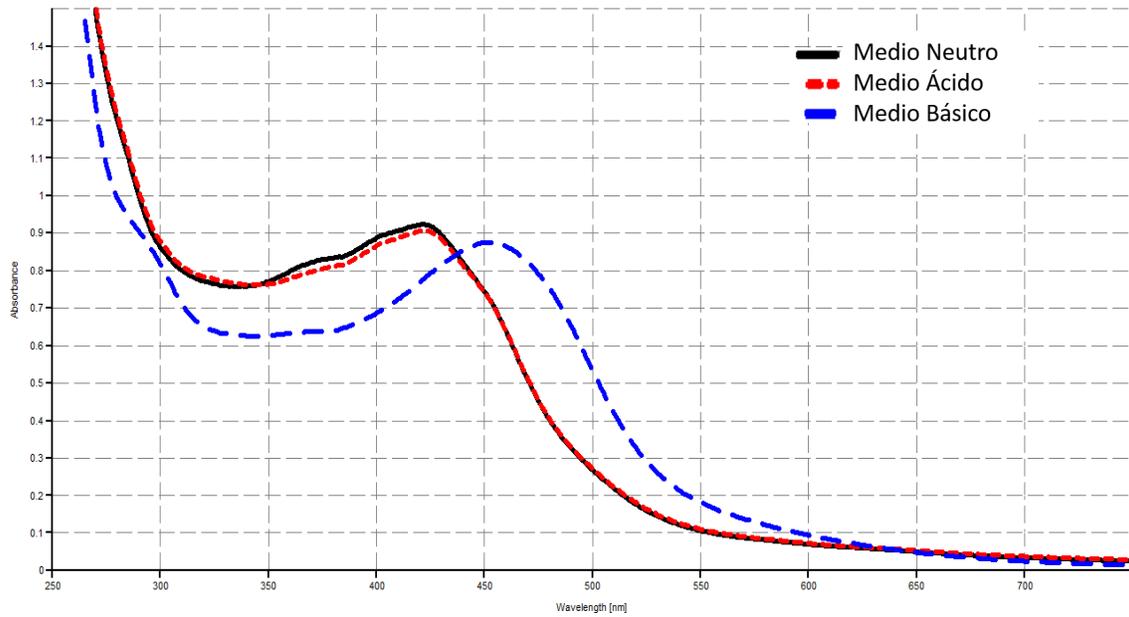


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FE-4 (MP-1, BUS, EtOH)

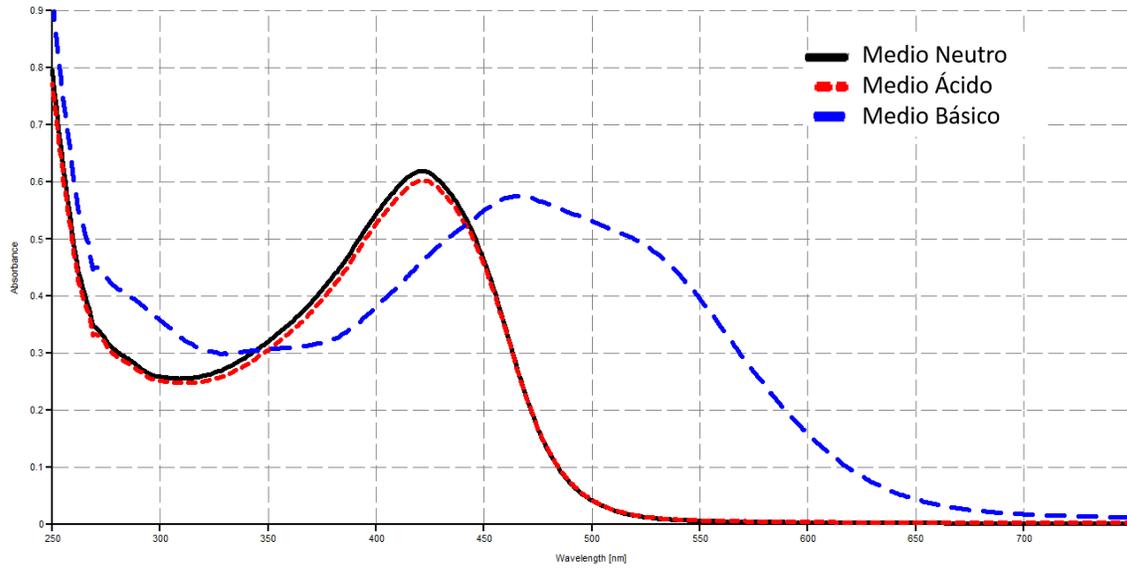


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FA-5 (MP-2, BUS, H₂O)

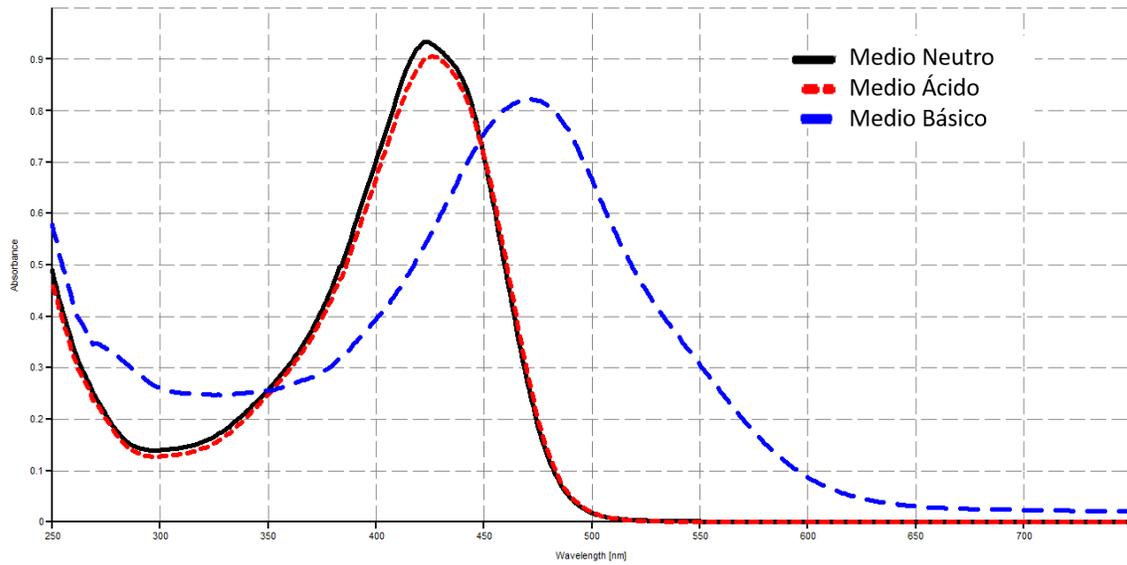


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FAE-5 (MP-2, BUS, H₂O: EtOH)

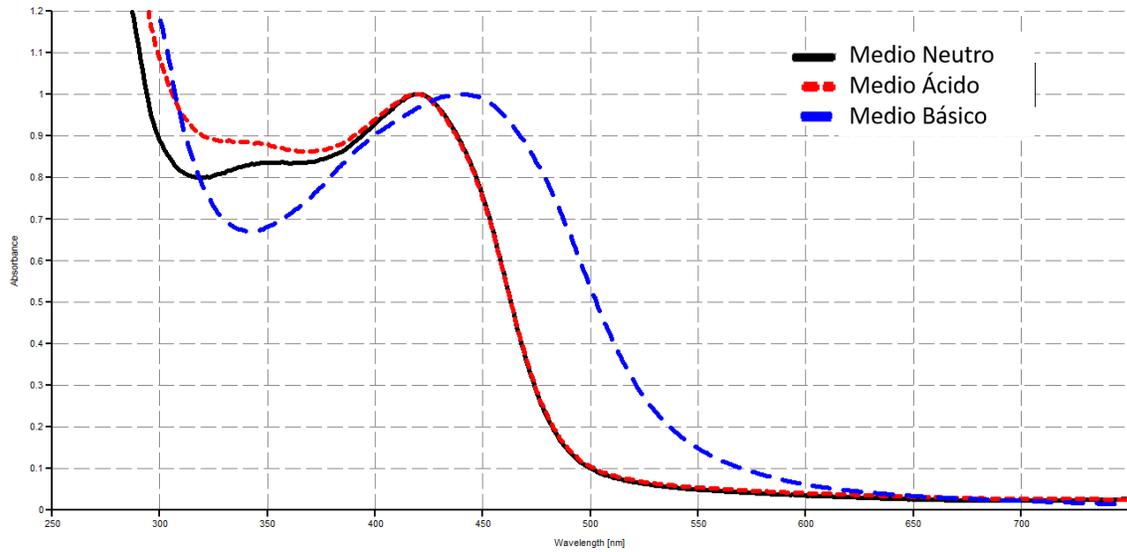


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FE-5 (MP-2, BUS, EtOH)

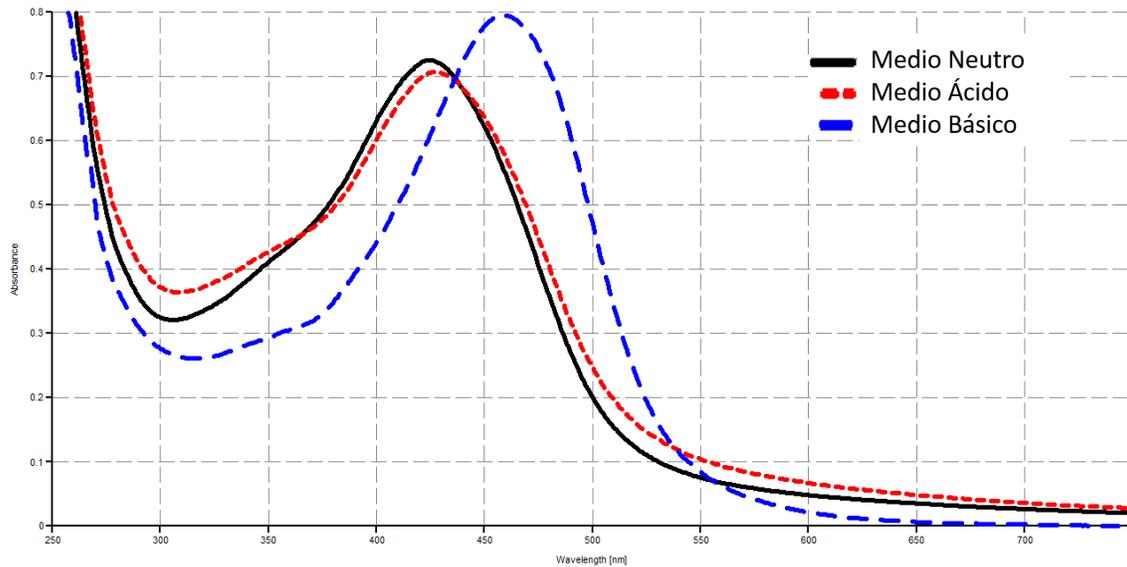


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FA-6 (MP-3, BUS, H₂O)

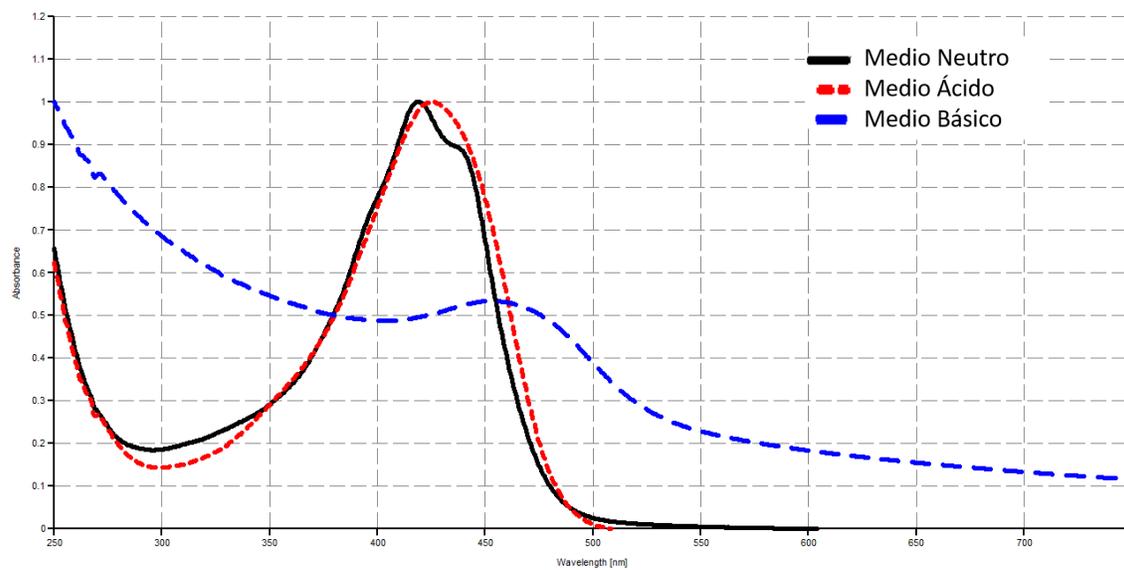


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FAE-6 (MP-3, BUS, H₂O: EtOH)

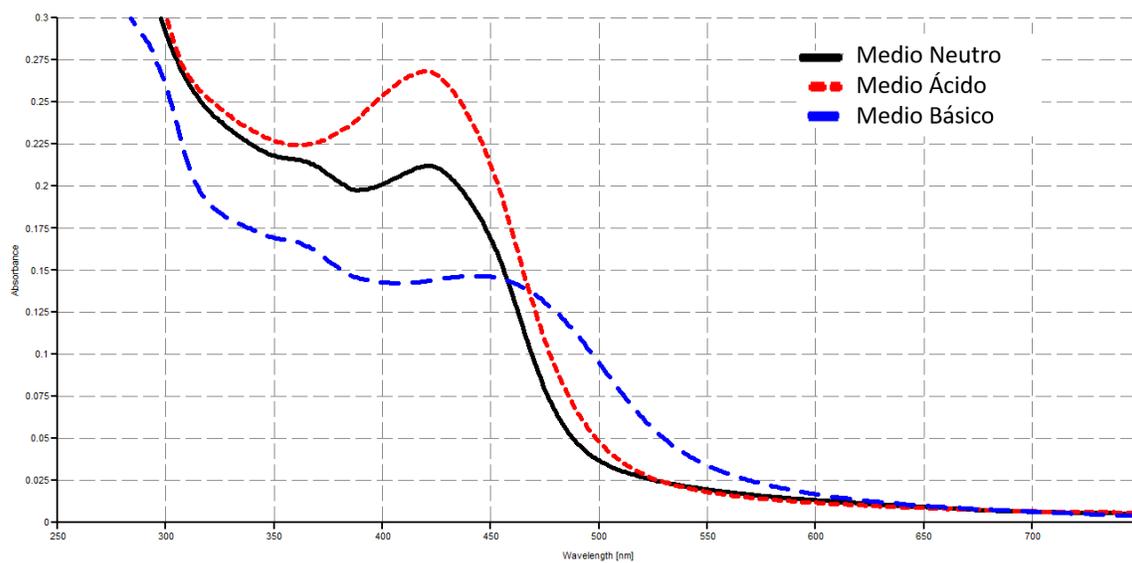


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FE-6 (MP-3, BUS, EtOH)

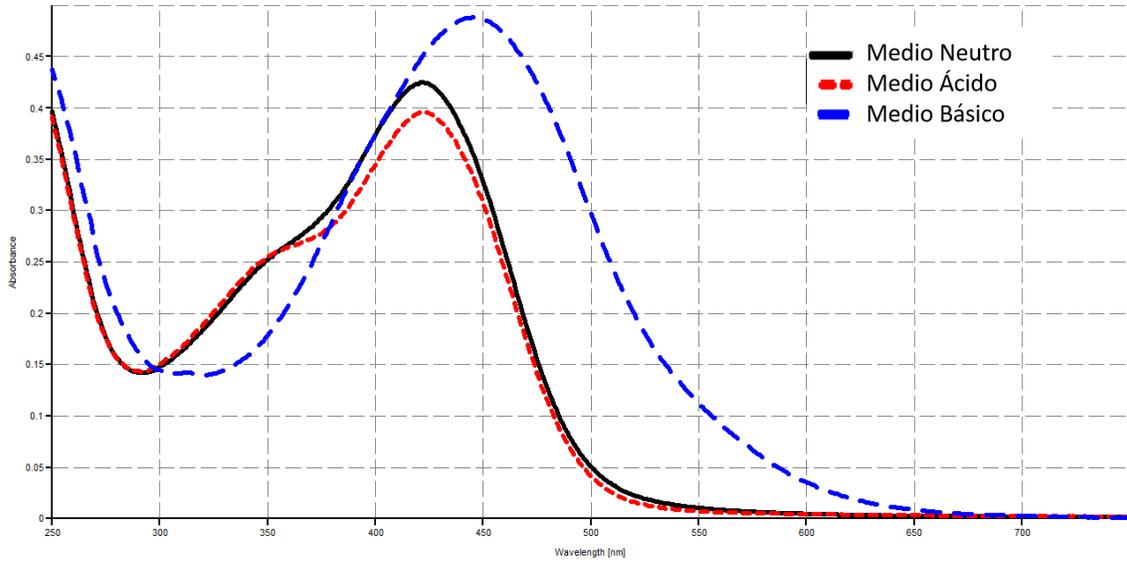


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FA-10 (MP-1, DC, H₂O)

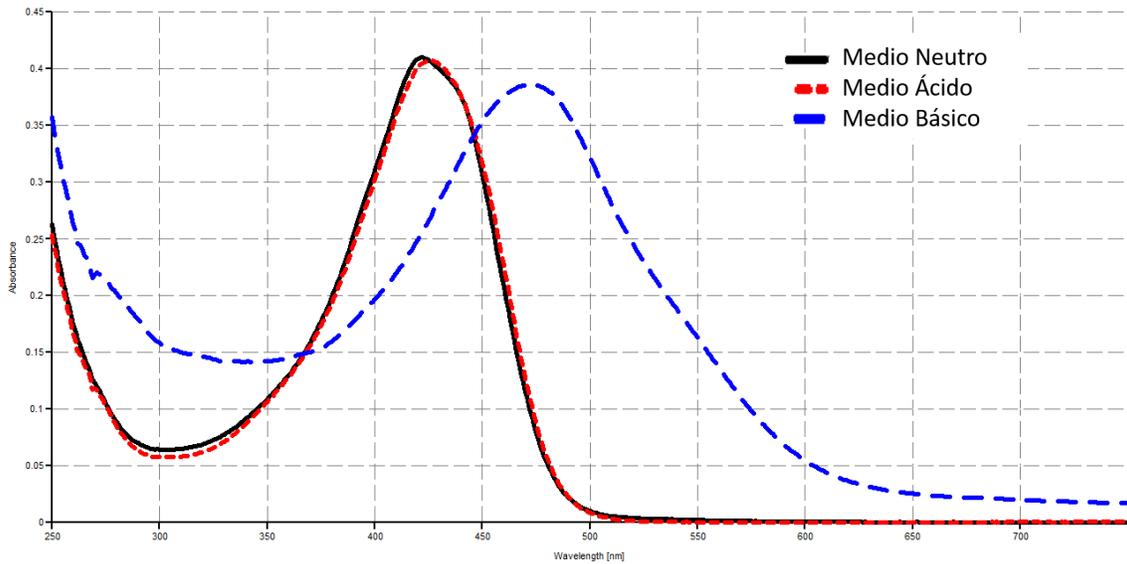


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FAE-10 (MP-1, DC, H₂O: EtOH)

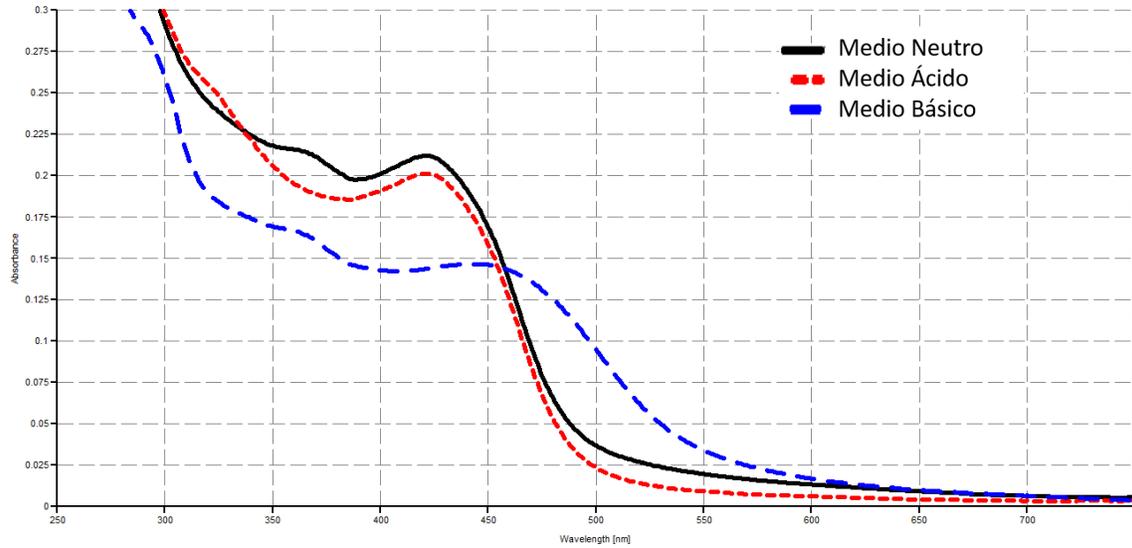


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FE-10 (MP-1, DC, EtOH)

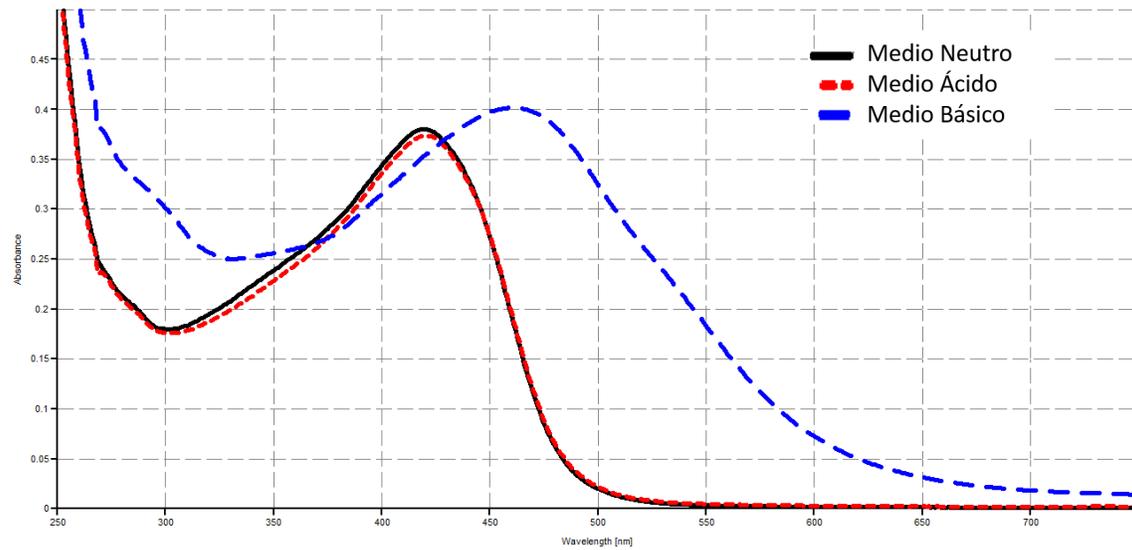


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FA-11 (MP-2, DC, H₂O)

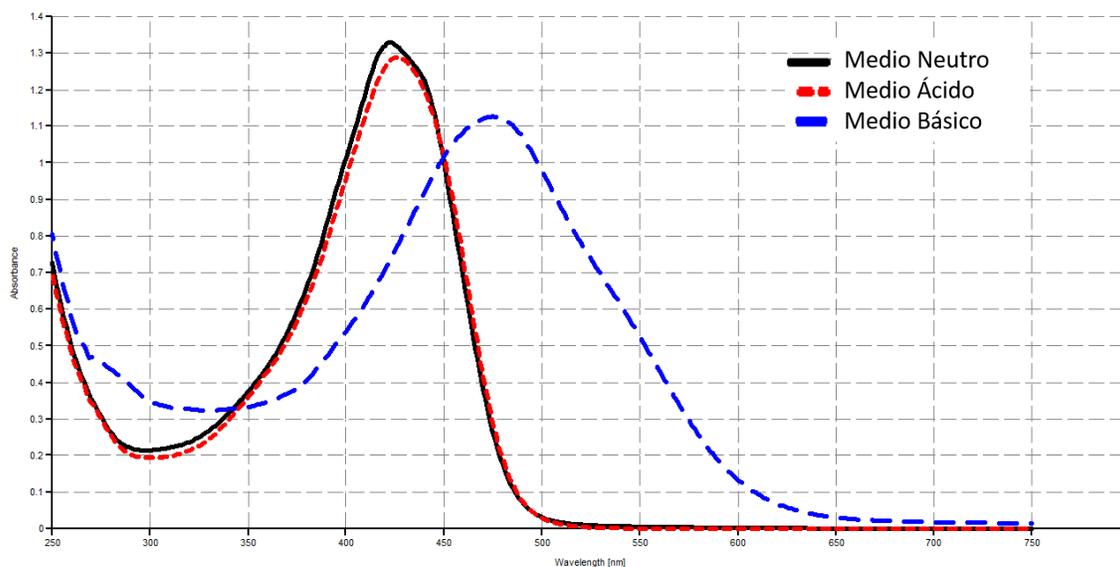


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FAE-11 (MP-2, DC, H₂O: EtOH)

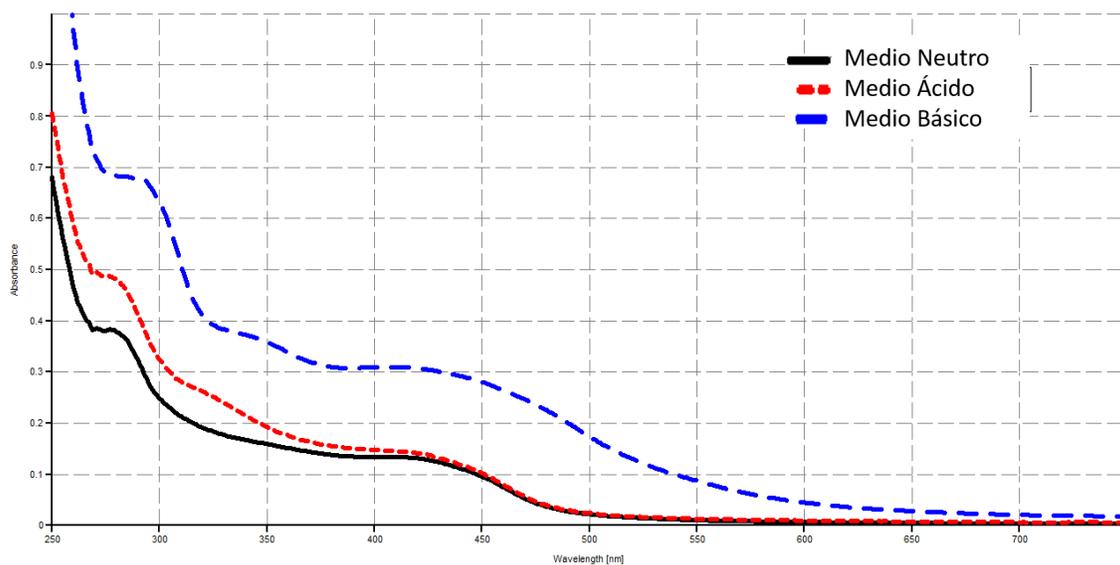


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FE-11 (MP-2, DC, EtOH)

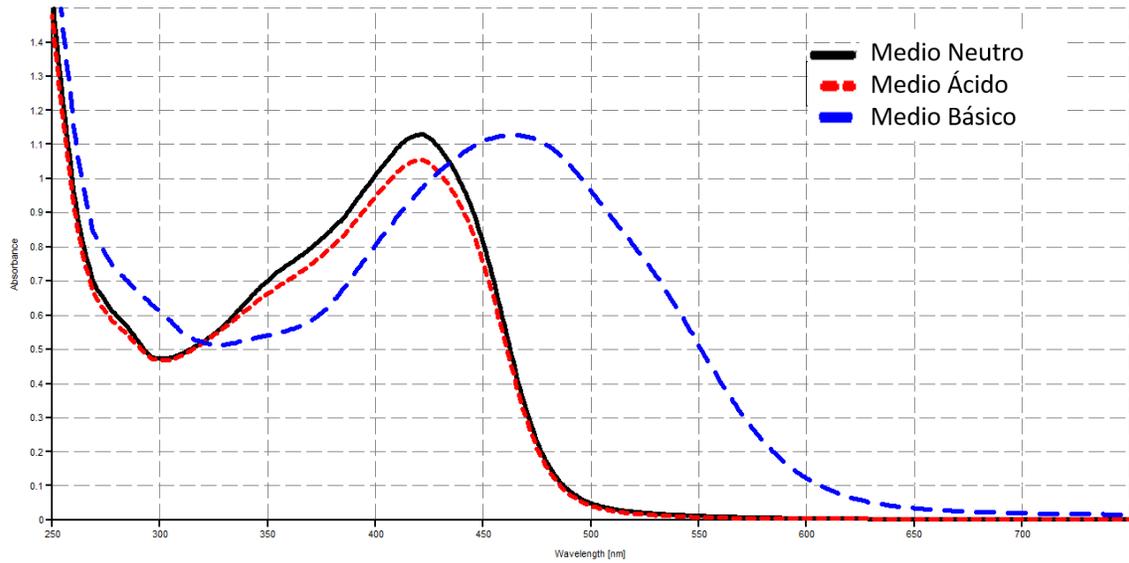


Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FA-12 (MP-3, DC, H₂O)

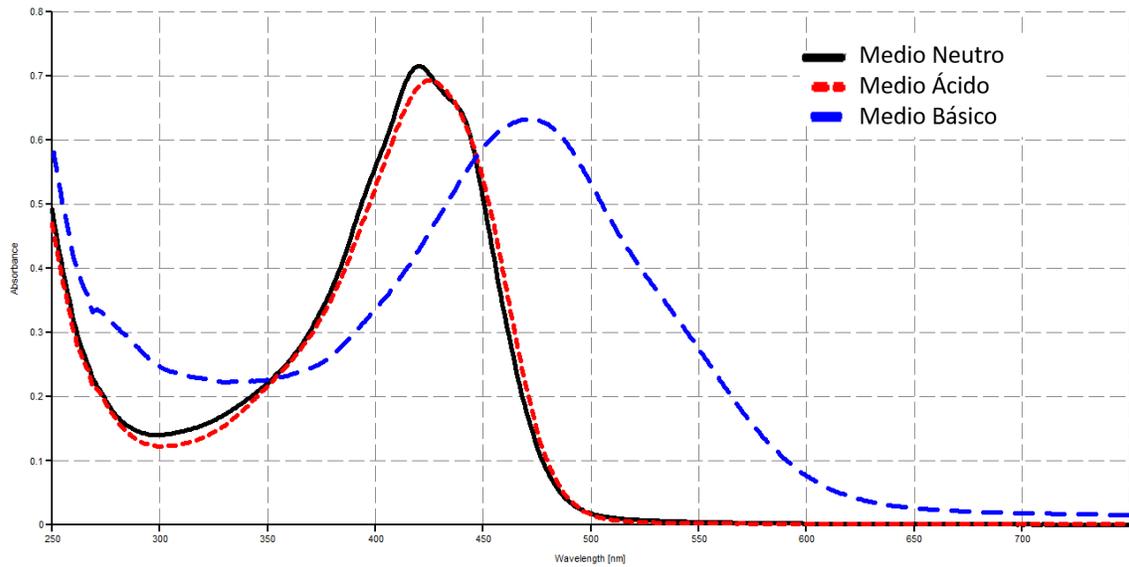


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FAE-12 (MP-3, DC, H₂O: EtOH)



Espectro UV-VIS de la prueba organoléptica de FE-12 (MP-3, DC, EtOH)

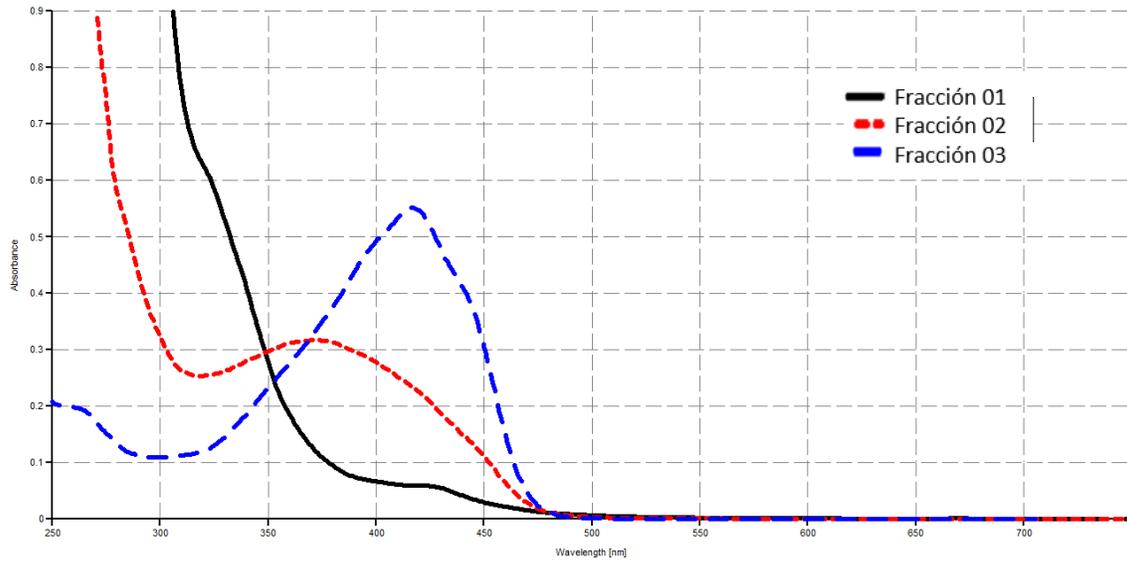


Anexo D: Fotos TLC extracción

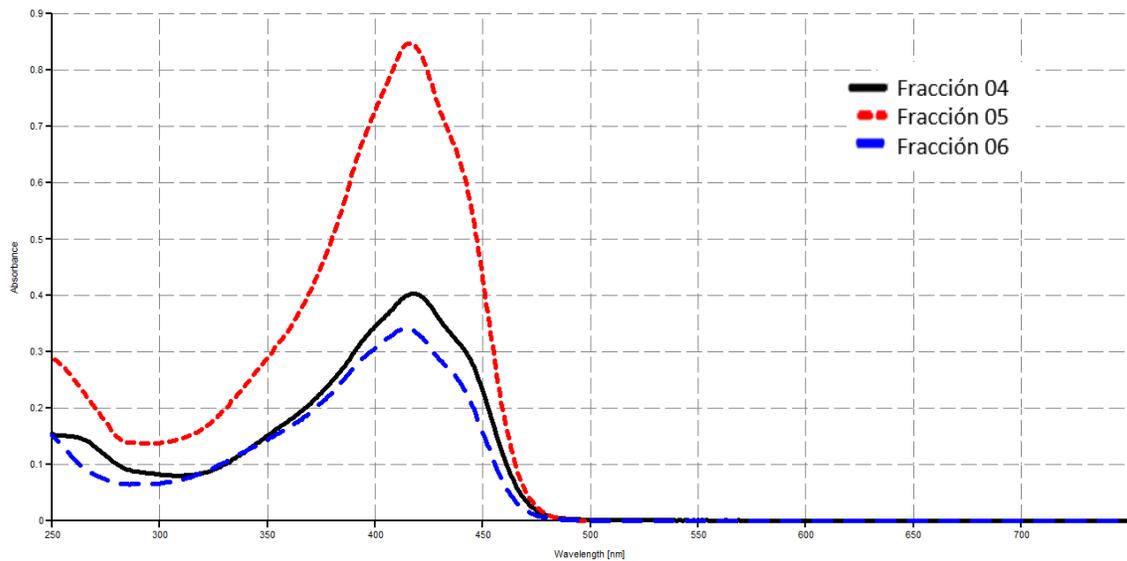
Extracción	Revelador		
	Visible	UV (350 nm)	UV (254 nm)
FA-5 FAE-5 FE-5			
FA-5 FE-5 FA-11 FE-11			
FE-4 FE-10 FE-6 FE-12			

Anexo E: Espectros de UV-VIS de la cromatografía en columna

Espectro UV-VIS de FCC-1, FCC-2 y FCC-3

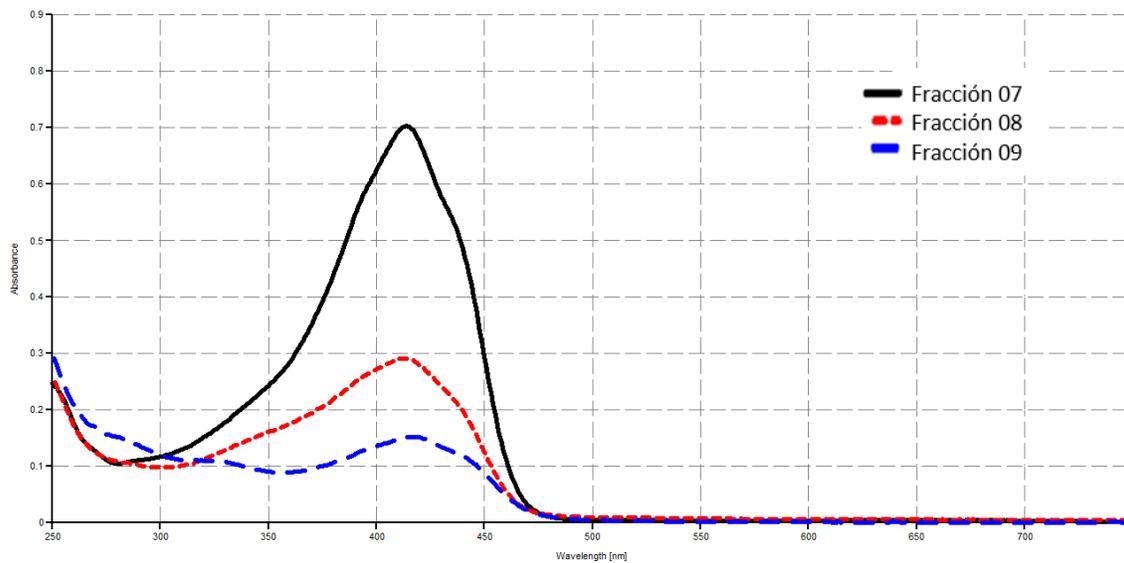


Espectro UV-VIS de FCC-4, FCC-5 y FCC-6

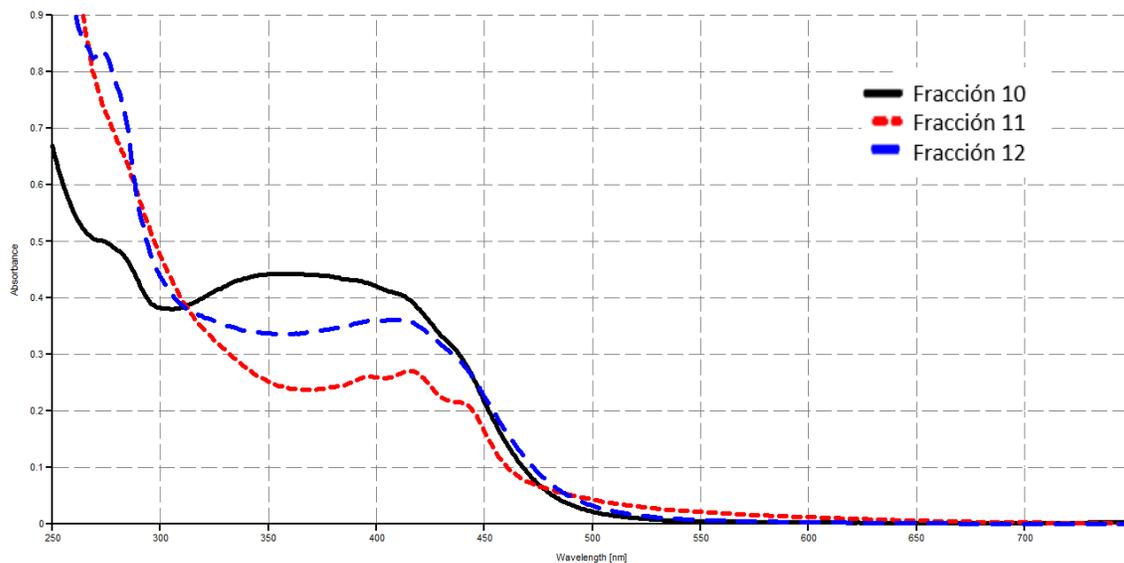


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de FCC-7, FCC-8 y FCC-9

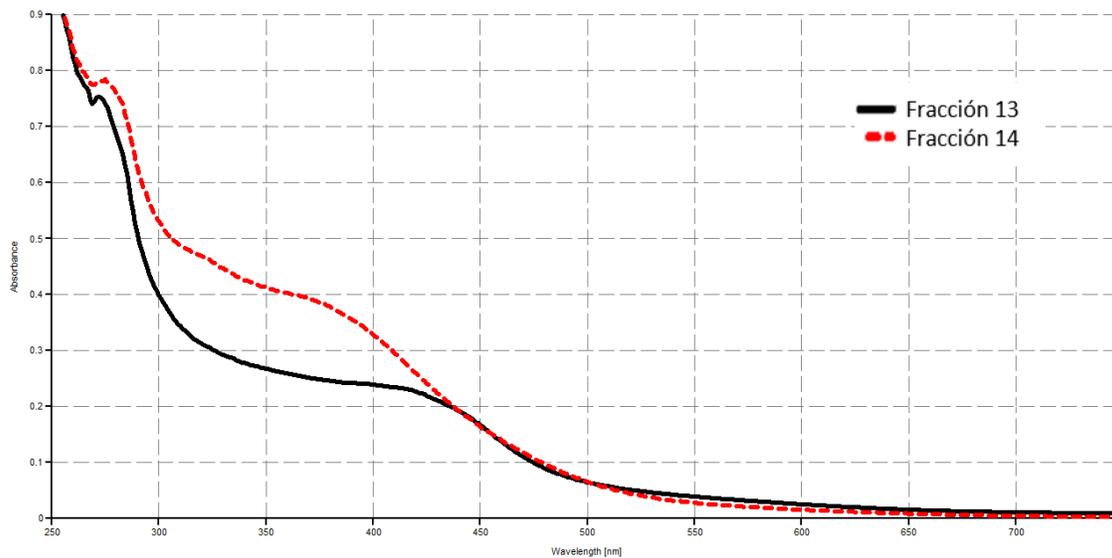


Espectro UV-VIS de FCC-10, FCC-11 y FCC-12



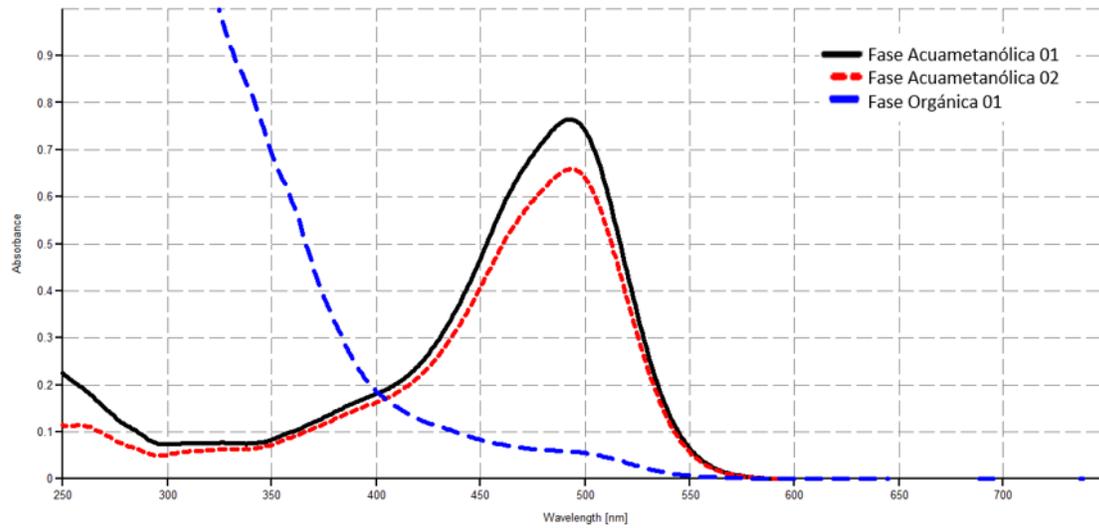
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

Espectro UV-VIS de FCC-13 y FCC-14

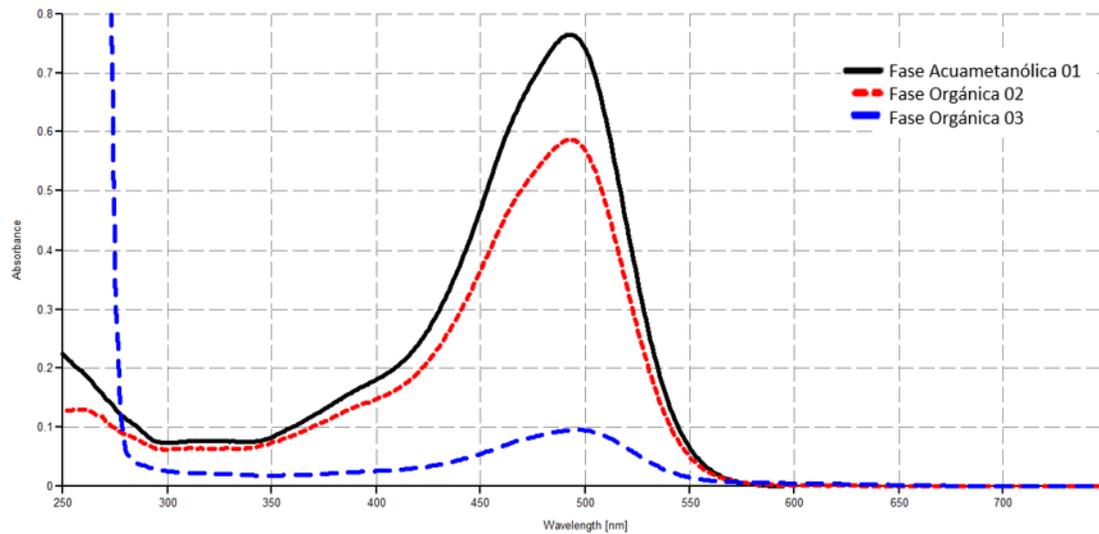


Anexo F: Espectros de UV-VIS de la metilación

Espectro UV-VIS de FAM-1, FAM-2 y FO-1

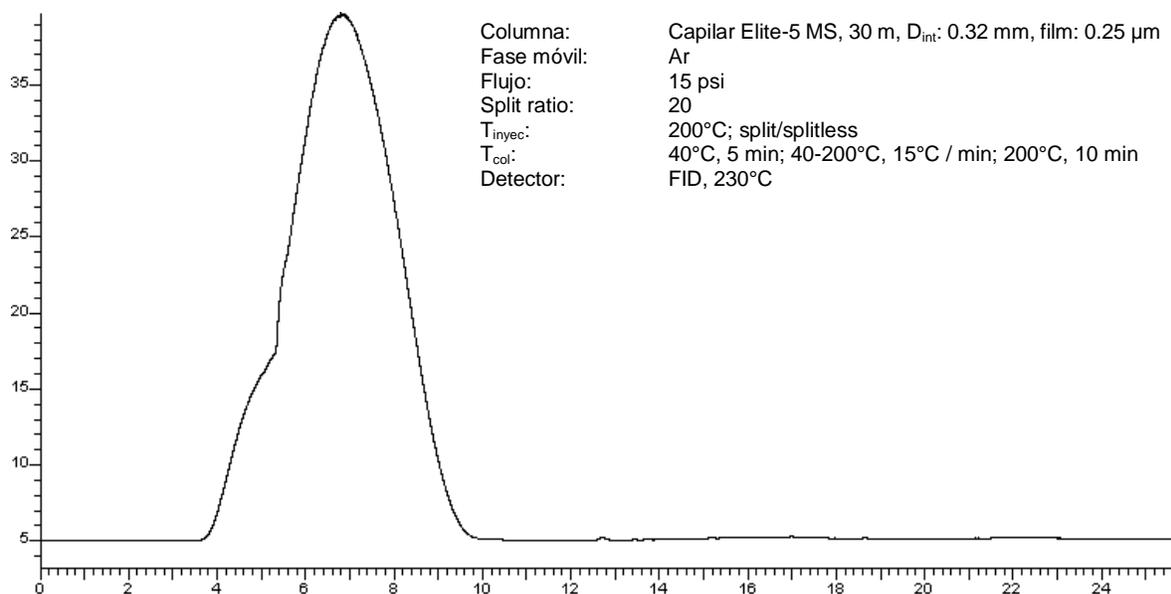


Espectro UV-VIS de FAM-1, FO-2 y FO-3

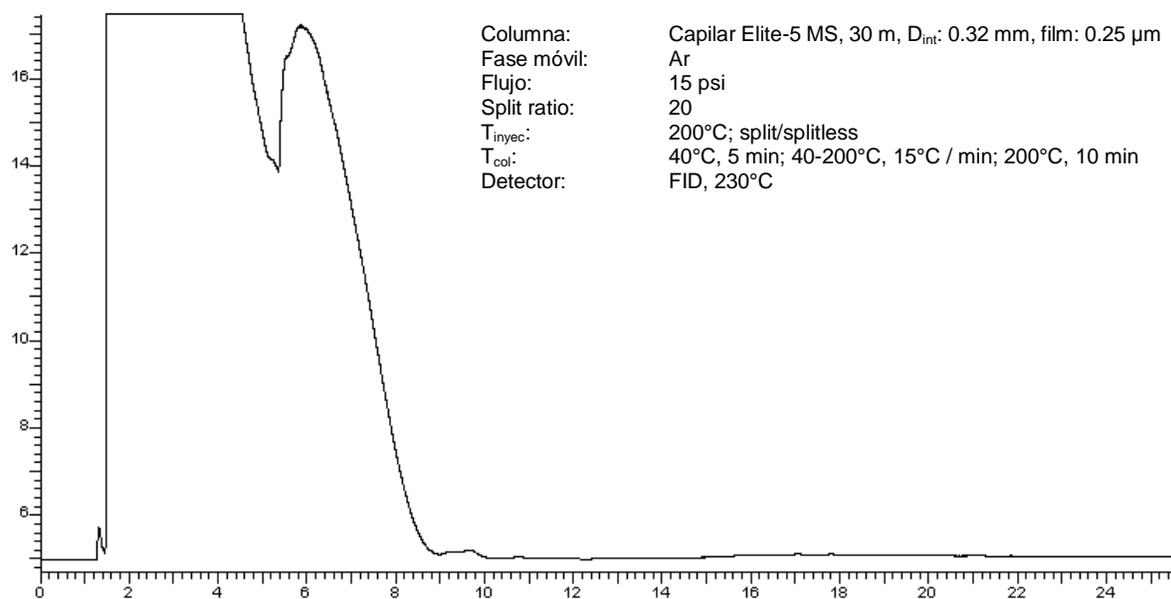


Anexo G: Cromatogramas

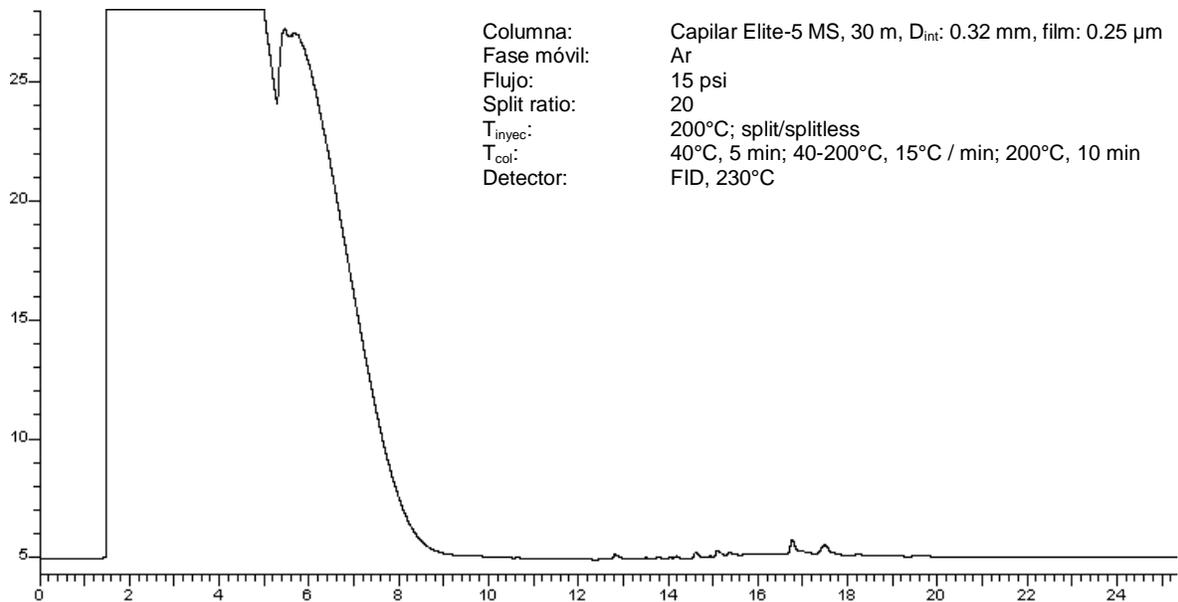
Cromatograma FO-3



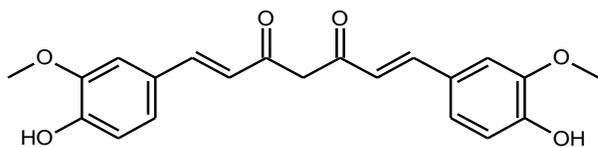
Cromatograma FO-4



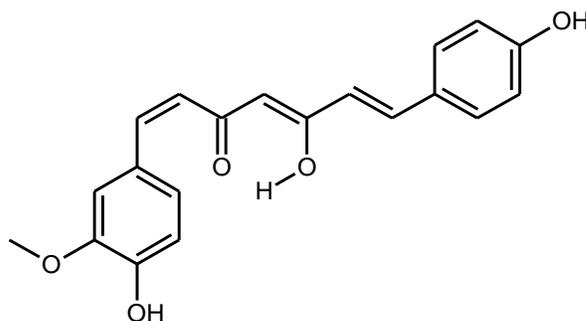
Cromatograma FO-5



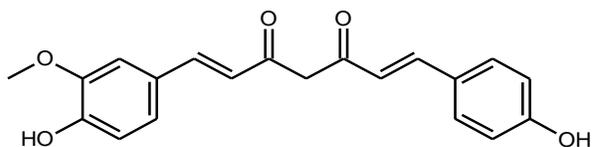
Anexo H: Estructuras moleculares



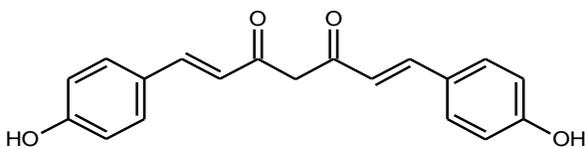
1
Curcumina
 $C_{21}H_{20}O_6$
P. M.: 368



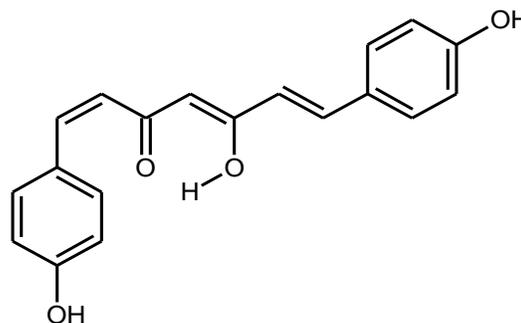
5
Desmetoxicurcumina
 $C_{20}H_{18}O_5$
P. M.: 338



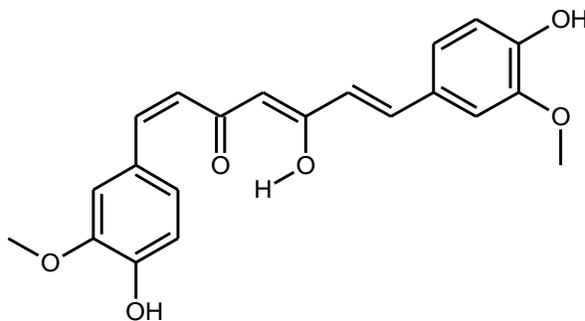
2
Desmetoxicurcumina
 $C_{20}H_{18}O_5$
P. M.: 338



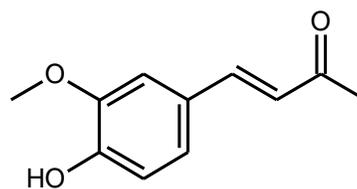
3
Bidesmetoxicurcumina
 $C_{19}H_{16}O_4$
P. M.: 308



6
Bidesmetoxicurcumina
 $C_{19}H_{16}O_4$
P. M.: 308

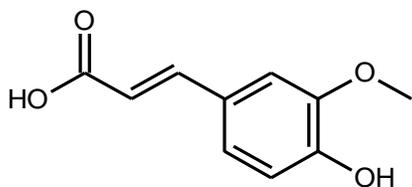


4
Curcumina
 $C_{21}H_{20}O_6$
P. M.: 368

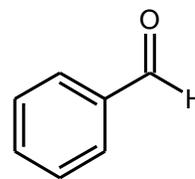


7
Feruloilmetano
 $C_{11}H_{12}O_3$
P. M.: 192

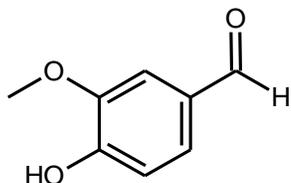
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



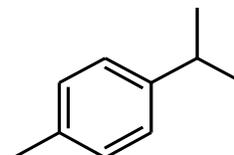
8
Ácido ferúlico
 $C_{10}H_{10}O_4$
P. M.: 194



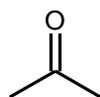
13
Benzaldehído
 C_7H_6O
P. M.: 106



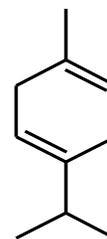
9
Vainillina
 $C_8H_8O_3$
P. M.: 152



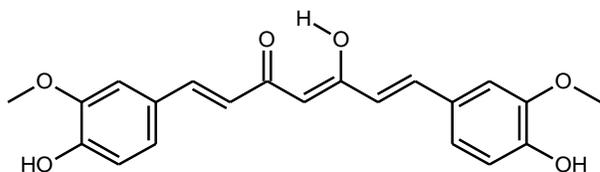
14
p-Cimeno
 $C_{10}H_{14}$
P. M.: 134



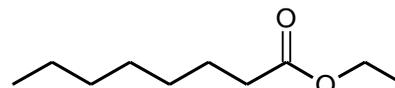
10
Acetona
 C_3H_6O
P. M.: 58



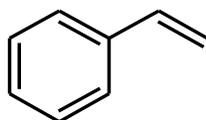
15
 γ -Terpineno
 $C_{10}H_{16}$
P. M.: 136



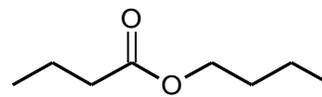
11
Curcumina
 $C_{21}H_{20}O_6$
P. M.: 368



16
Caprilato de etilo
 $C_{10}H_{20}O_2$
P. M.: 172



12
Estireno
 C_8H_8
P. M.: 104

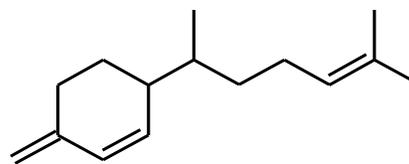


17
Butanoato de butilo
 $C_8H_{16}O_2$
P. M.: 144

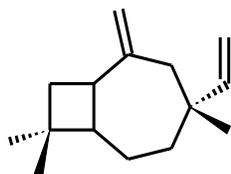
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



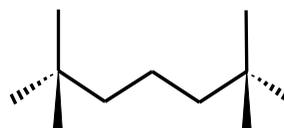
18
Tetradecano
 $C_{14}H_{30}$
P. M.: 198



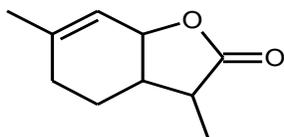
23
 β -Sesquifelandreno
 $C_{15}H_{24}$
P. M.: 204



19
2-Metilen-4,8,8-trimetil-4-vinil-biciclo
[5,2,0] nonano
 $C_{15}H_{24}$
P. M.: 204



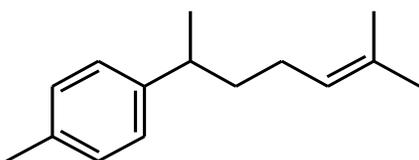
24
2,2,6,6-Tetrametilheptano
 $C_{11}H_{24}$
P. M.: 156



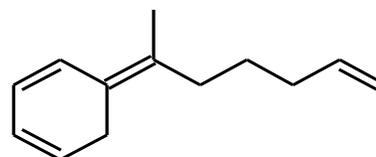
20
Lactona del vino
 $C_{10}H_{14}O_2$
P. M.: 166



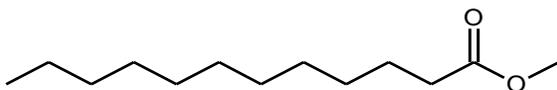
25
Hexadecano
 $C_{16}H_{34}$
P. M.: 226



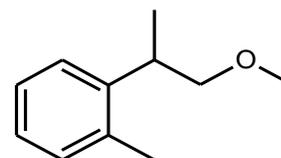
21
Ar-Curcumeno
 $C_{15}H_{22}$
P. M.: 202



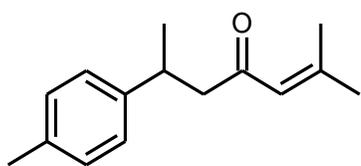
26
5-(hept-6-en-2-iliden) ciclohexa-1,3-
dieno
 $C_{13}H_{18}$
P. M.: 174



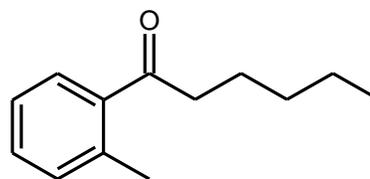
22
Dodecanoato de metilo
 $C_{13}H_{26}O_2$
P. M.: 214



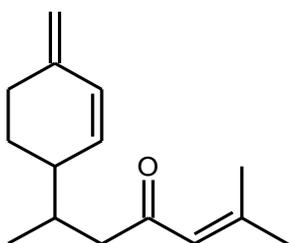
27
1-(1-Metil-2-metoxi-etil)-2-metilbenceno
 $C_{11}H_{16}O$
P. M.: 164



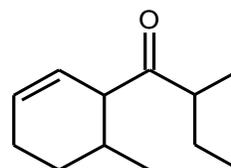
28
Ar-Turmerona
 $C_{15}H_{20}O$
P. M.: 216



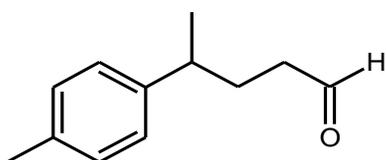
32
1-(2-metilfenil)-hexantan-1-ona
 $C_{13}H_{18}O$
P. M.: 190



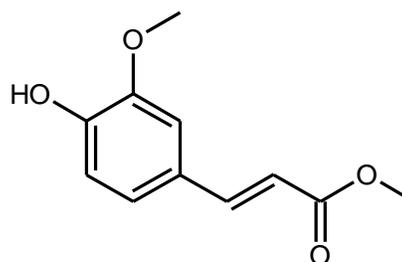
29
Curlona
 $C_{15}H_{22}O$
P. M.: 218



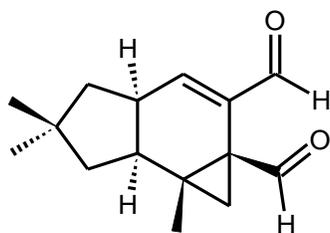
33
2-metil-1-(6-metilciclohex-2-en-1-il)
butan-1-ona
 $C_{12}H_{20}O$
P. M.: 180



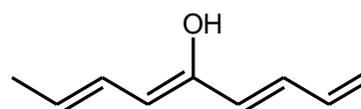
30
4-(4-metil-bencen)-pentanal
 $C_{12}H_{16}O$
P. M.: 176



34
Metil Ferulato
 $C_{11}H_{12}O_4$
P. M.: 208

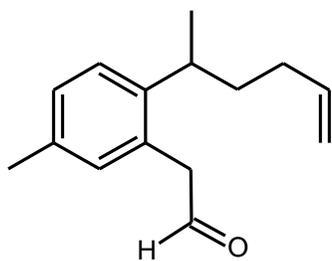


31
Isovelleral
 $C_{15}H_{20}O_2$
P. M.: 232



38
Nona-1, 3, 5, 7-tetraen-5-ol
 $C_9H_{12}O_4$
P. M.: 136

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



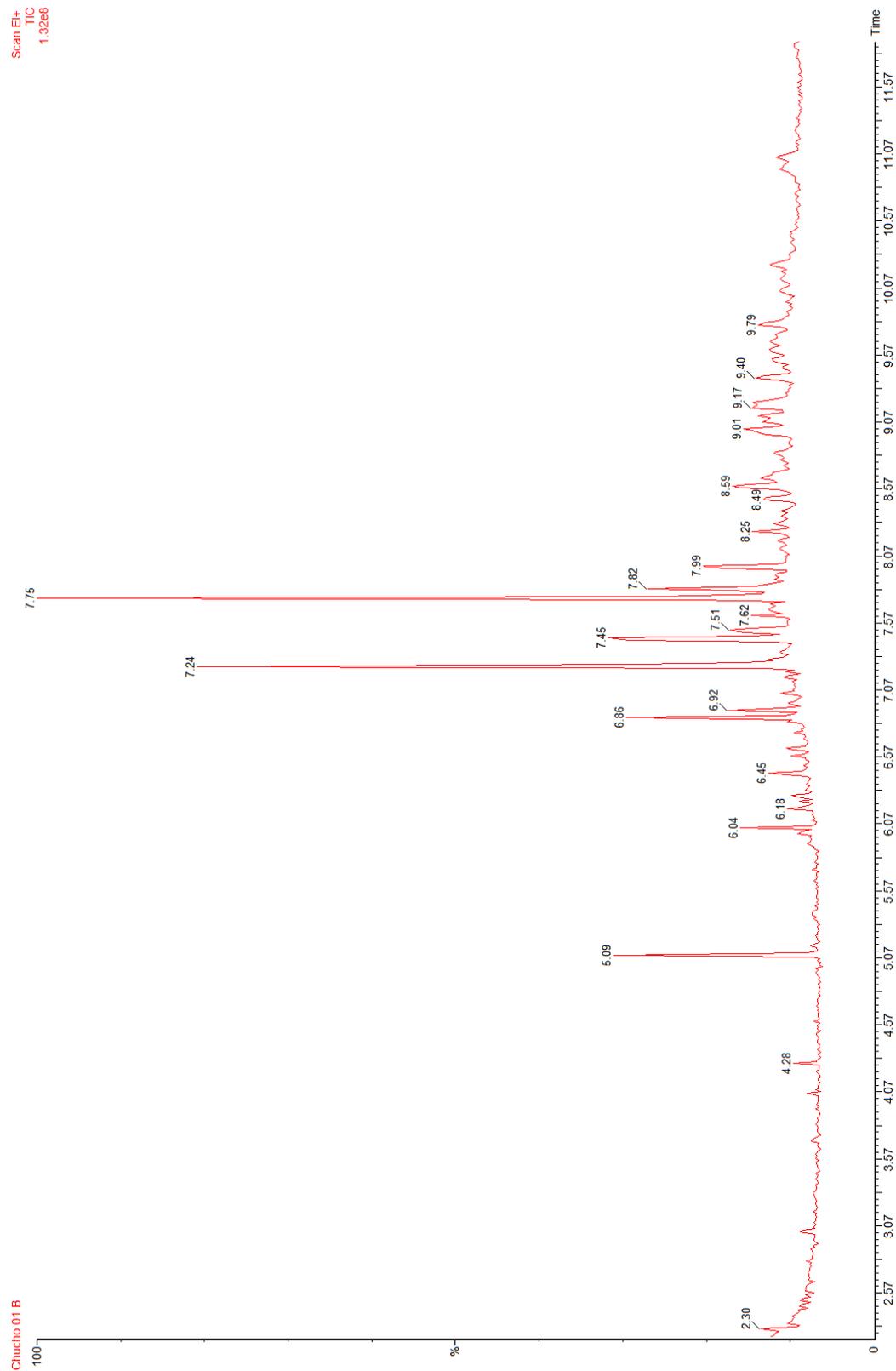
36

[2-(hex-5-en-2-il)-5-metil-fenil]
acetaldehído

$C_{15}H_{20}O$

P. M. 216

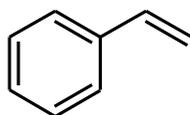
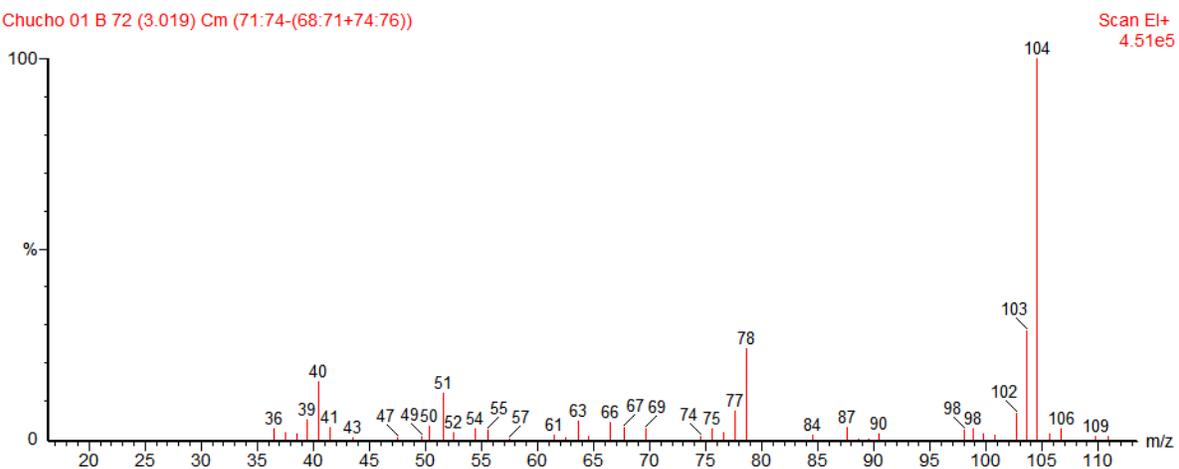
Anexo I: Fragmentograma de FO-5



Anexo J: Interpretación de los espectros de masas

Espectro 1

Chucho 01 B 72 (3.019) Cm (71:74-(68:71+74:76))

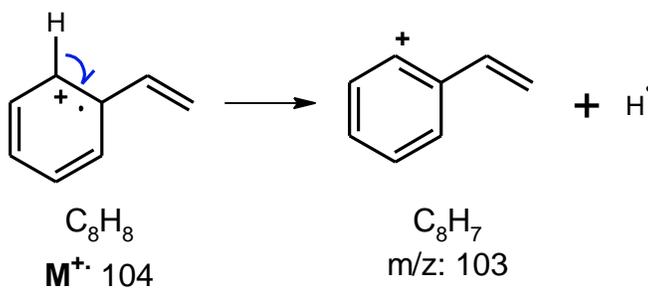


12

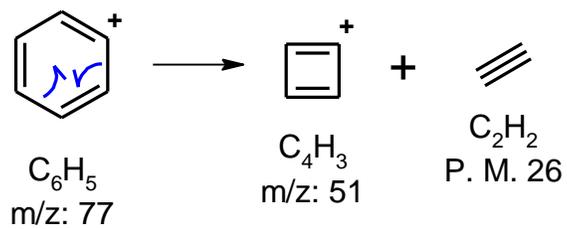
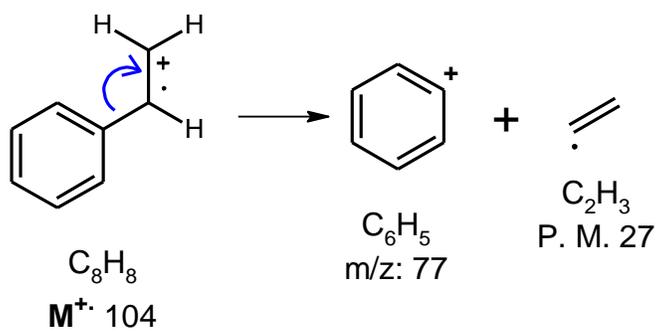
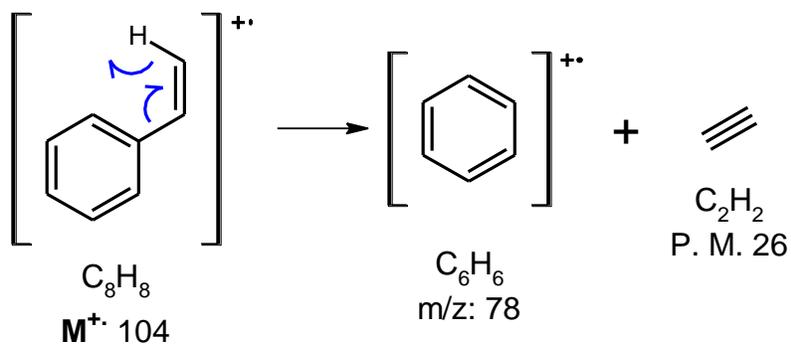
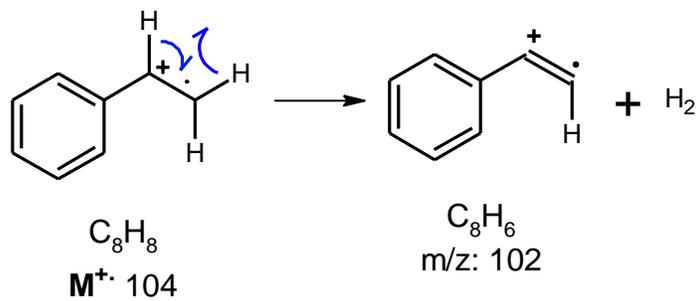
Estireno

C_8H_8

M^+ 104

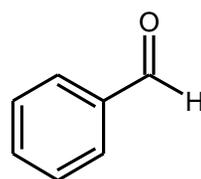
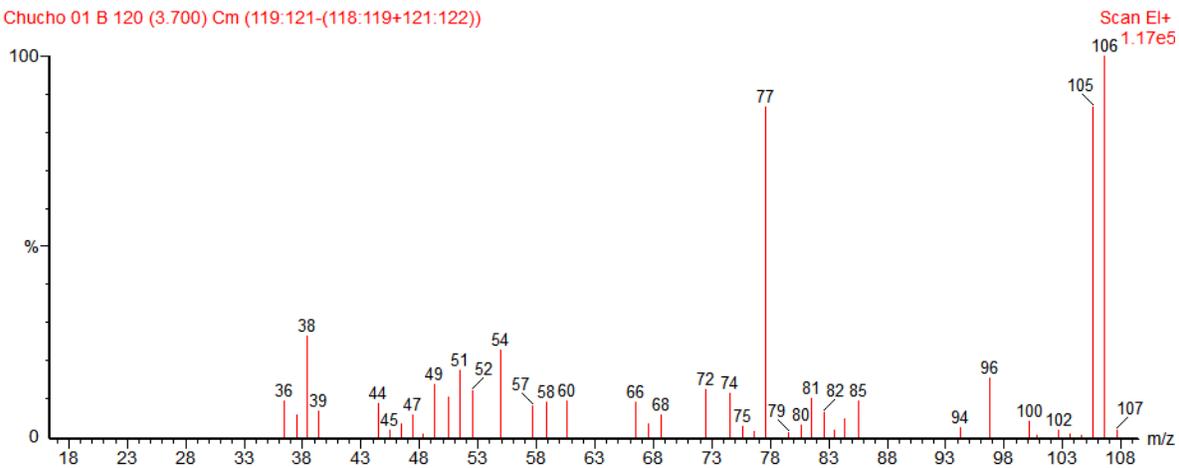


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

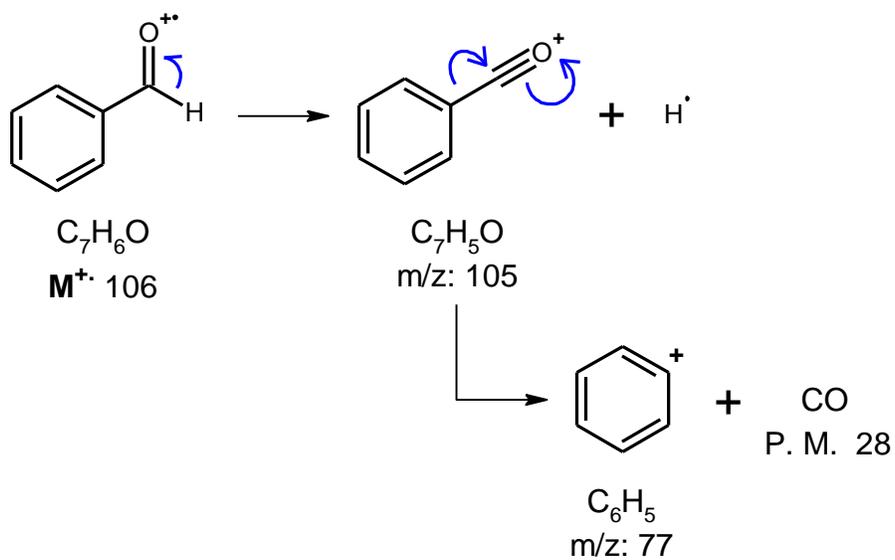


Espectro 2

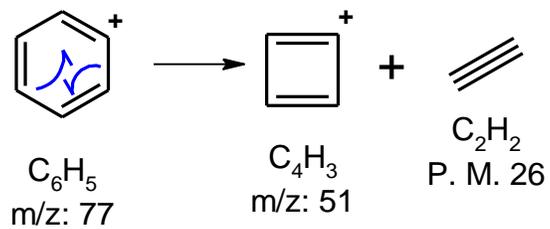
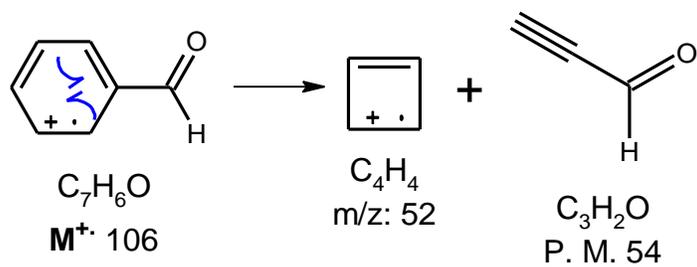
Chucho 01 B 120 (3.700) Cm (119:121-(118:119+121:122))



13
Benzaldehído
 C_7H_6O
 M^+ 106



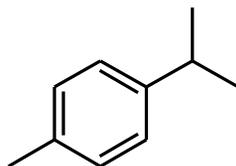
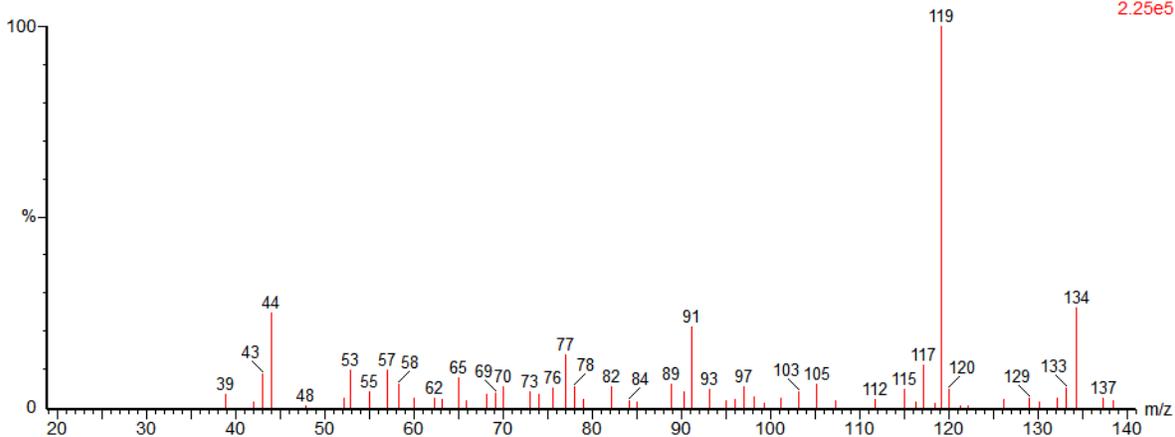
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



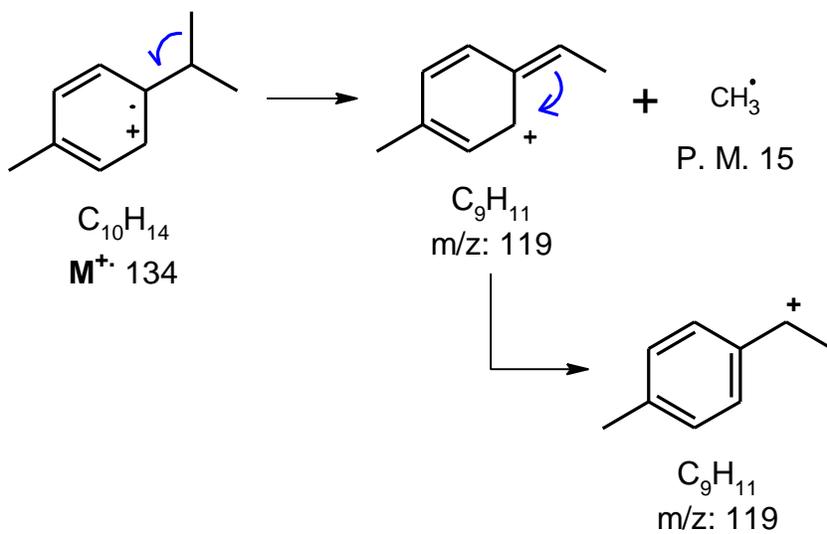
Espectro 3

Chucho 01 B 145 (4.054) Cm (144:146-(146+143:144))

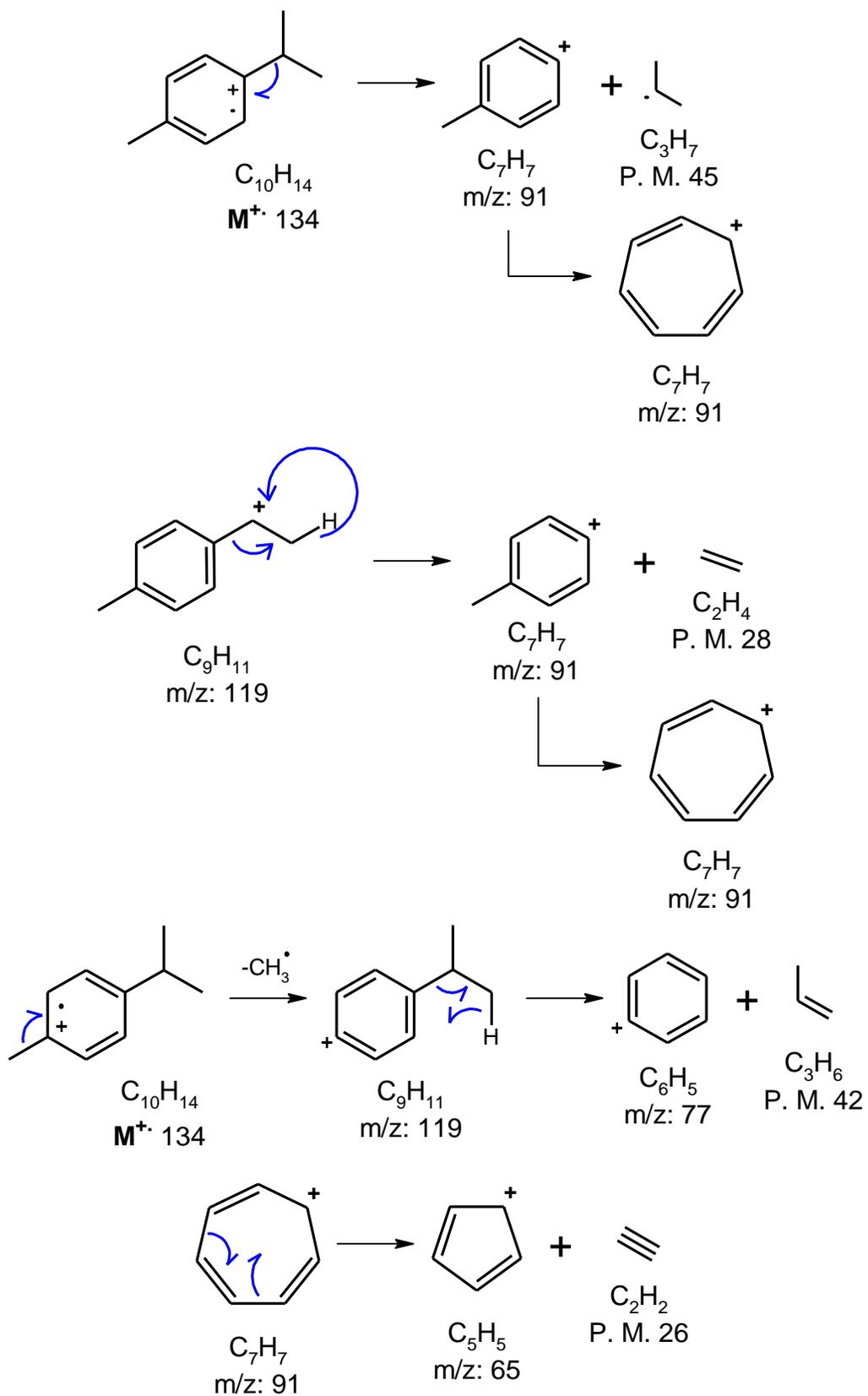
Scan EI+
2.25e5



14
p-Cimeno
 $C_{10}H_{14}$
 M^+ 134



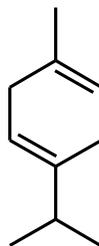
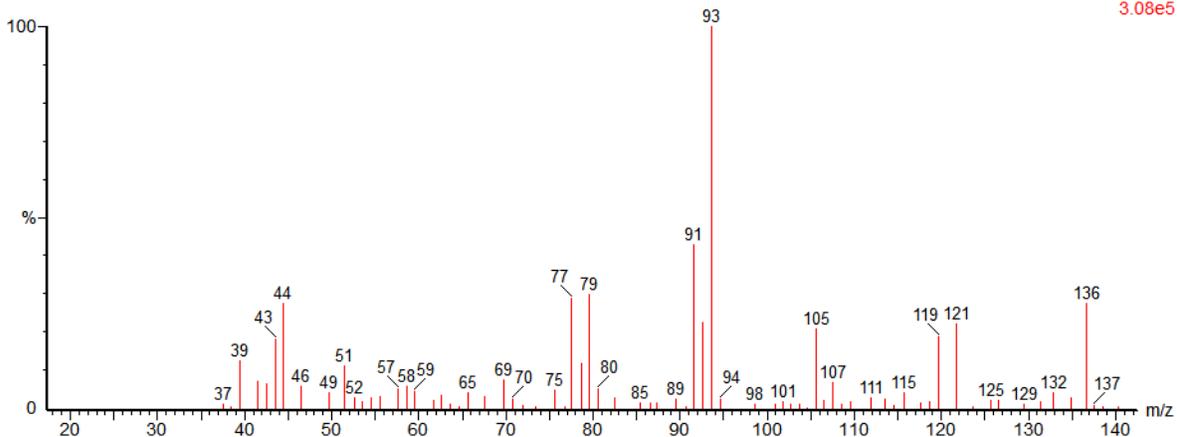
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 4

Chucho 01 B 161 (4.280) Cm (160:162-(162:163+158:160))

Scan EI+
3.08e5

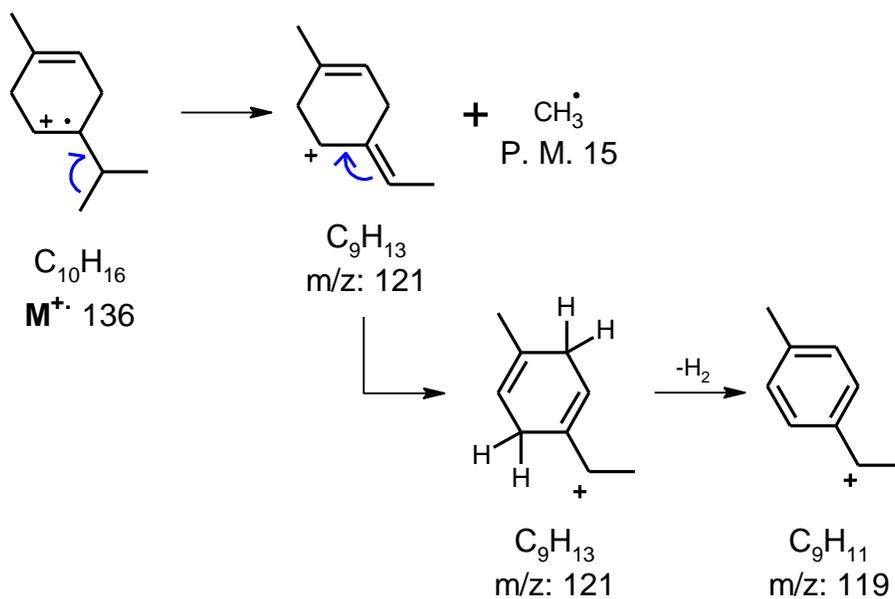


15

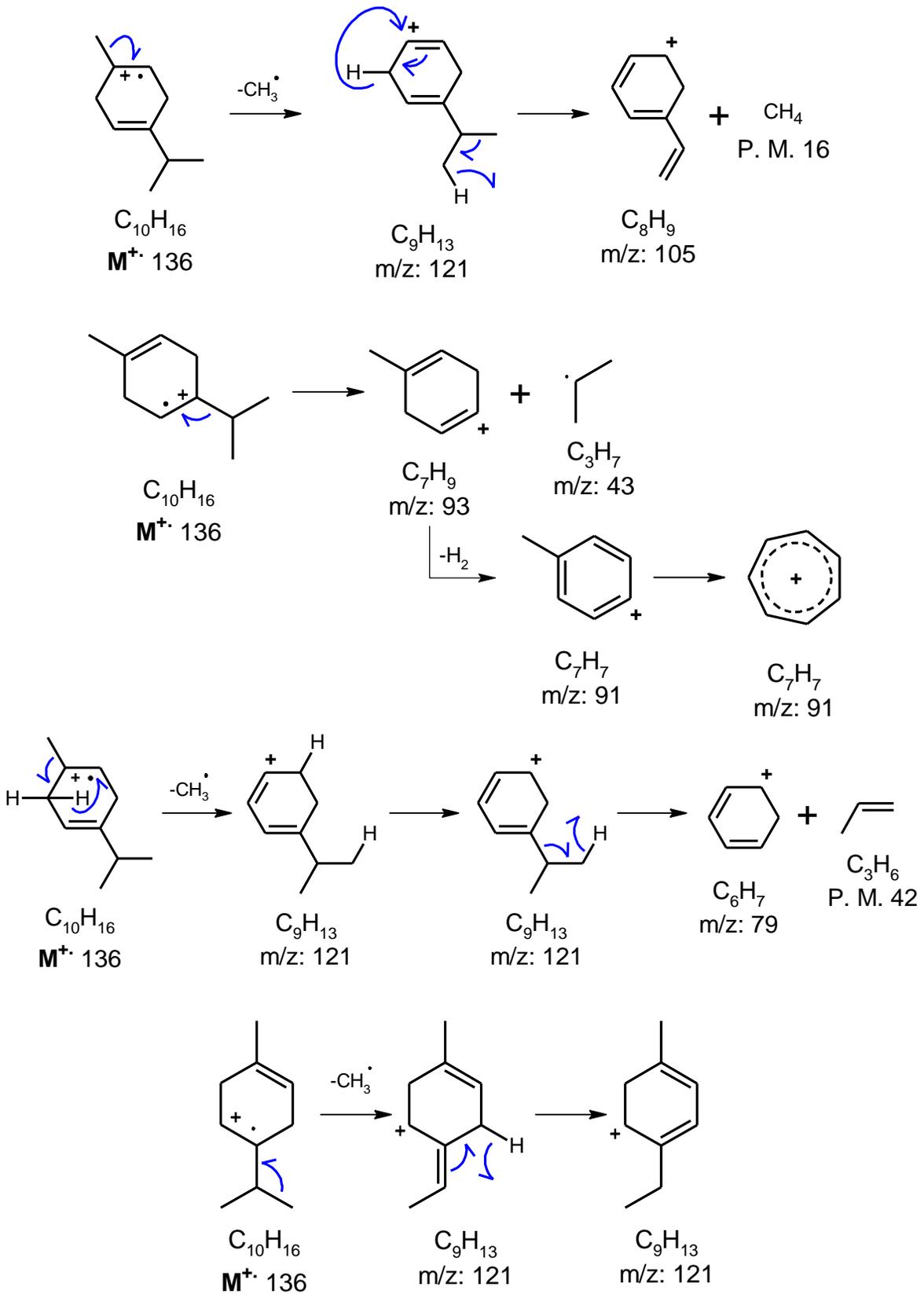
γ -Terpineno

$C_{10}H_{16}$

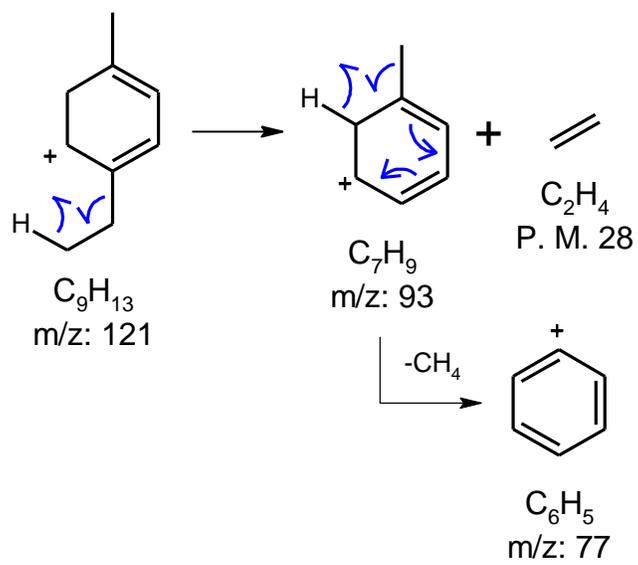
M^+ 136



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



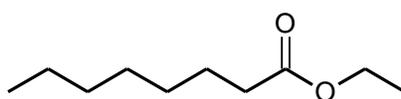
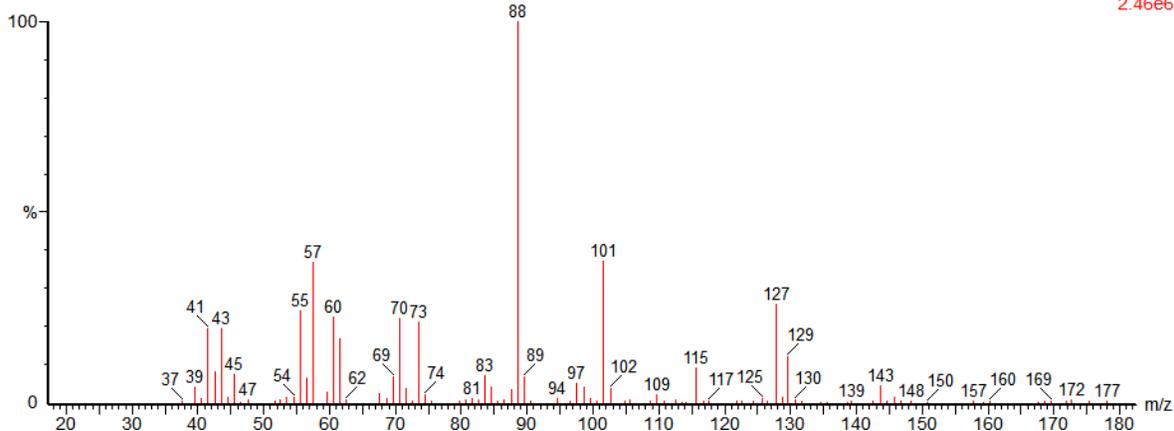
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 5

Chucho 01 B 218 (5.088) Cm (217:219-(215:216+220:222))

Scan EI+
2.46e6

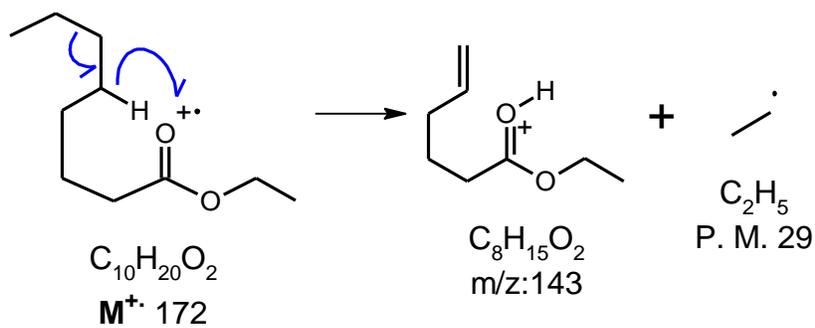
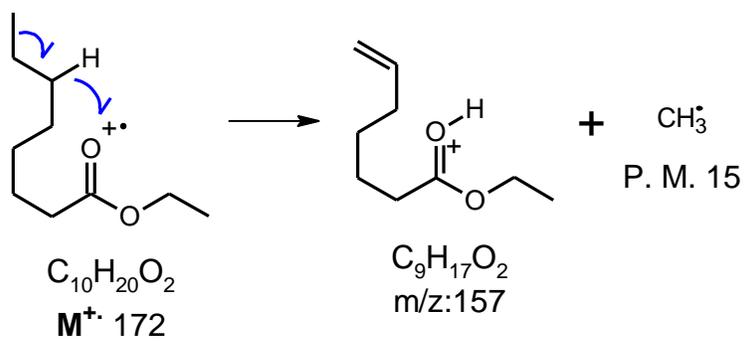


16

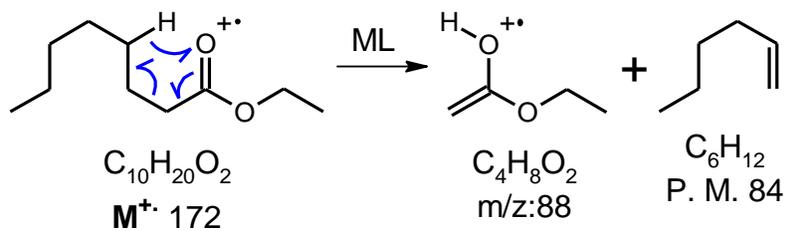
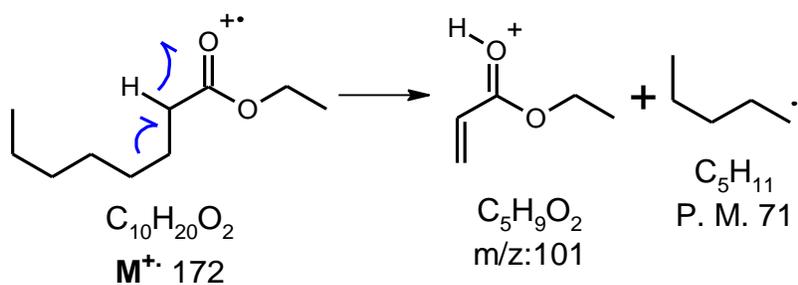
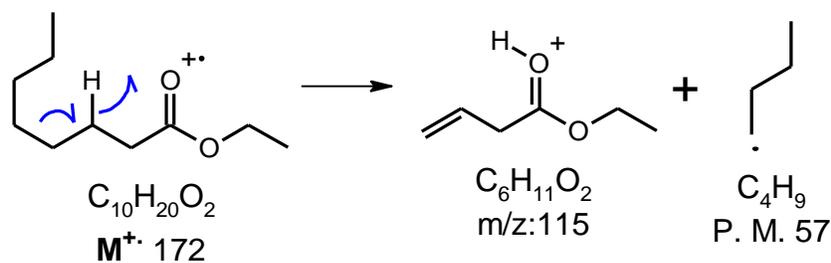
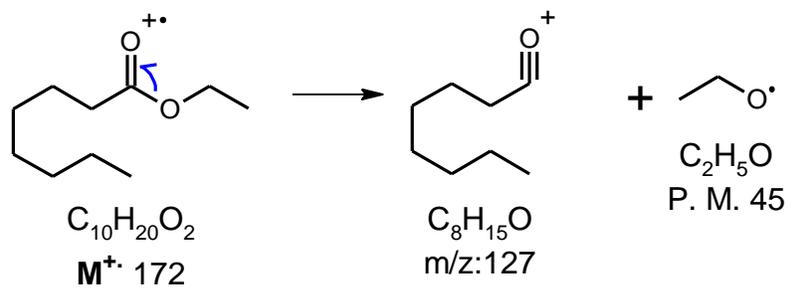
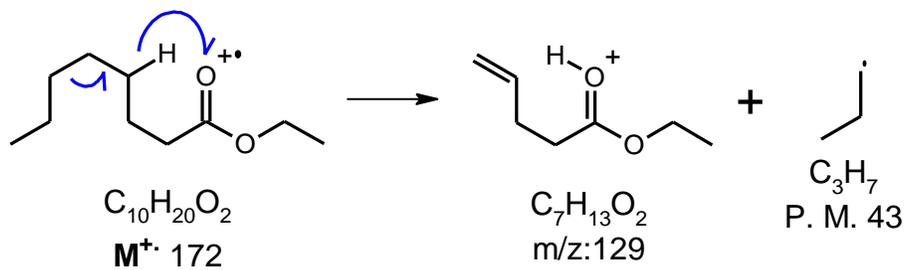
Caprilato de etilo

$C_{10}H_{20}O_2$

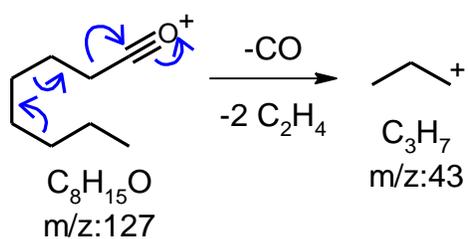
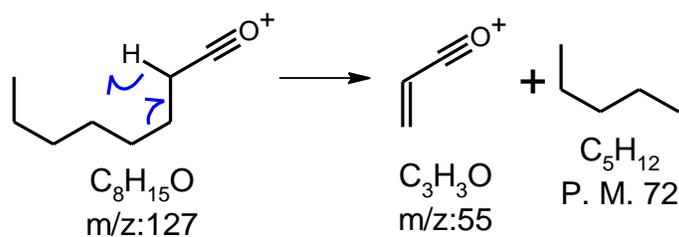
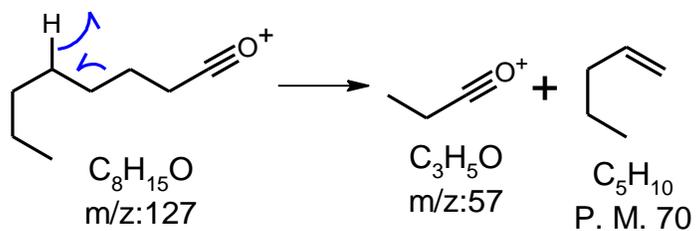
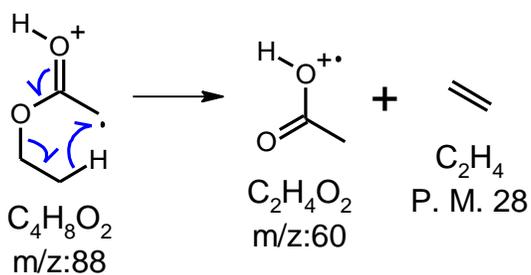
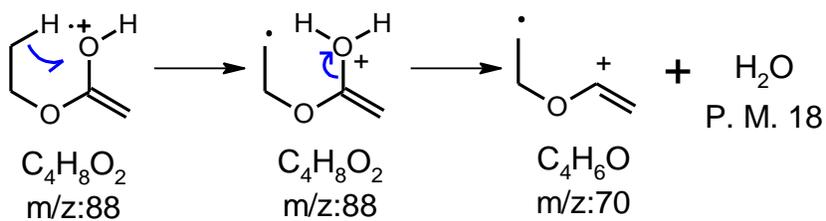
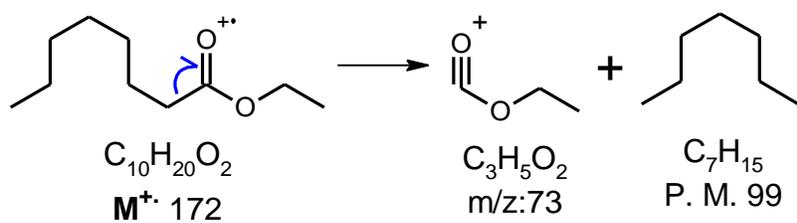
M^+ 172



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



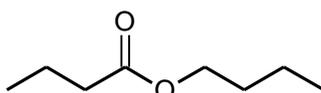
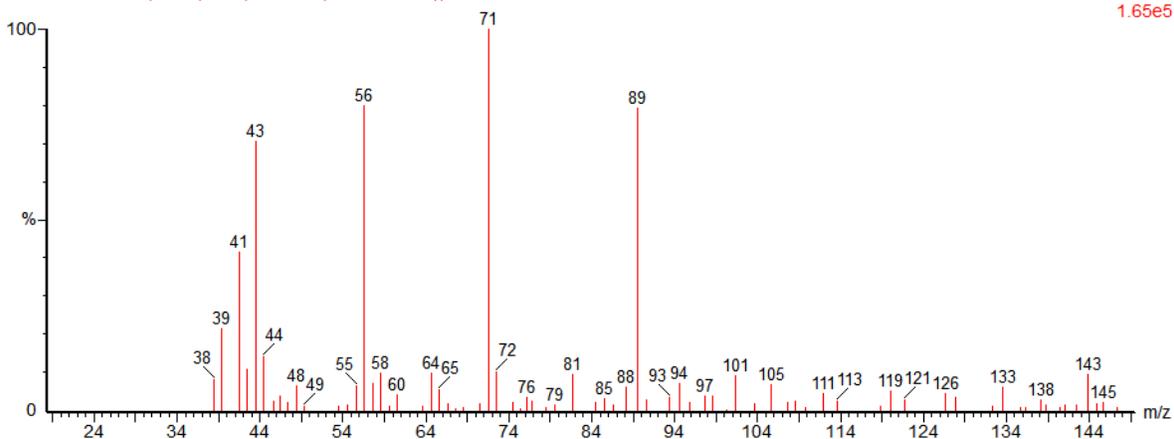
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 6

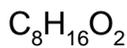
Chucho 01 B 282 (5.995) Cm (281:284-(280:281+284))

Scan EI+
1.65e5

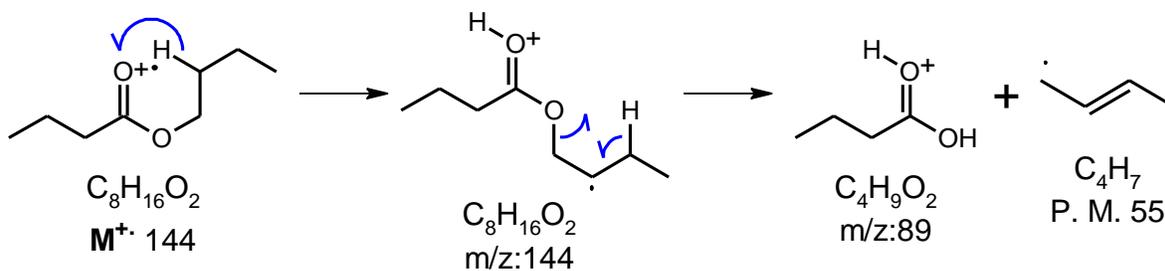
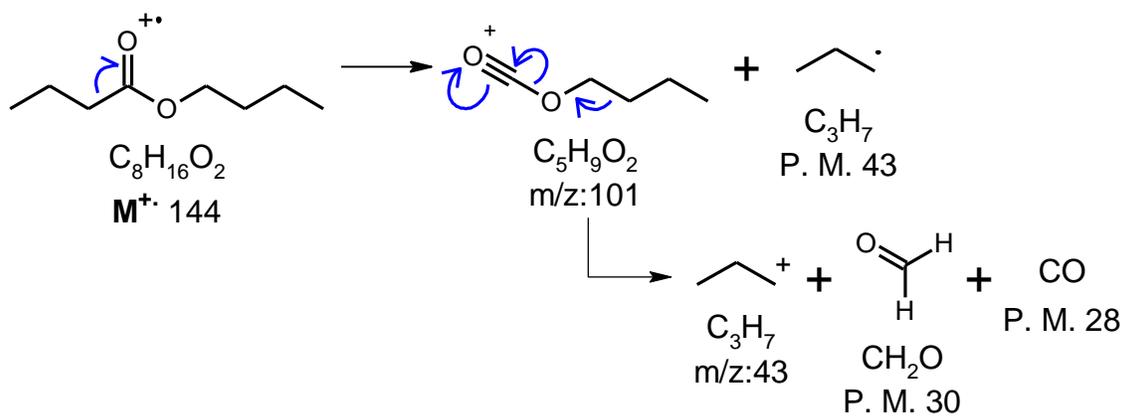


17

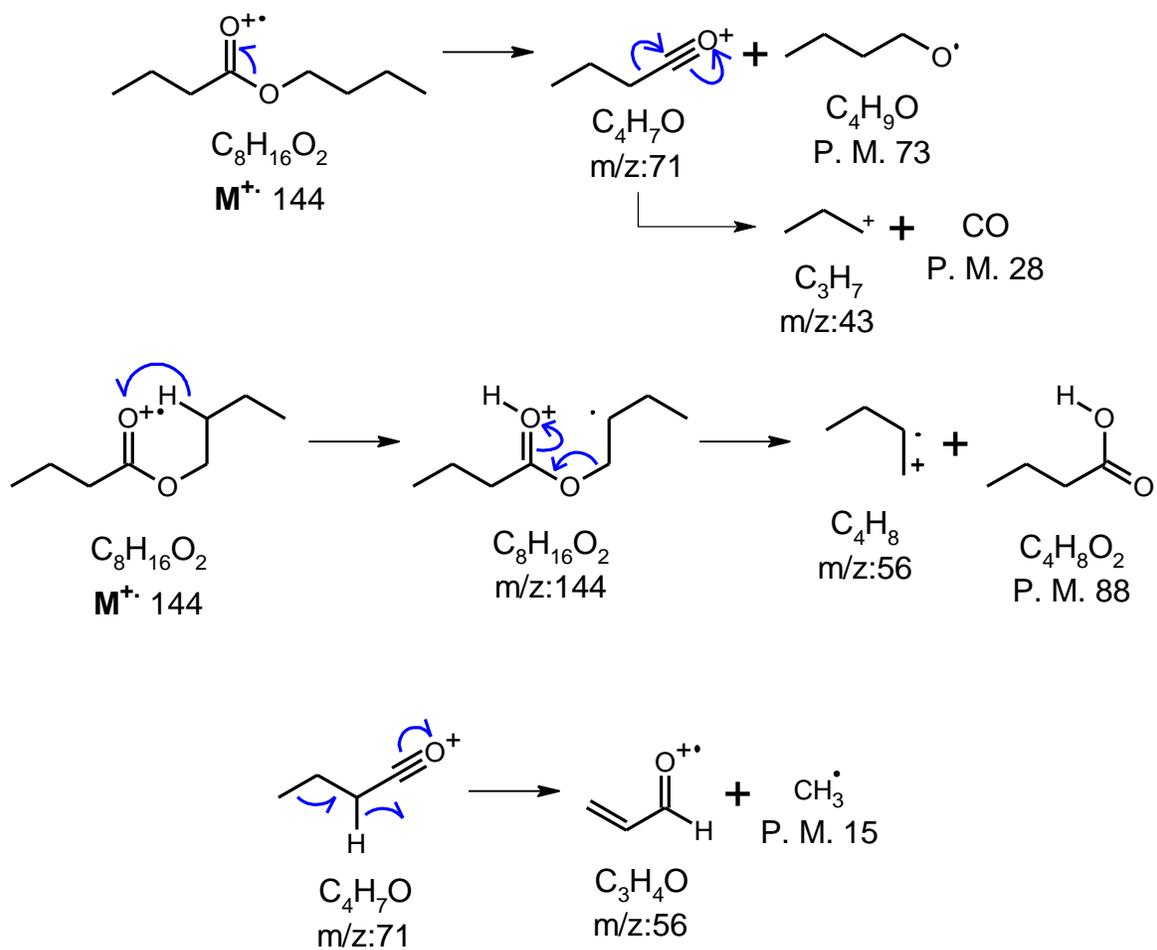
Butanoato de butilo



M^+ 144



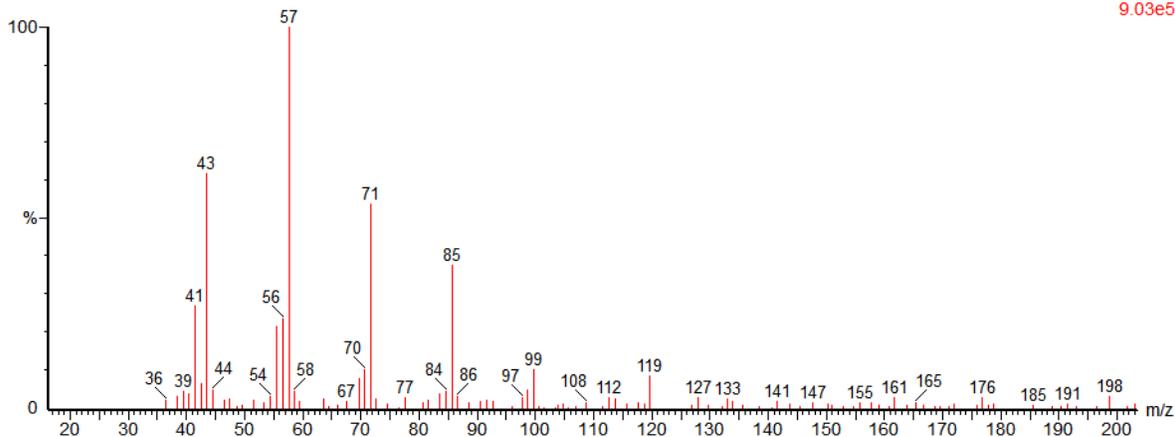
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 7

Chucho 01 B 285 (6.037)

Scan E1+
9.03e5



18

Tetradecano

$C_{24}H_{30}$

M^{+} 198

M^{+} - 99 $[C_7H_{15}]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 99 $[C_7H_{15}]^{+}$

M^{+} - 113 $[C_8H_{17}]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 85 $[C_6H_{13}]^{+}$

M^{+} - 127 $[C_9H_{19}]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 71 $[C_5H_{11}]^{+}$

M^{+} - 128 $[C_9H_{20}]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 70 $[C_5H_{10}]^{+}$

M^{+} - 141 $[C_{10}H_{21}]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 57 $[C_4H_9]^{+}$

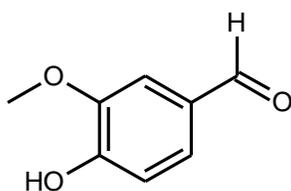
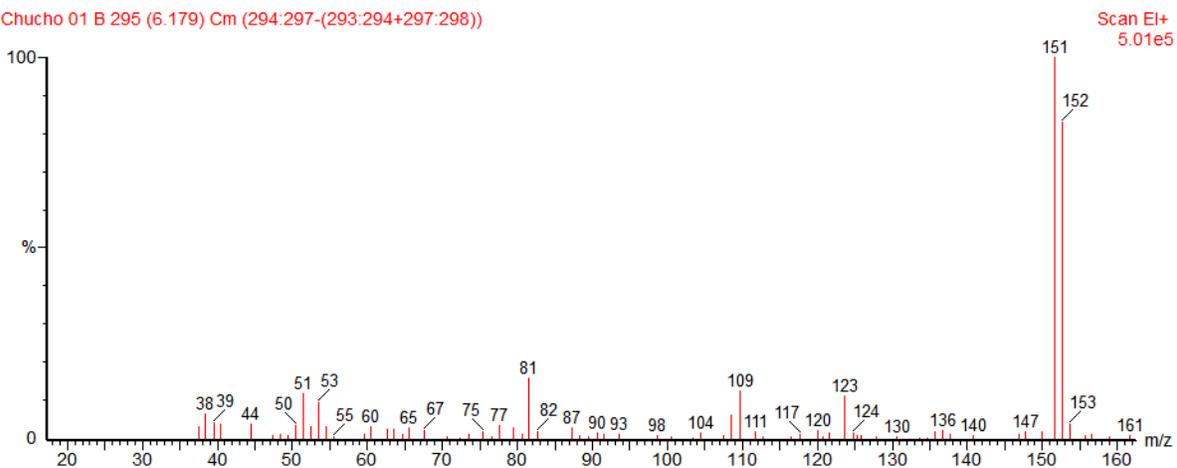
M^{+} - 142 $[C_{10}H_{22}]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 56 $[C_4H_8]^{+}$

M^{+} - 155 $[C_{11}H_{23}]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 43 $[C_3H_6]^{+}$

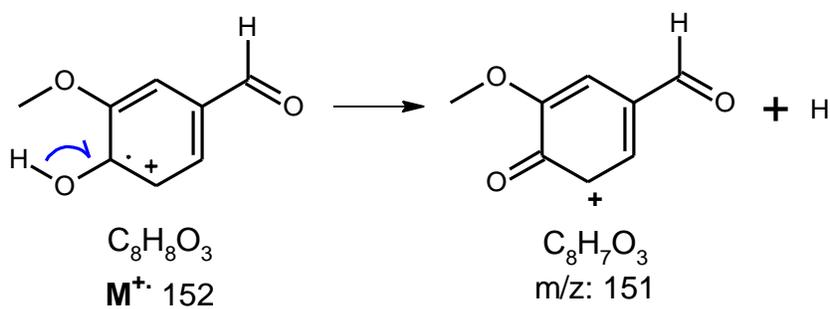
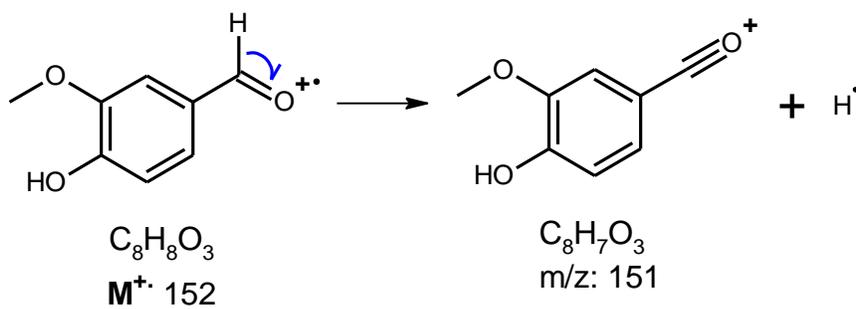
m/z: 56 $[C_4H_8]^{+}$ - 15 $[CH_3]^{\cdot}$ \rightarrow m/z: 41 $[C_3H_5]^{+}$

Espectro 8

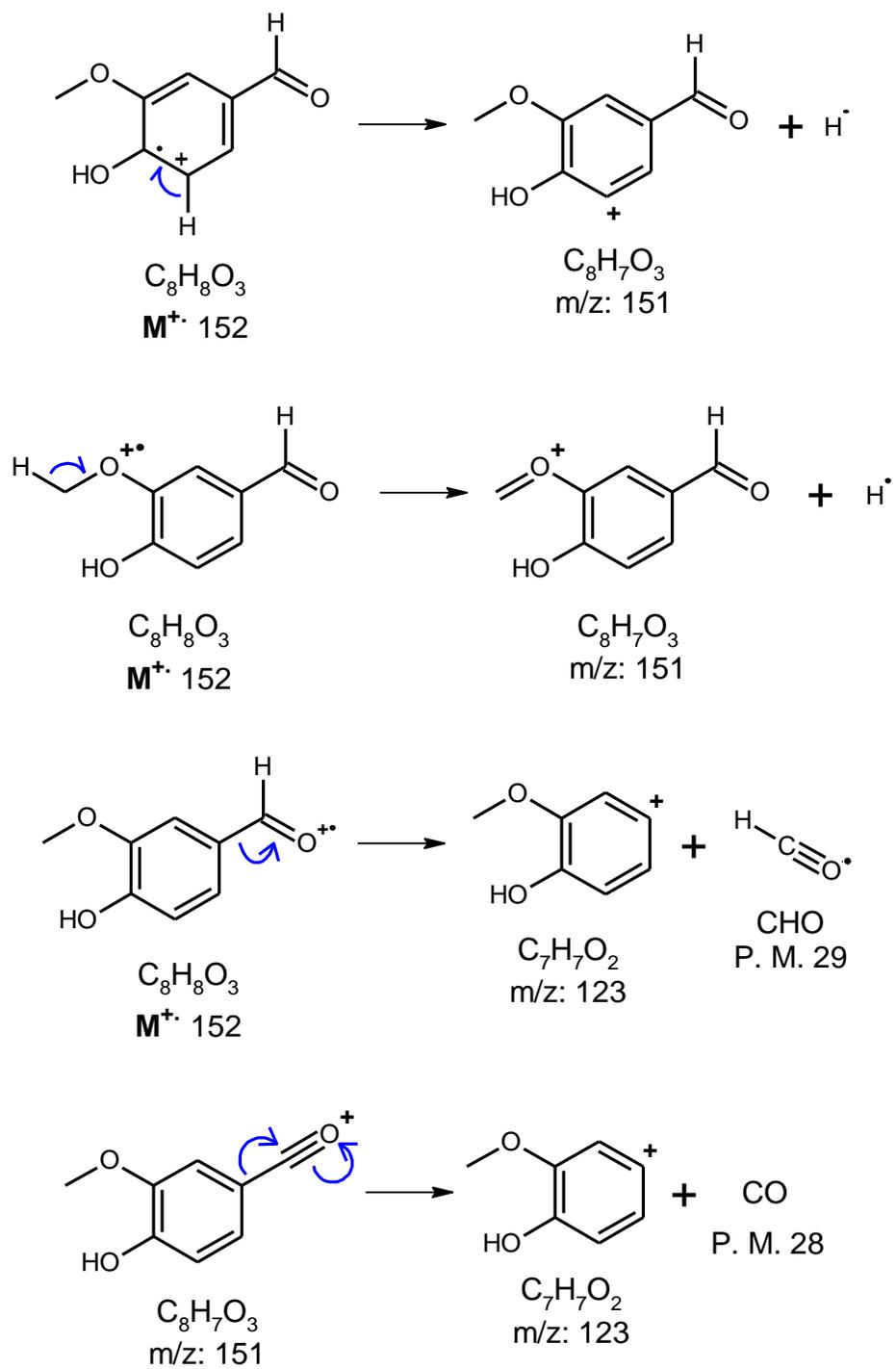
Chucho 01 B 295 (6.179) Cm (294:297-(293:294+297:298))



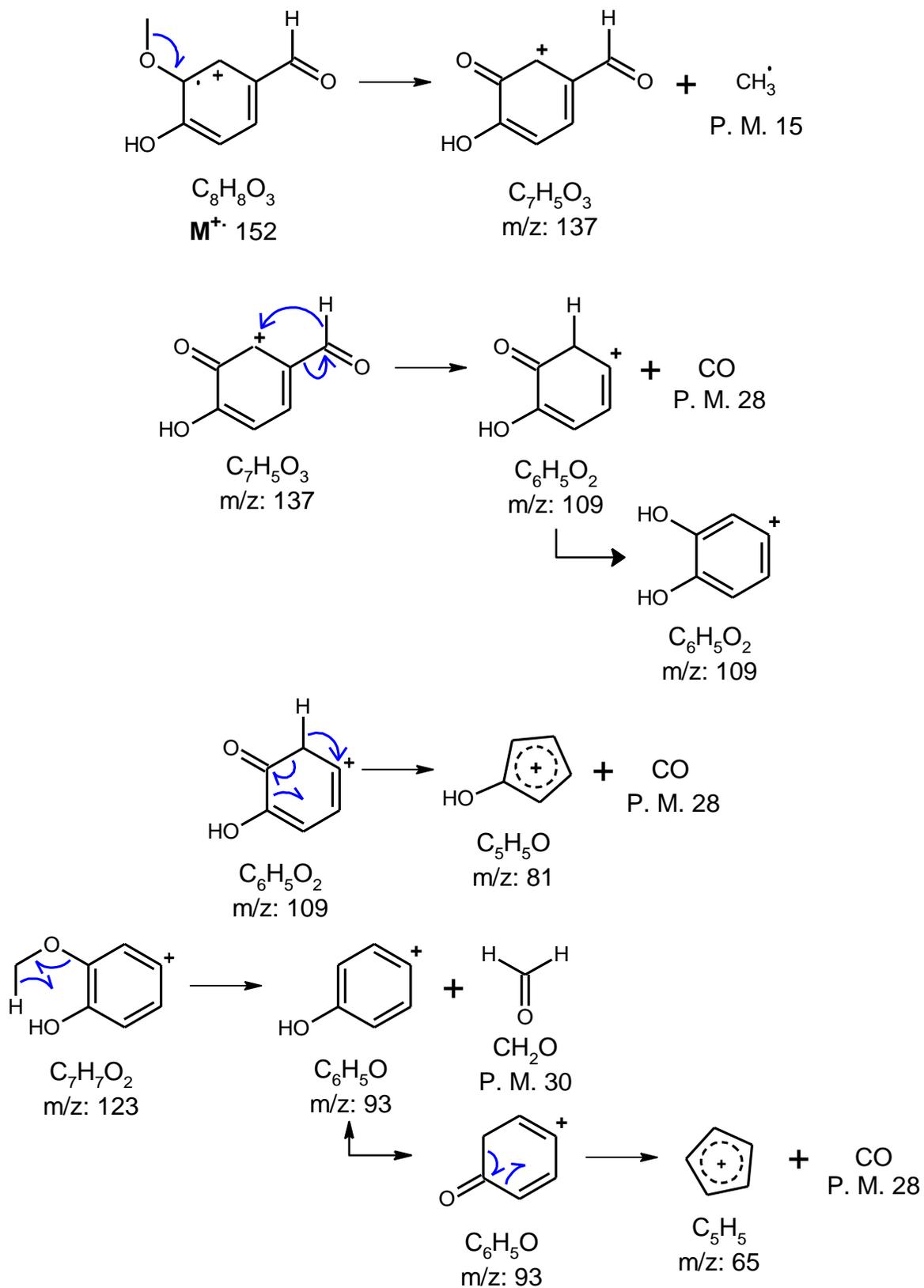
9
Vainillina
 $C_8H_8O_3$
 M^+ 152



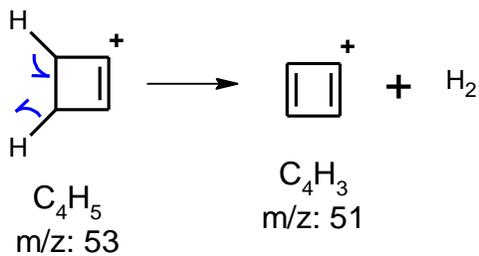
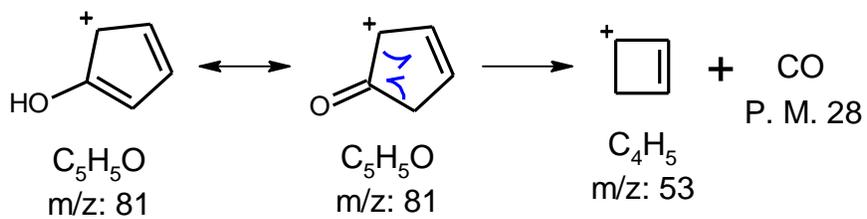
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



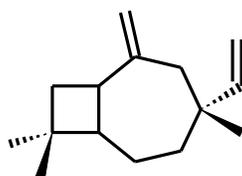
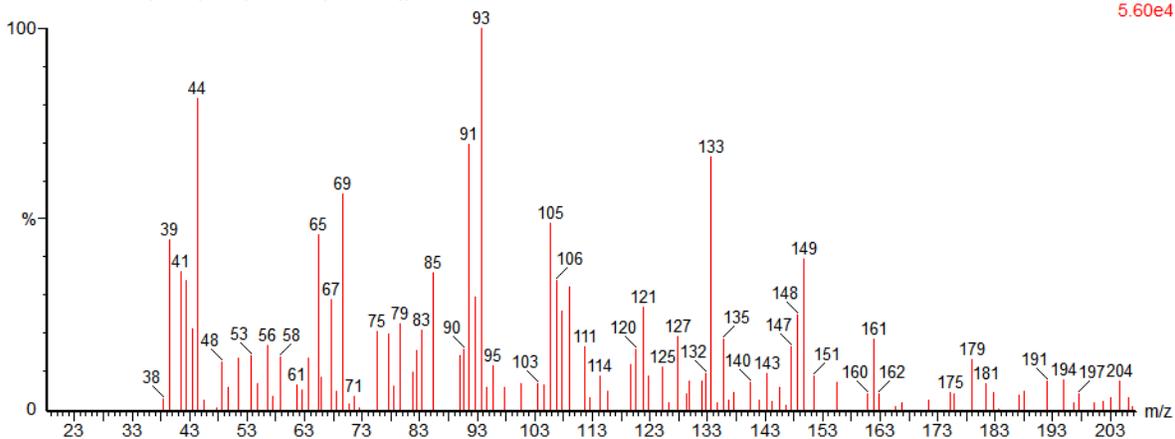
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 9

Chucho 01 B 299 (6.236) Cm (298:300-(298+300))

Scan EI+
5.60e4

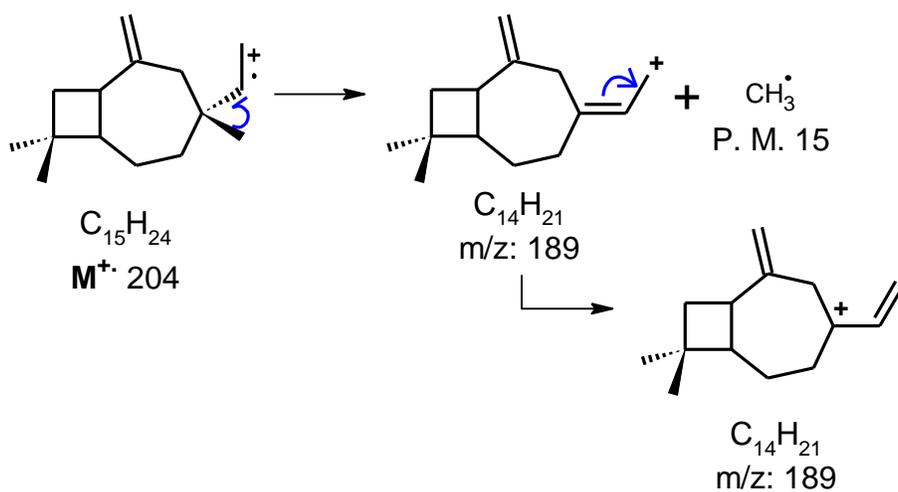


19

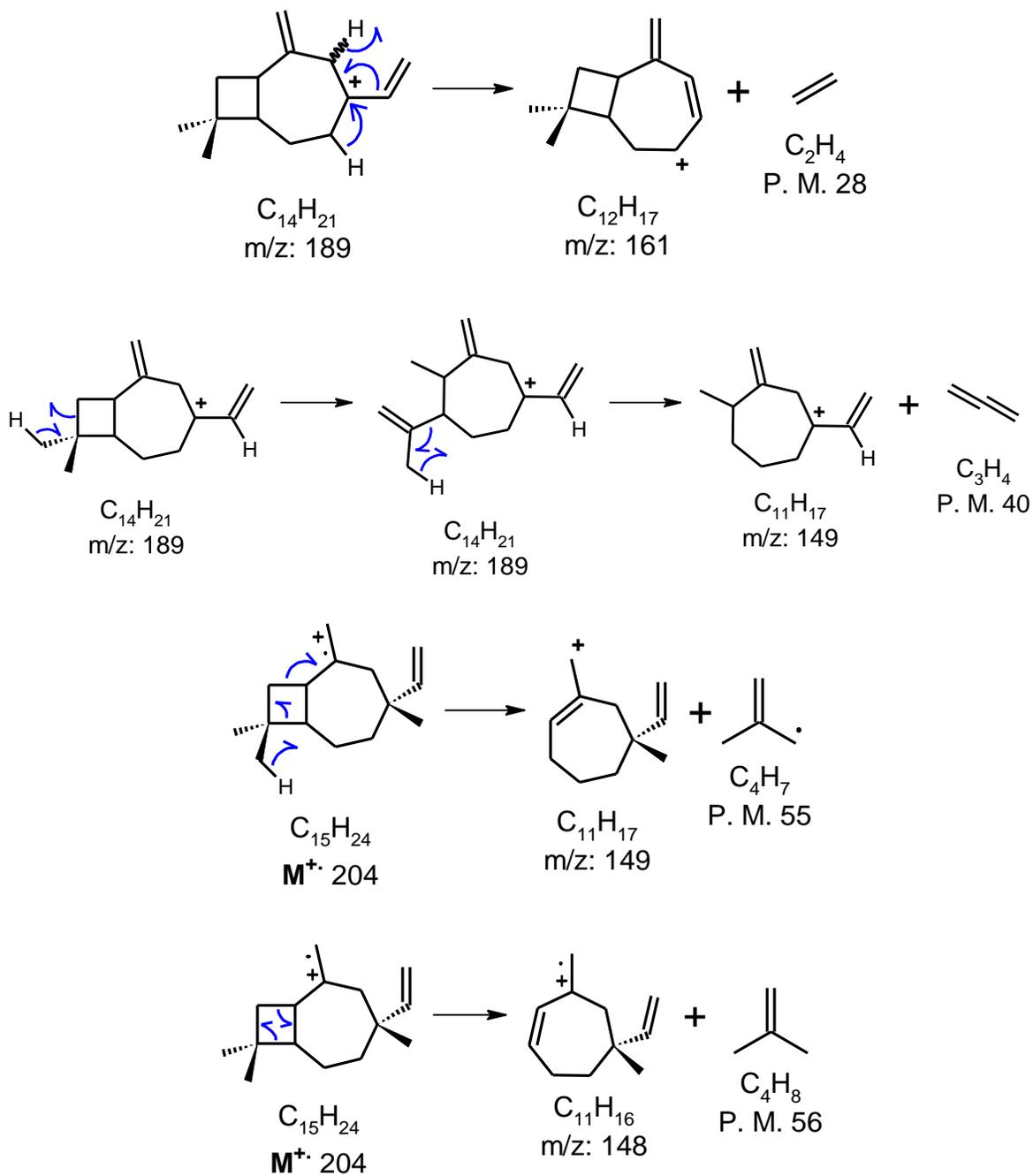
2-metilen-4, 8, 8-trimetil-4-vinil-Biciclo[5, 2, 0]nonano

$C_{15}H_{24}$

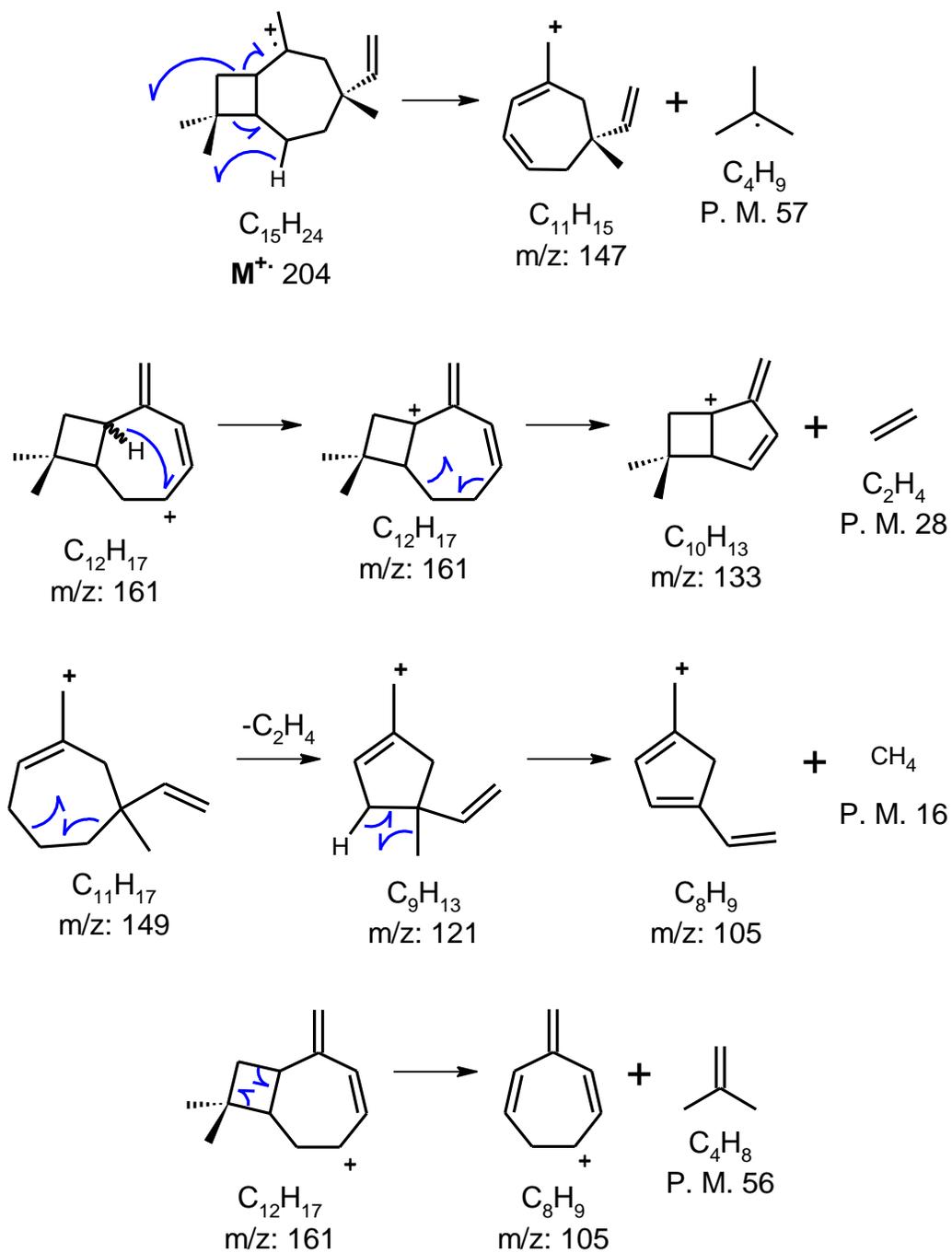
M^+ 204



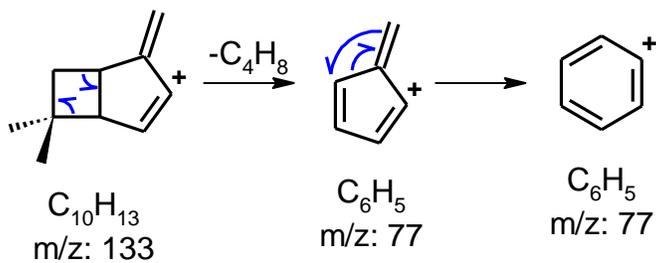
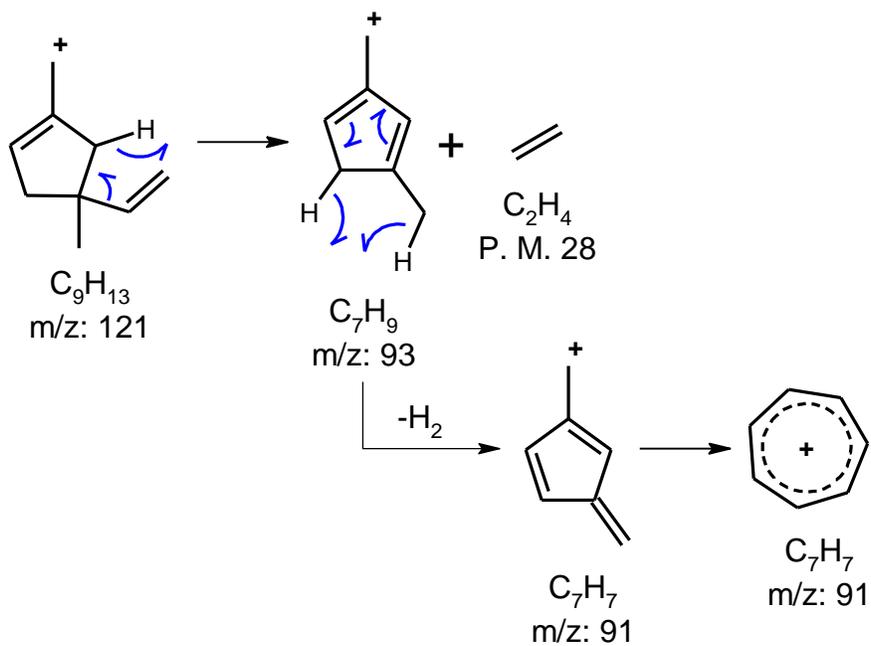
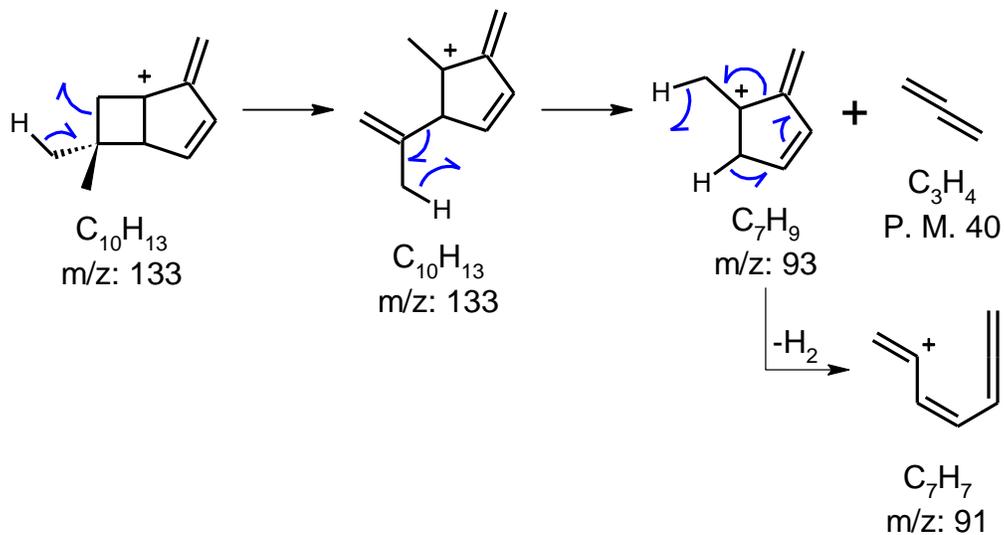
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



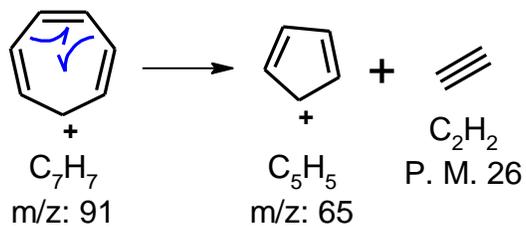
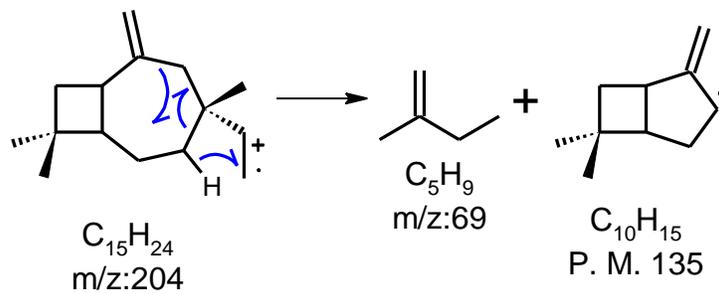
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

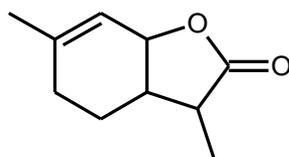
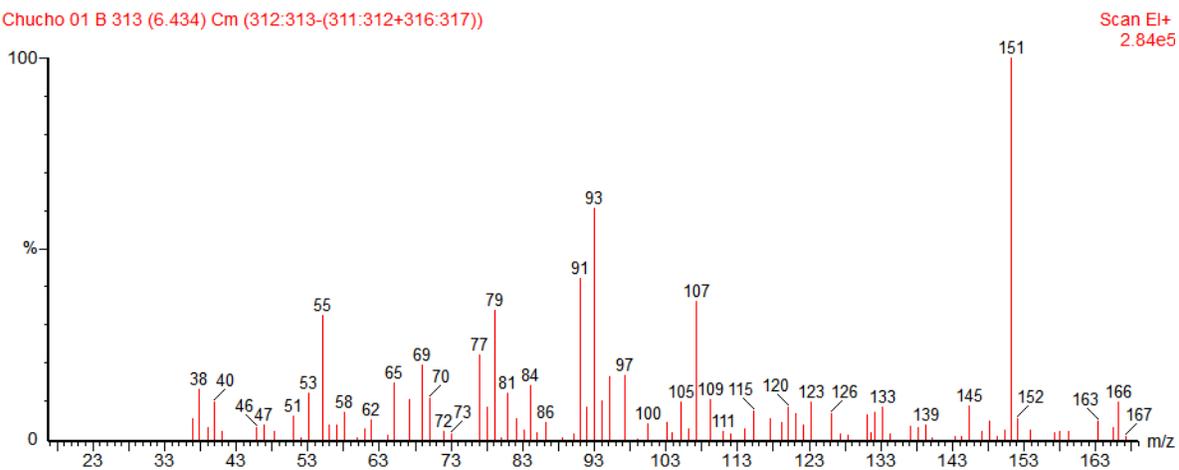


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 10

Chucho 01 B 313 (6.434) Cm (312:313-(311:312+316:317))

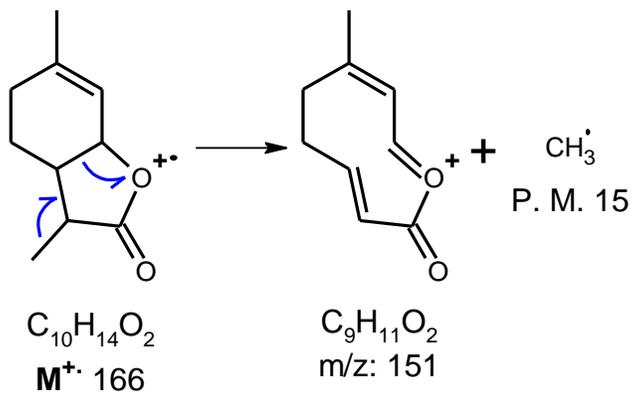


20

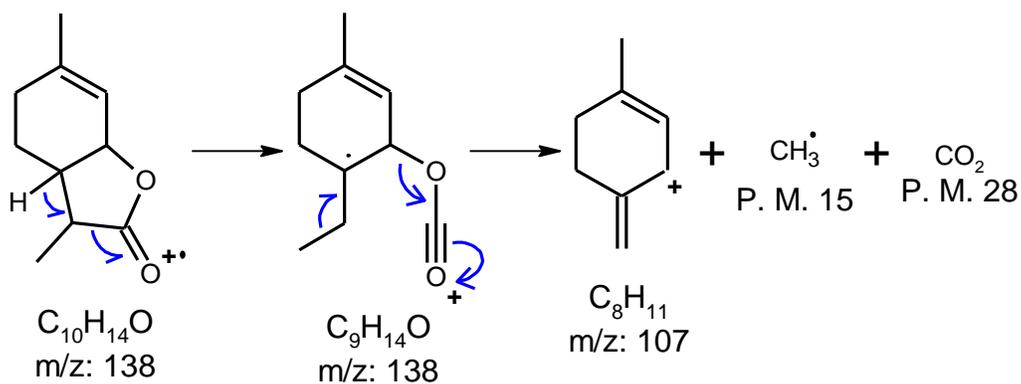
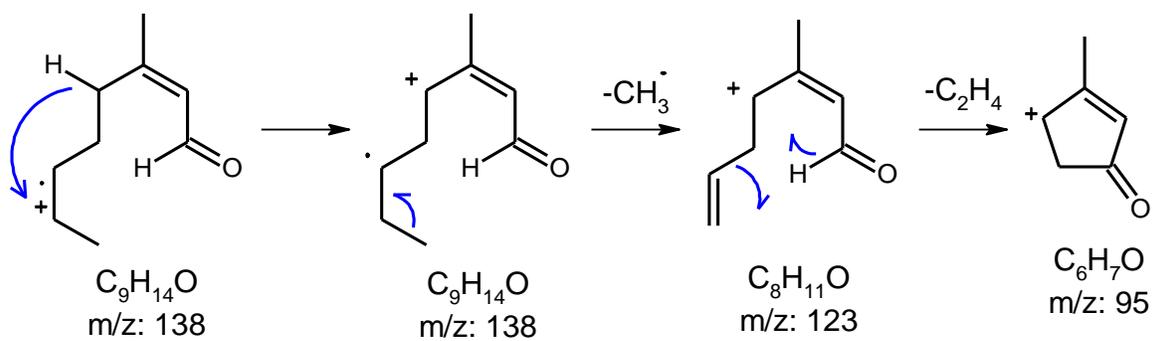
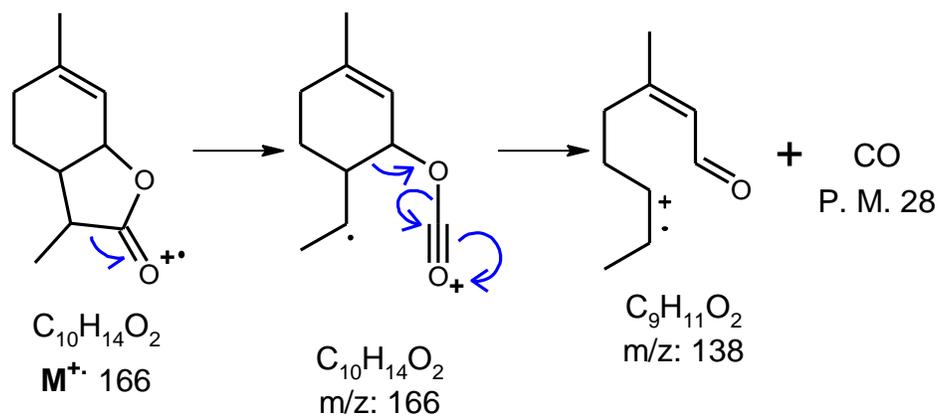
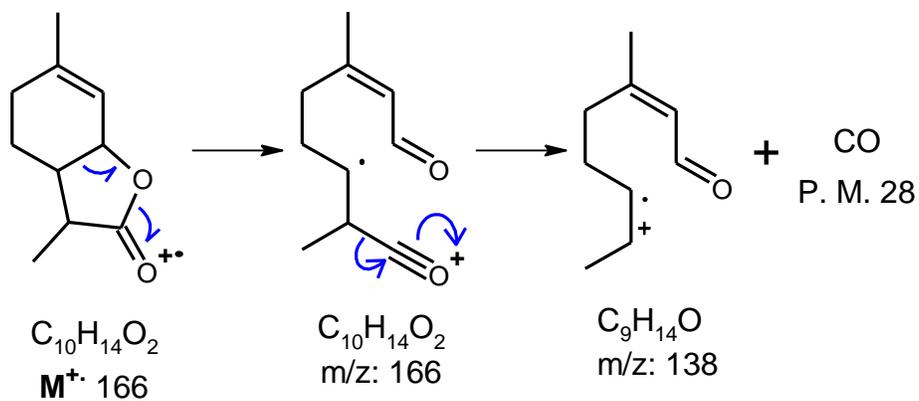
Lactona del vino

$C_{10}H_{14}O_2$

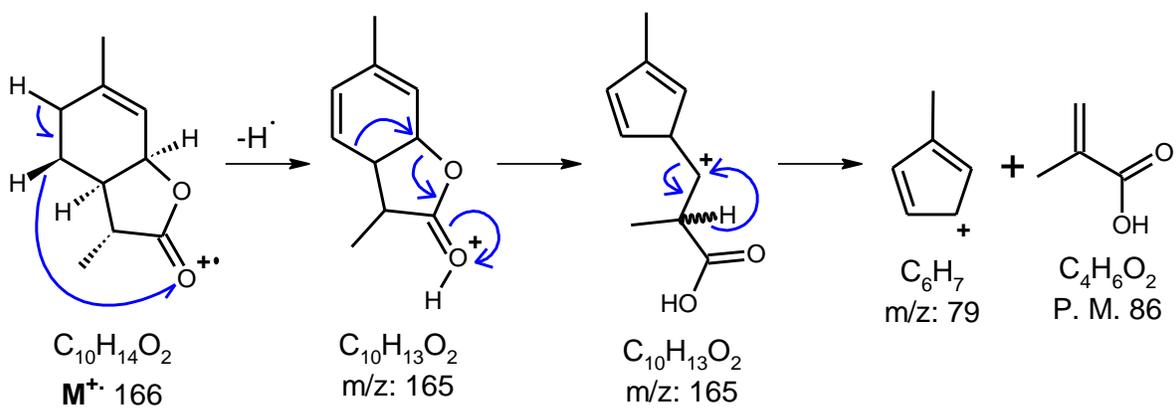
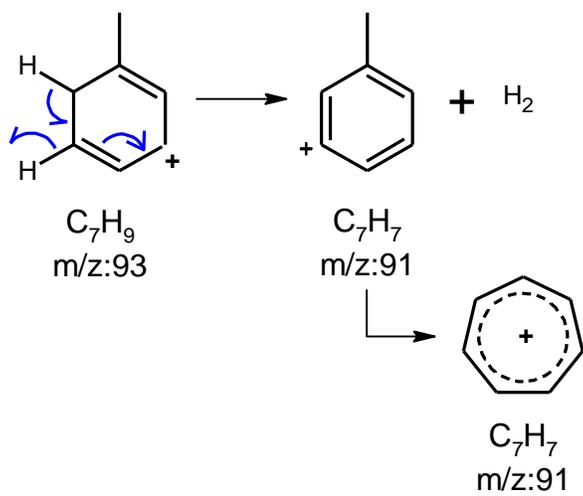
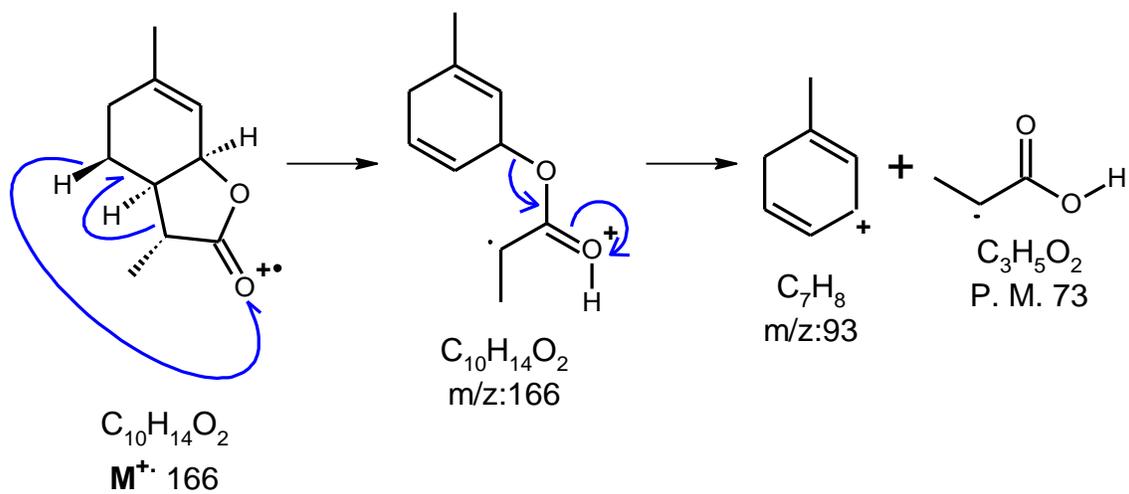
M^+ 166



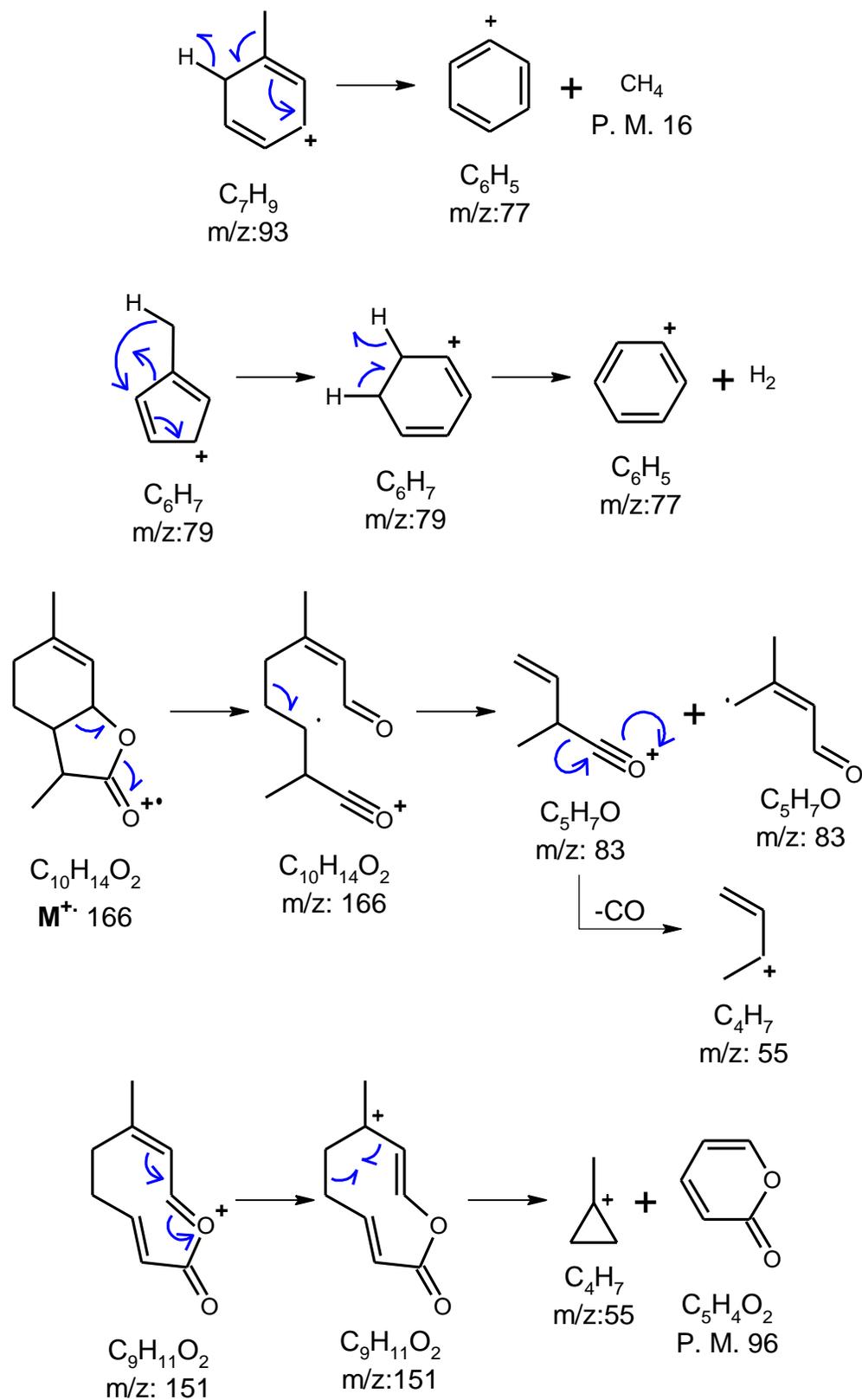
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



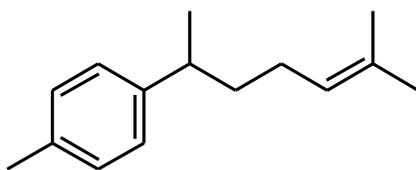
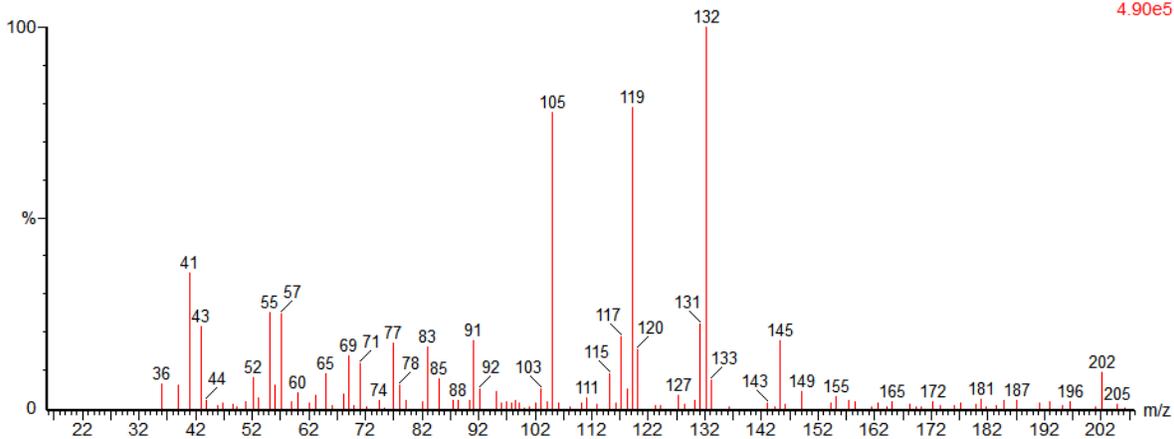
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



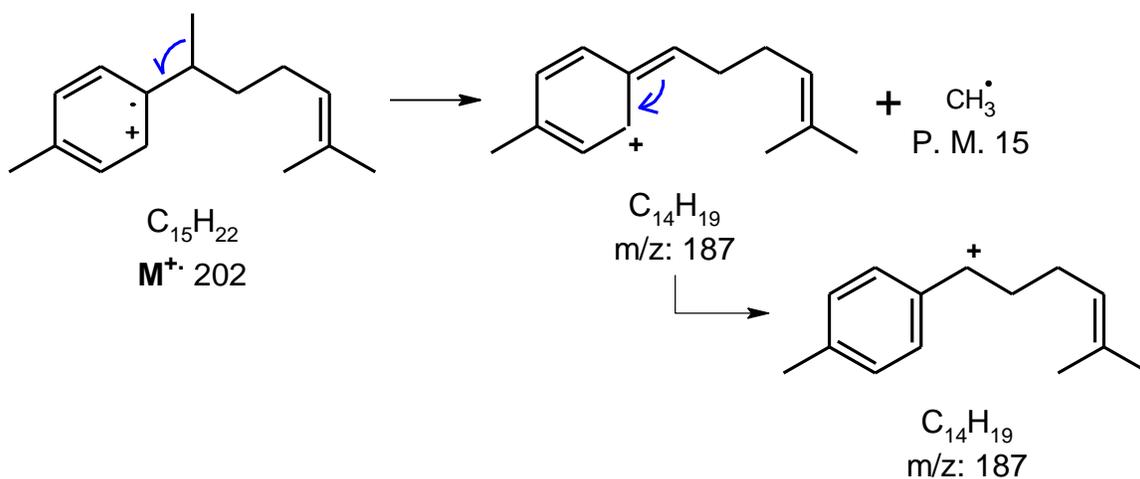
Espectro 11

Chucho 01 B 314 (6.448) Cm (314:315-(311:313+315:316))

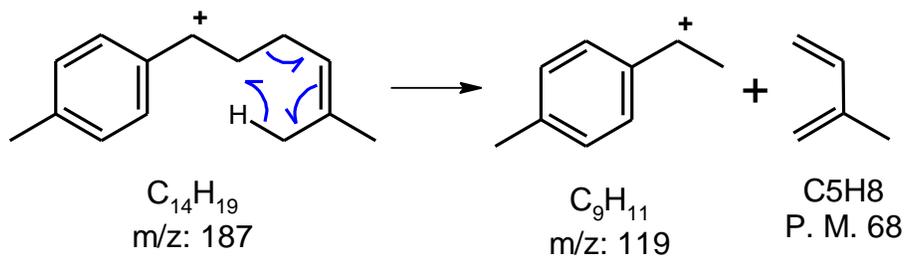
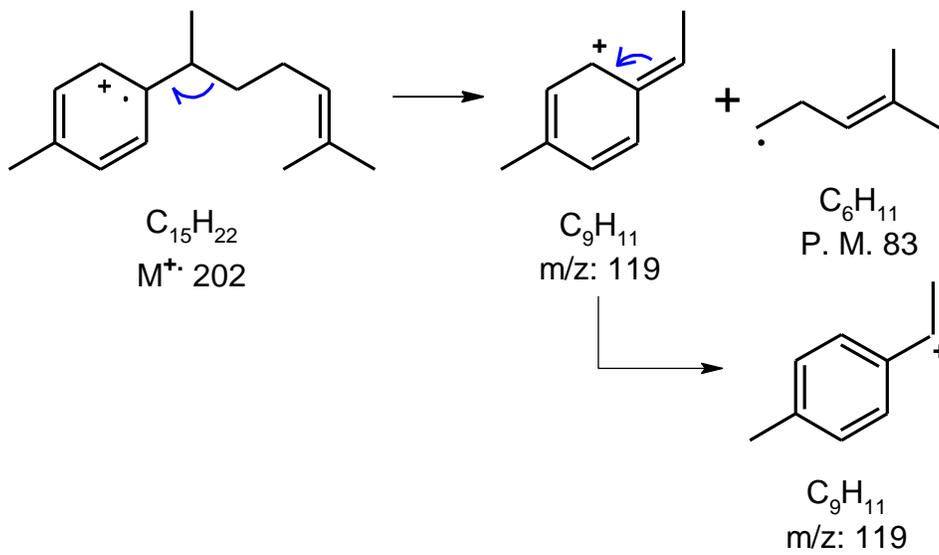
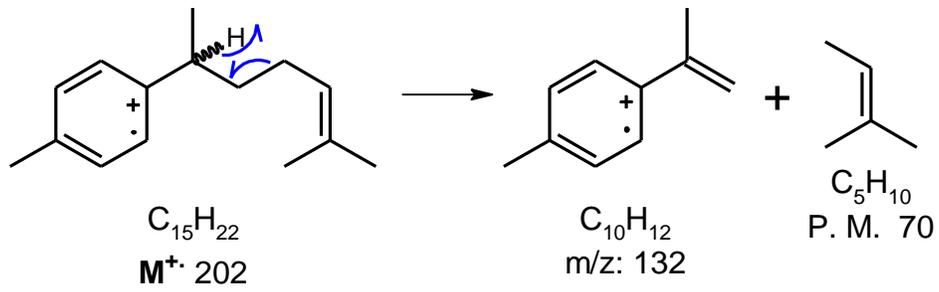
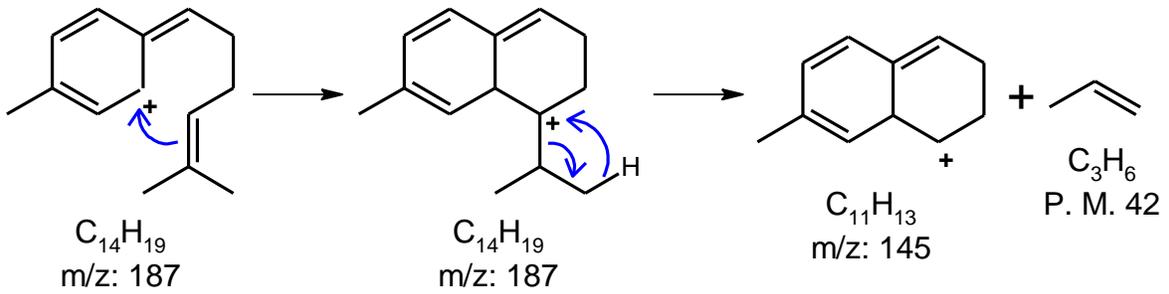
Scan EI+
4.90e5



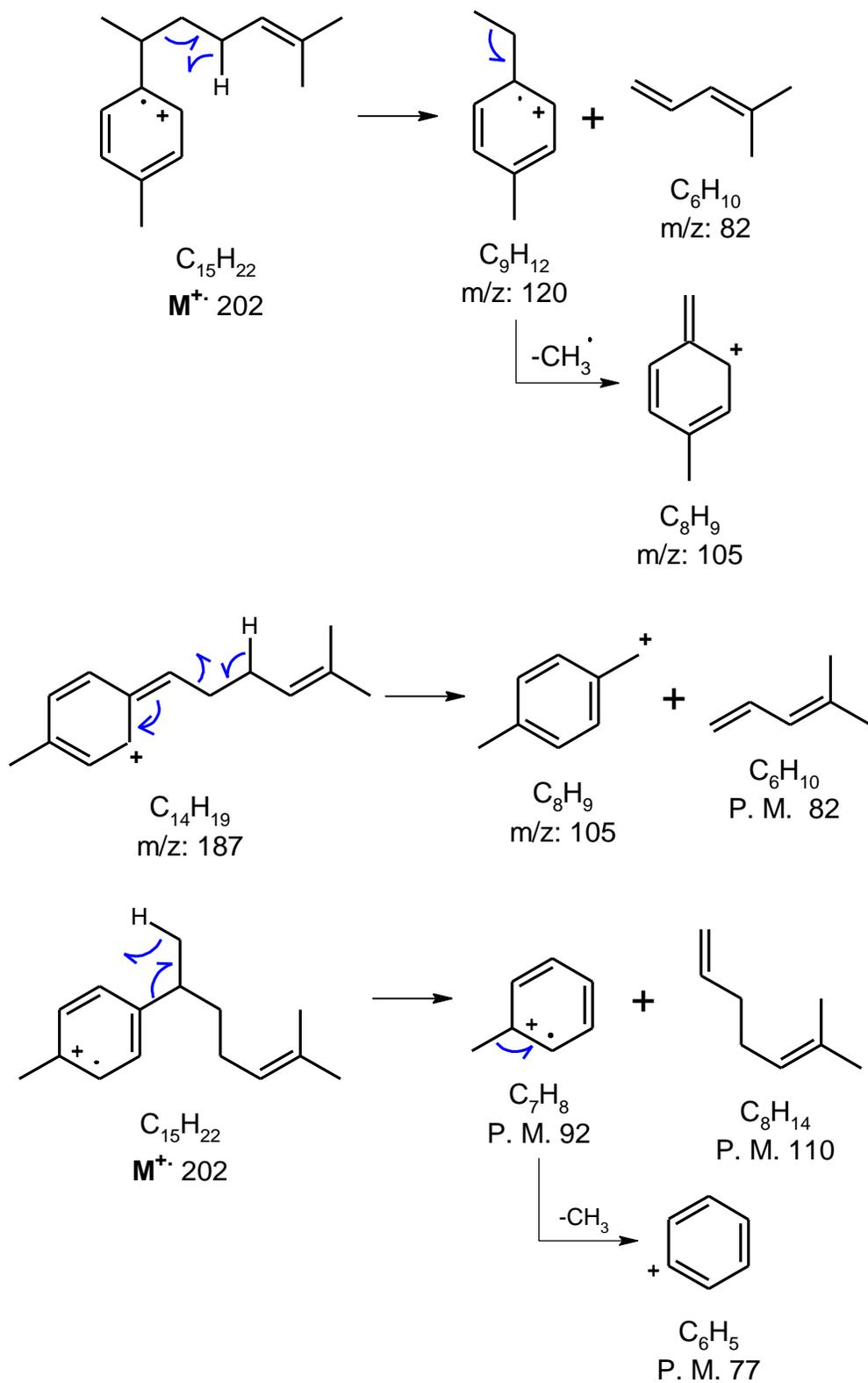
21
Ar-Curcumenol
 $C_{15}H_{22}$
 M^+ 202



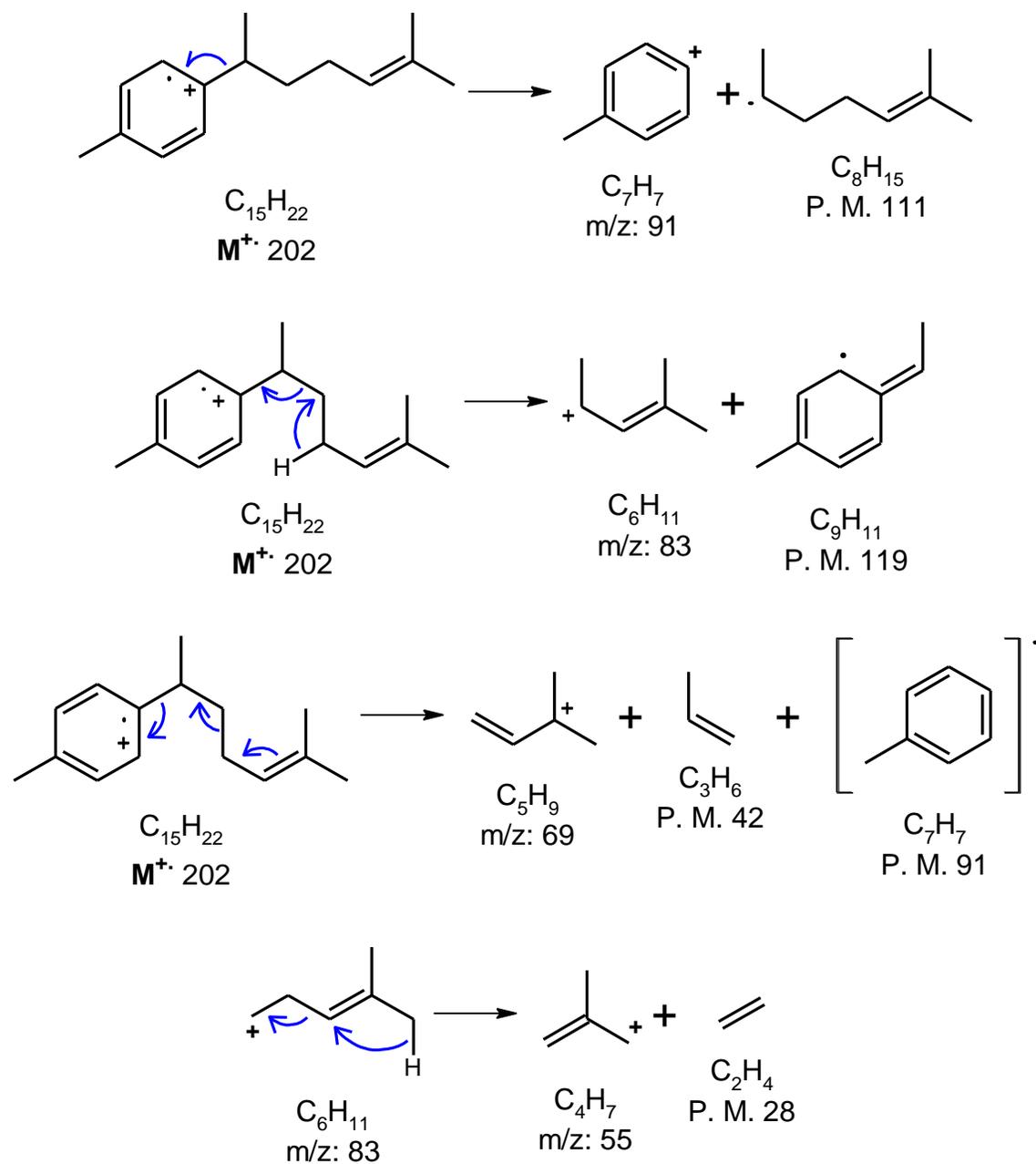
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



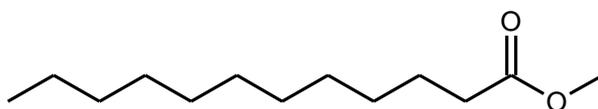
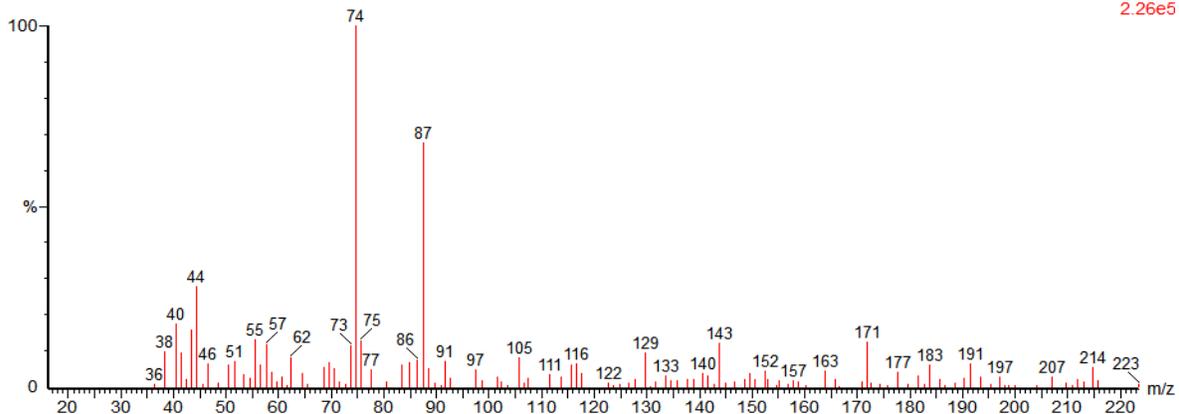
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 12

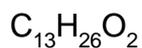
Chucho 01 B 323 (6.576) Cm (322:324-(321:322+324:325))

Scan EI+
2.26e5

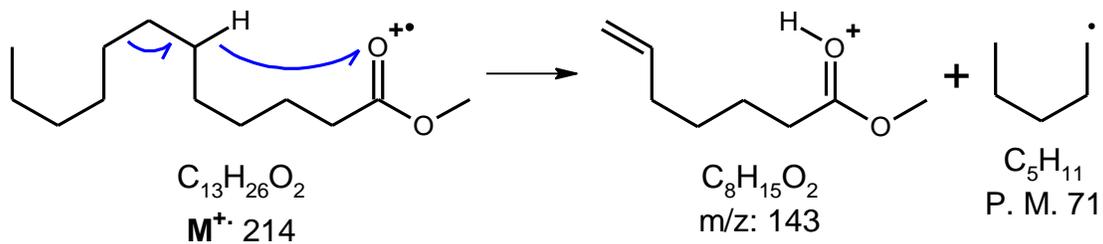
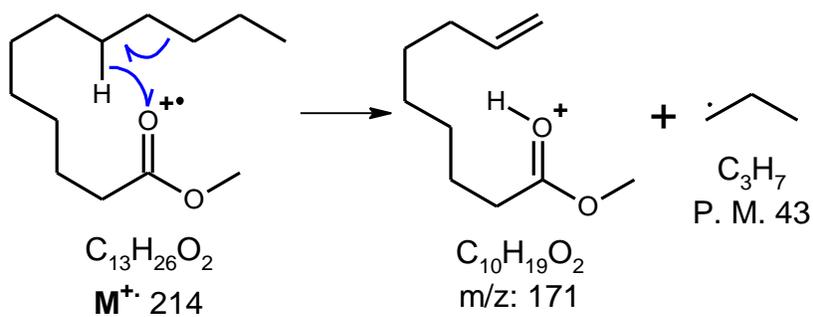
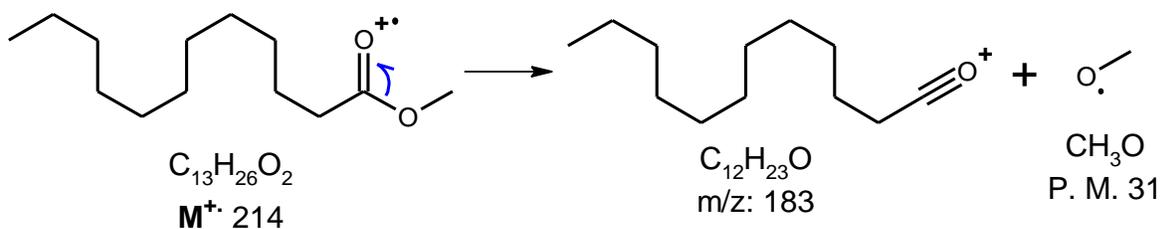


22

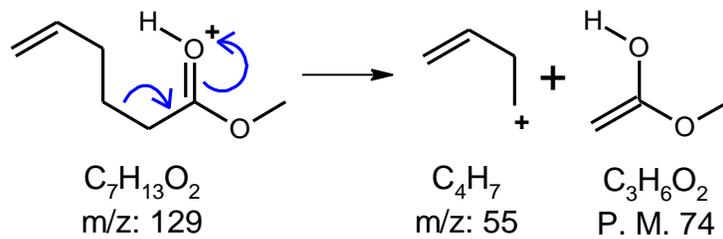
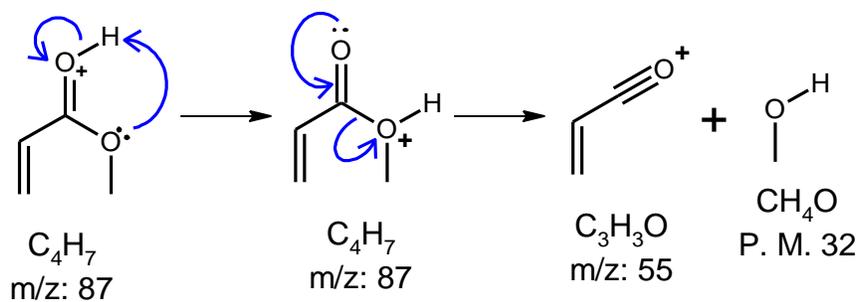
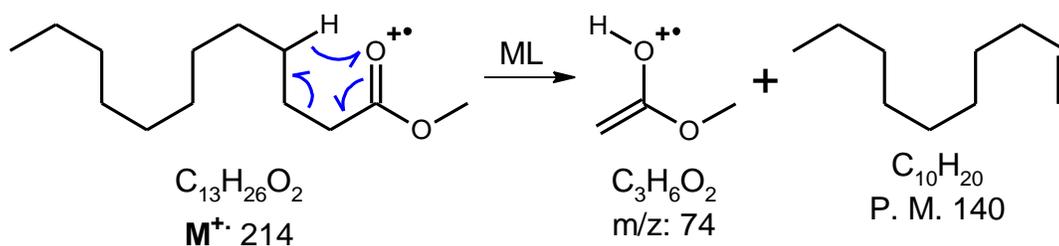
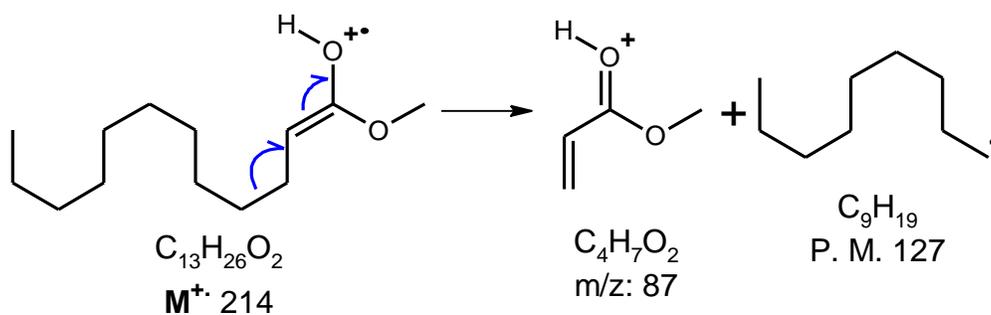
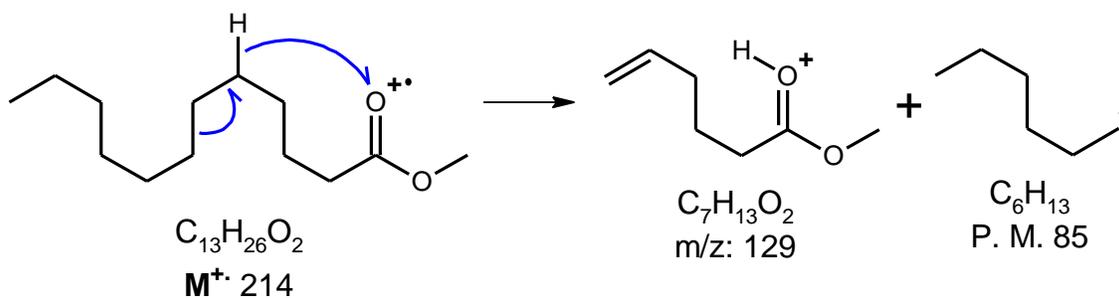
Dodecanoato de metilo



M^+ 214



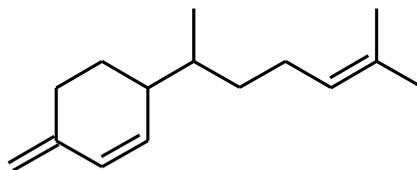
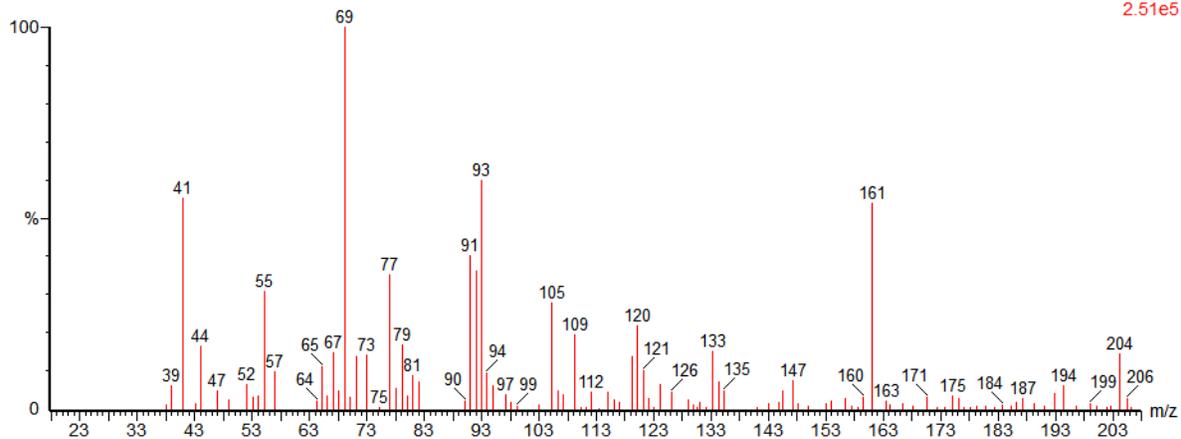
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 13

Chucho 01 B 327 (6.632) Cm (325:327-(324:325+328:330))

Scan EI+
2.51e5

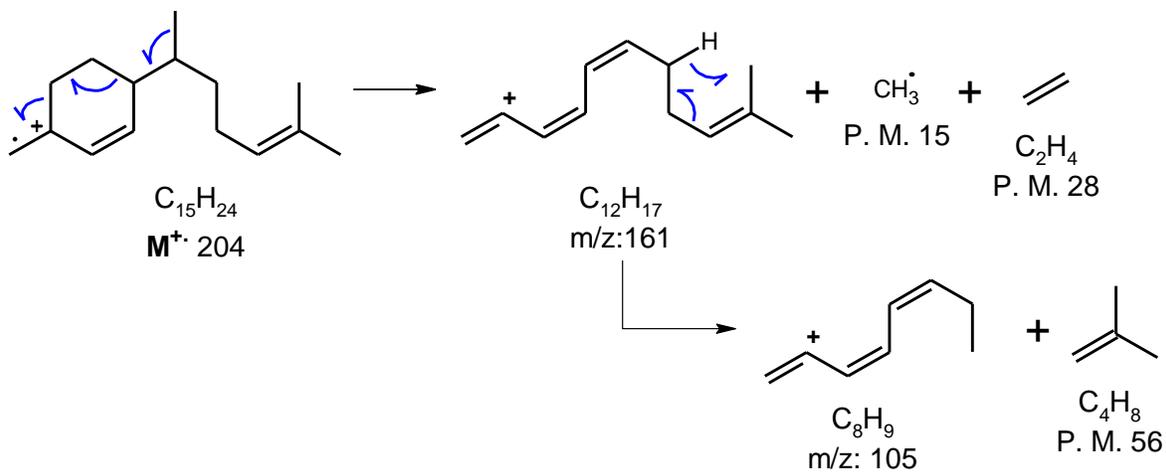


23

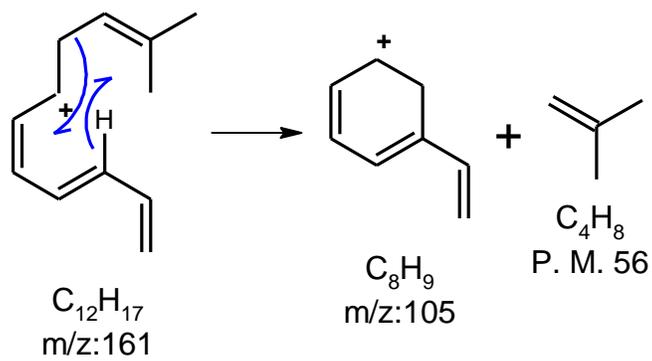
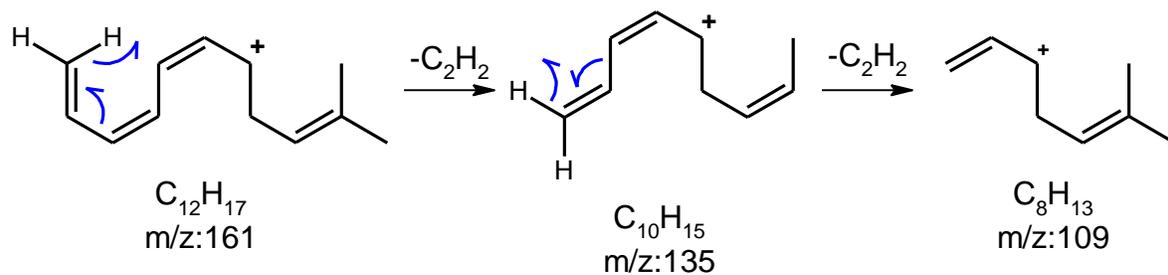
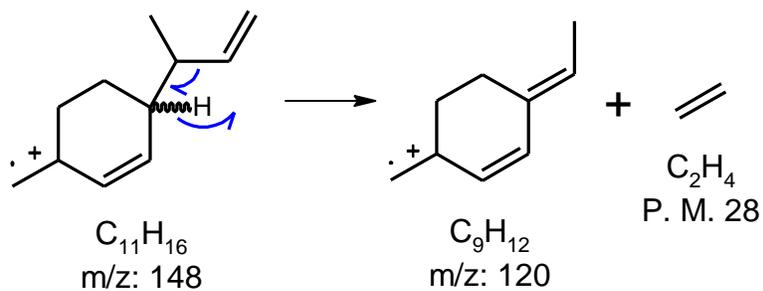
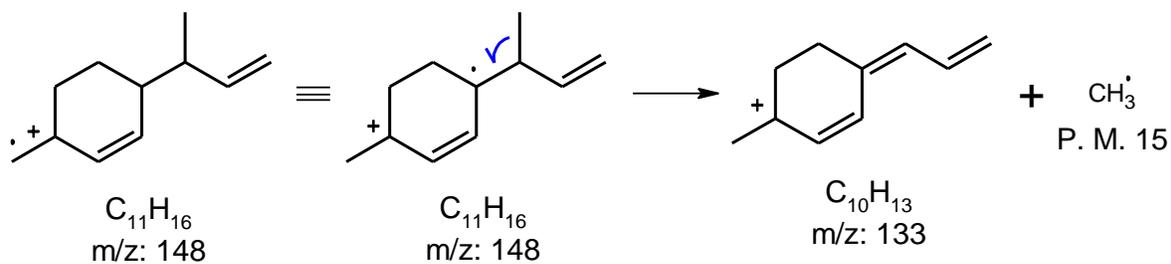
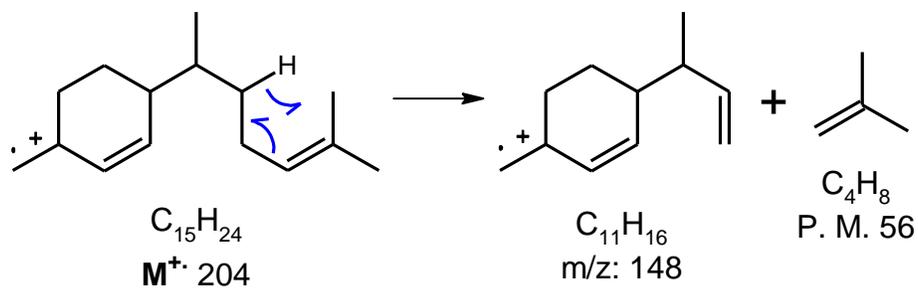
β -Sesquifelandreno

$C_{15}H_{24}$

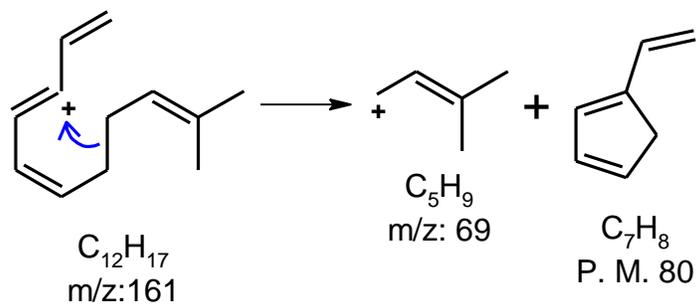
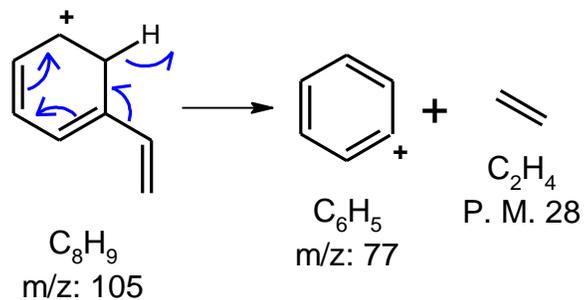
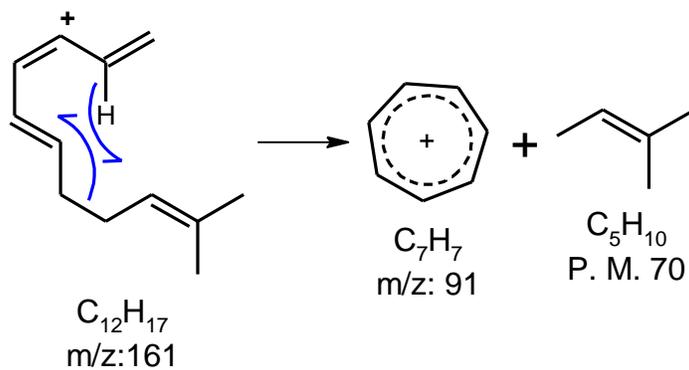
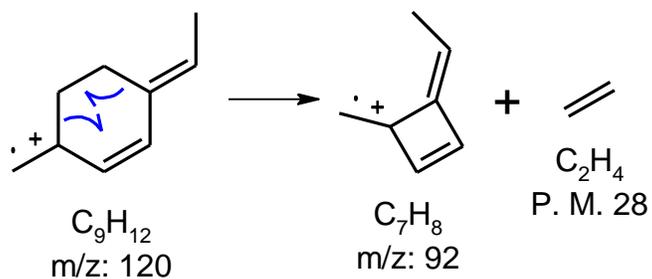
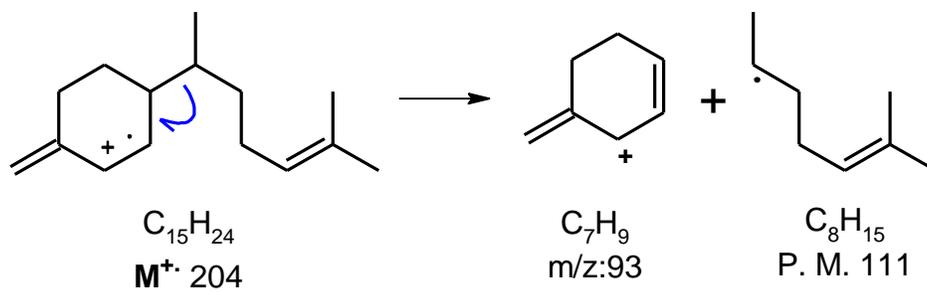
M^+ 204



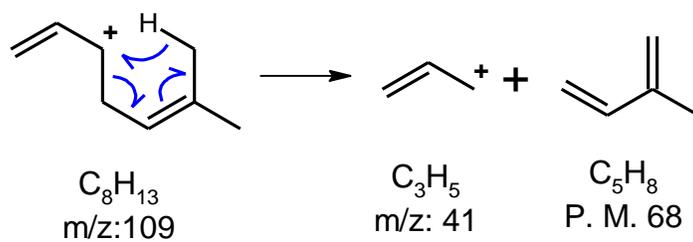
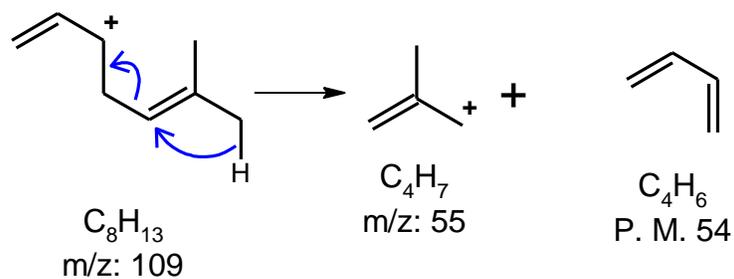
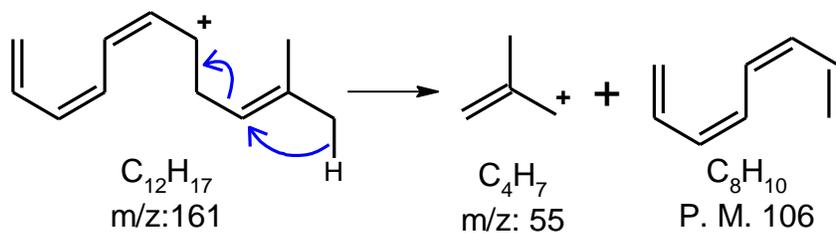
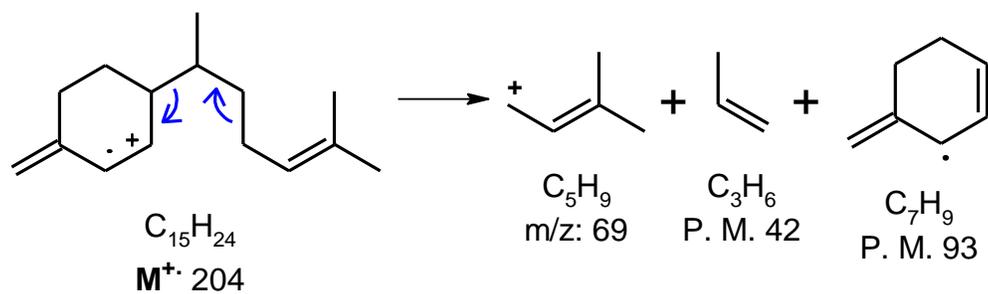
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



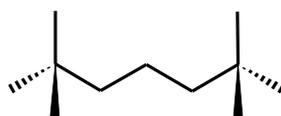
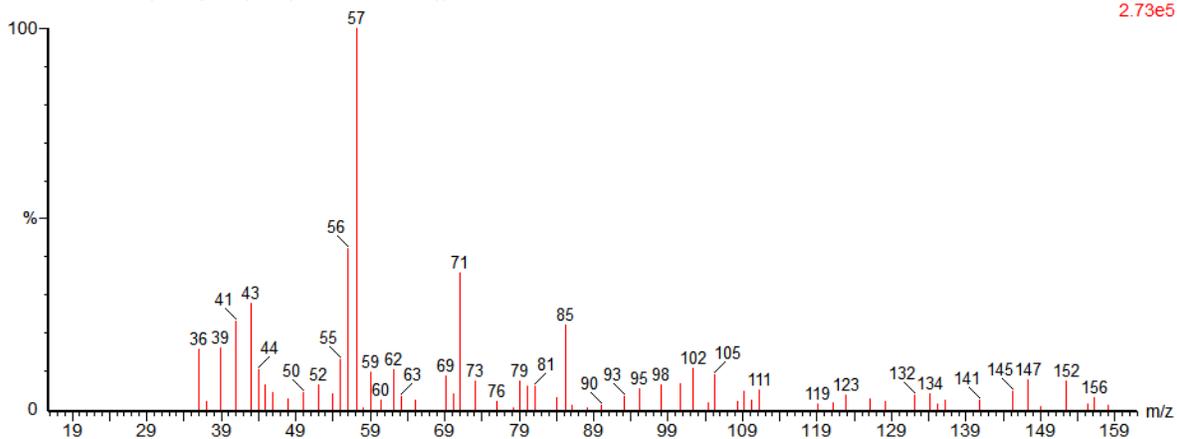
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 14

Chucho 01 B 335 (6.746) Cm (335-(333:335+335:337))

Scan EI+
2.73e5



24

2, 2, 6, 6-Tetrametilheptano

$C_{11}H_{24}$

$M^{+} \cdot$ 156

$M^{+} \cdot - 15 [CH_3] \cdot \rightarrow m/z: 141 [C_{10}H_{21}]^{+}$

$M^{+} \cdot - 58 [C_4H_{10}] \rightarrow m/z: 98 [C_7H_{14}]^{+}$

$M^{+} \cdot - 71 [C_8H_{17}] \cdot \rightarrow m/z: 85 [C_6H_{13}]^{+}$

$M^{+} \cdot - 85 [C_9H_{19}] \cdot \rightarrow m/z: 71 [C_5H_{11}]^{+}$

$M^{+} \cdot - 99 [C_{10}H_{21}] \cdot \rightarrow m/z: 57 [C_4H_9]^{+}$

$M^{+} \cdot - 16 [CH_4] \rightarrow m/z: 140 [C_{10}H_{20}]^{+} \cdot - 84 [C_6H_{12}] \rightarrow m/z: 56 [C_4H_8]^{+}$

$m/z: 71 [C_5H_{11}]^{+} - 16 [CH_4] \rightarrow m/z: 55 [C_4H_7]^{+}$

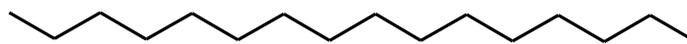
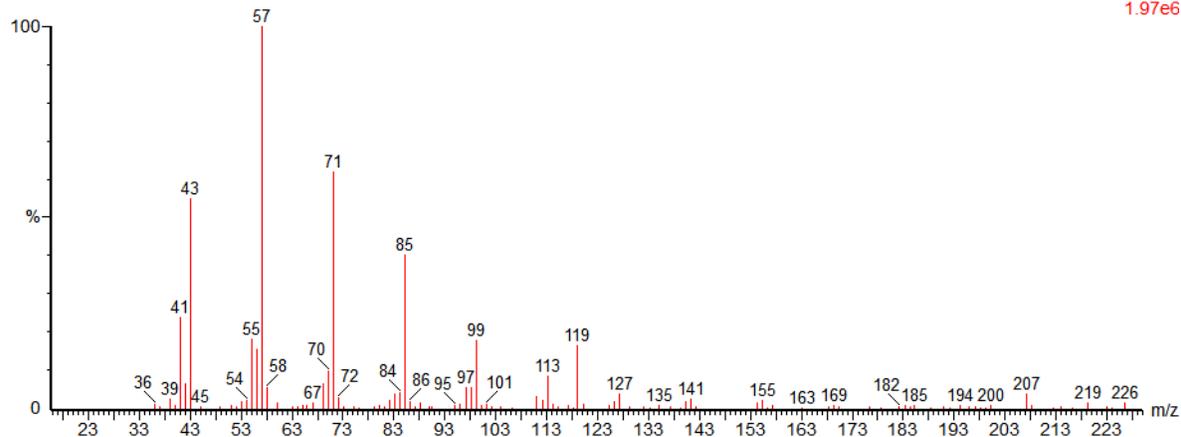
$m/z: 141 [C_{10}H_{21}]^{+} - 98 [C_7H_{14}] \rightarrow m/z: 43 [C_3H_7]^{+}$

$m/z: 141 [C_{10}H_{21}]^{+} - 100 [C_7H_{16}] \rightarrow m/z: 41 [C_3H_5]^{+}$

Espectro 15

Chucho 01 B 343 (6.859) Cm (342:344-(341:342+344:345))

Scan EI+
1.97e6



25

Hexadecano

$C_{16}H_{34}$

$M^{+} \cdot 226$

$M^{+} \cdot 57 [C_4H_9]^{\cdot} \rightarrow m/z: 169 [C_{12}H_{25}]^{+}$

$M^{+} \cdot 71 [C_5H_{11}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 155 [C_{11}H_{23}]^{+}$

$M^{+} \cdot 85 [C_6H_{13}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 141 [C_{10}H_{21}]^{+}$

$M^{+} \cdot 99 [C_7H_{15}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 127 [C_9H_{19}]^{+}$

$M^{+} \cdot 113 [C_8H_{17}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 113 [C_8H_{17}]^{+}$

$M^{+} \cdot 127 [C_9H_{19}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 99 [C_7H_{15}]^{+}$

$M^{+} \cdot 141 [C_{10}H_{21}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 85 [C_6H_{13}]^{+}$

$M^{+} \cdot 155 [C_{11}H_{23}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 71 [C_5H_{11}]^{+}$

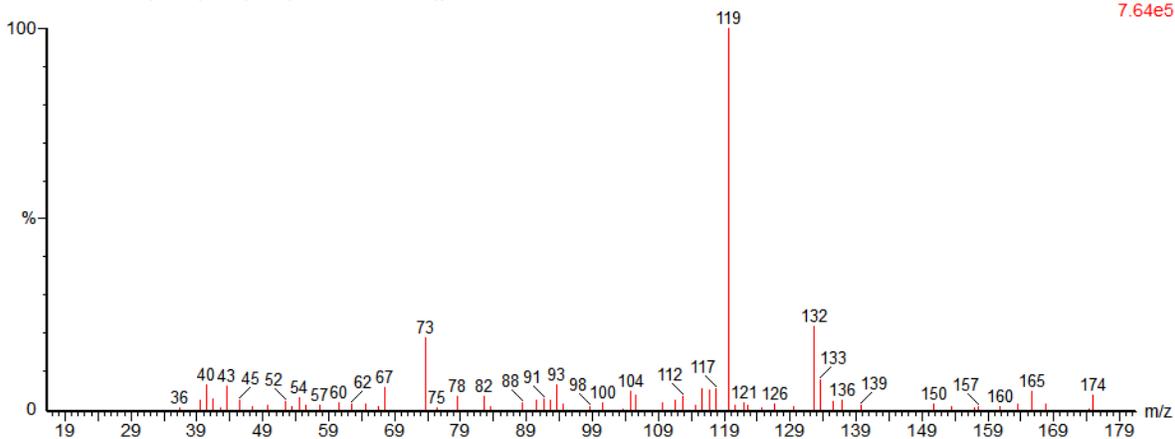
$M^{+} \cdot 169 [C_{12}H_{25}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 57 [C_4H_9]^{+}$

$M^{+} \cdot 183 [C_{13}H_{27}]^{\cdot} \rightarrow m/z: 43 [C_3H_7]^{+}$

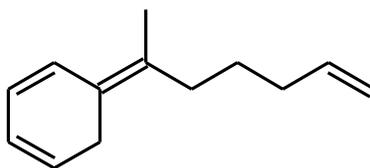
Espectro 16

Chucho 01 B 351 (6.972) Cm (351-(349:350+352:353))

Scan EI+
7.64e5



Estructura propuesta

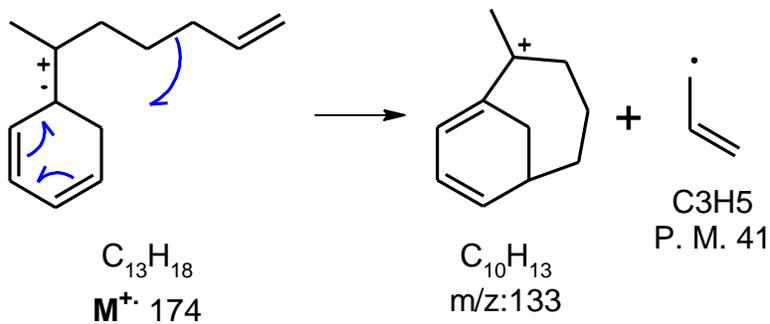


26

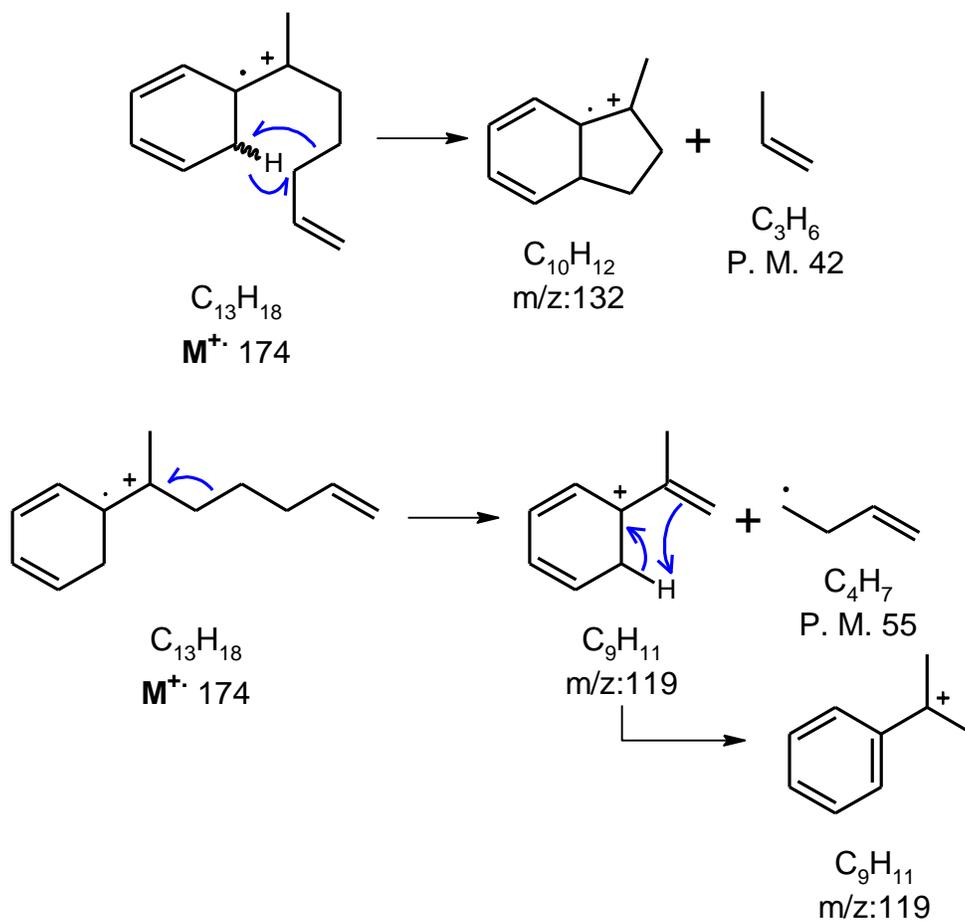
5-(hept-6-en-2iliden)-ciclohexa-1, 3-dieno

$C_{13}H_{18}$

M^+ 174



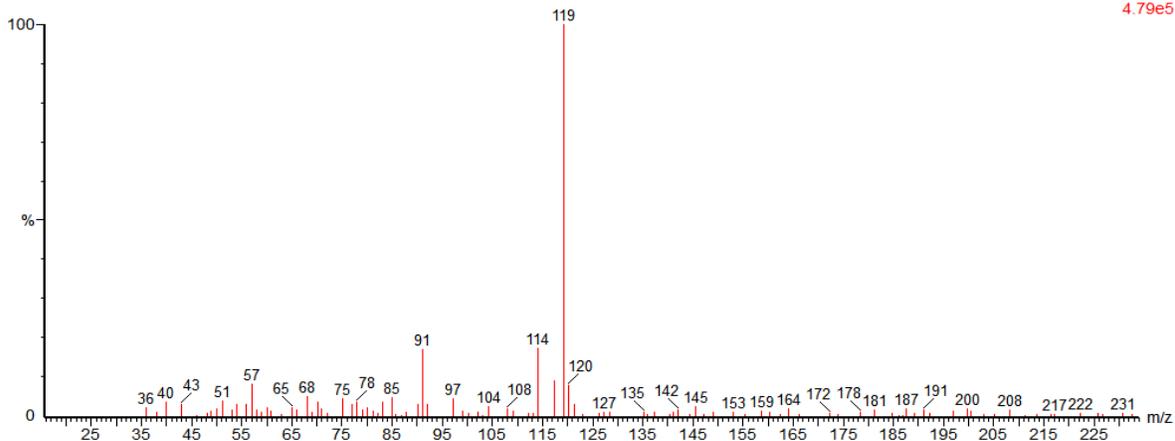
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



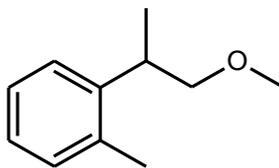
Espectro 17

Chucho 01 B 356 (7.043) Cm (355:357-(354:355+357:359))

Scan EI+
4.79e5



Estructura propuesta

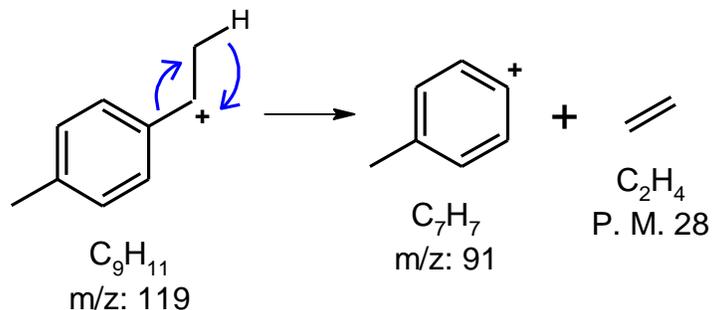
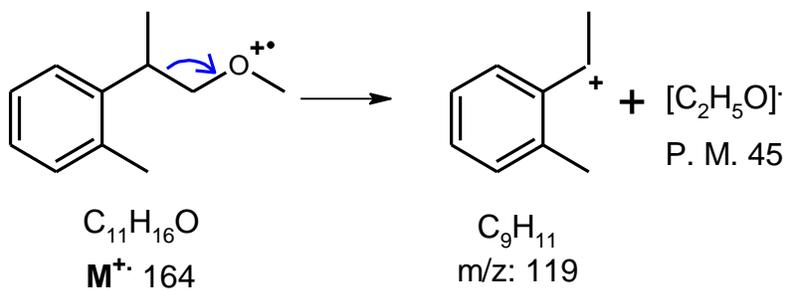


27

1-(1-Metil-2-metoxi-etil)-2-metilbenceno

$C_{11}H_{16}O$

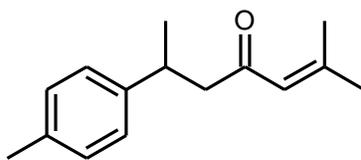
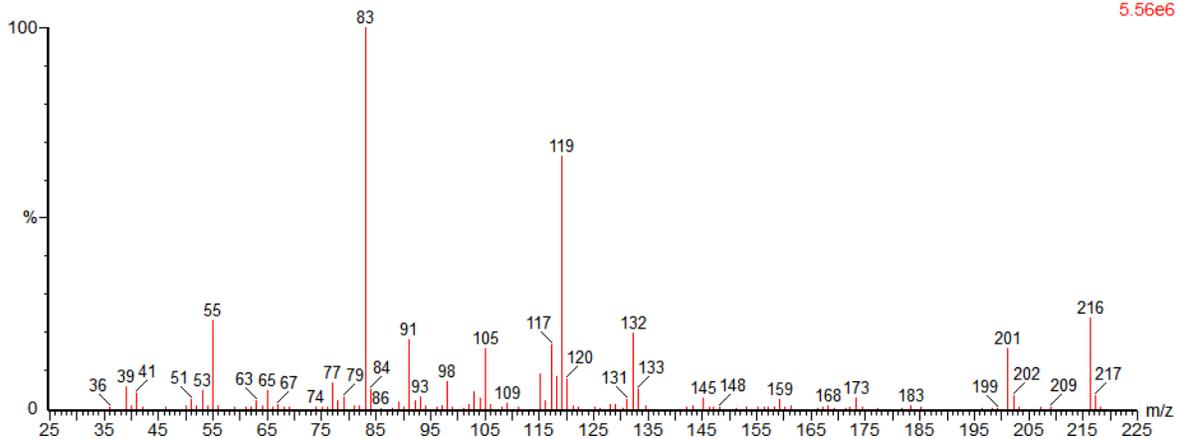
M^+ 164



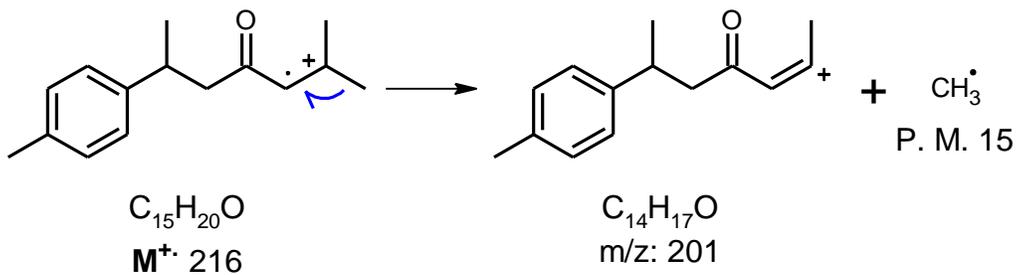
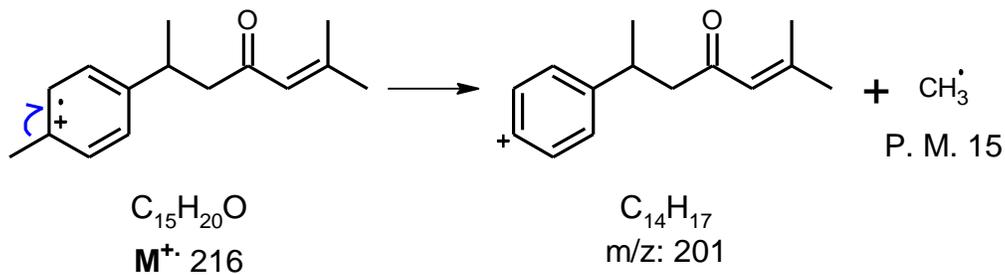
Espectro 18

Chucho 01 B 370 (7.242) Cm (369:373-(368:369+373:374))

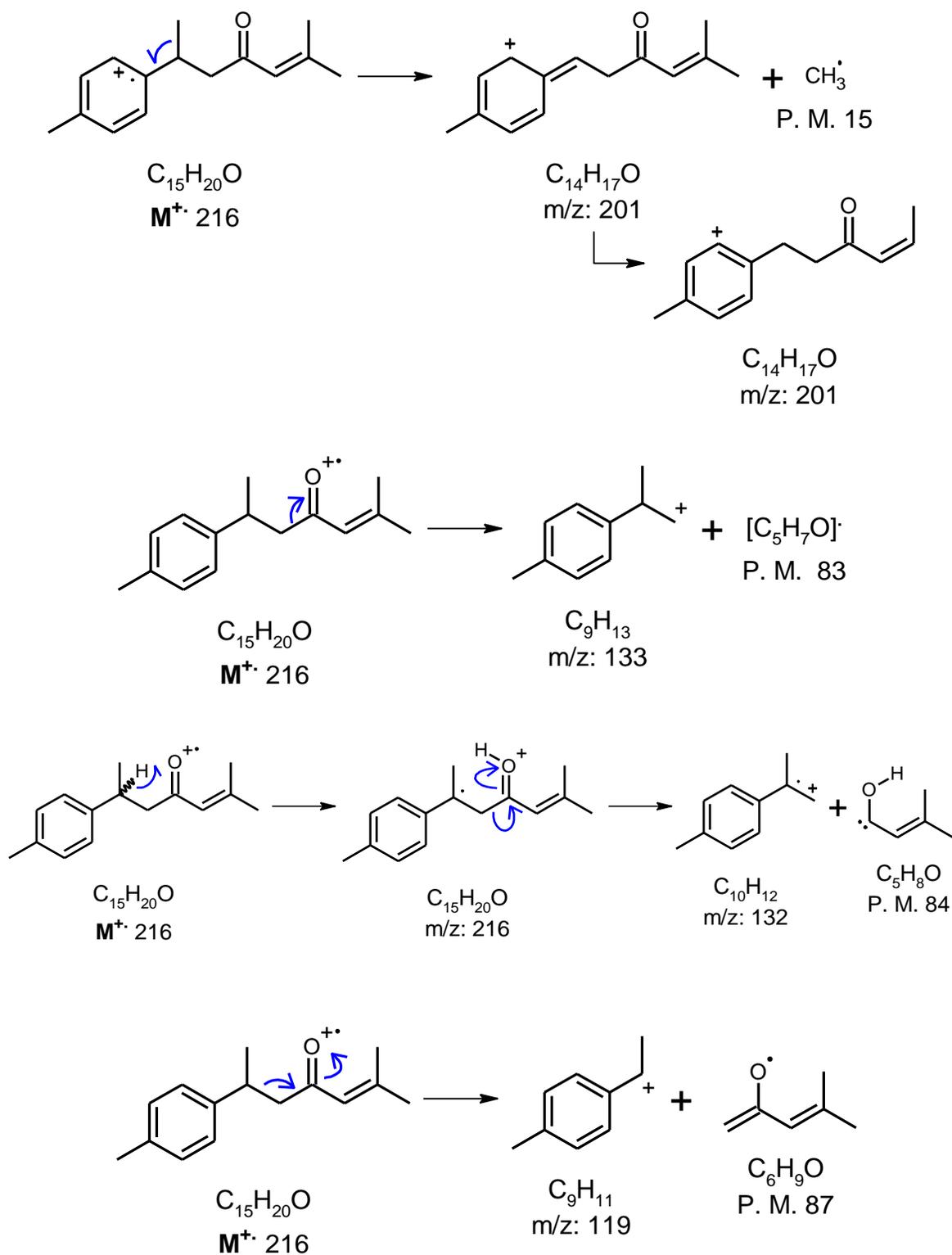
Scan EI+
5.56e6



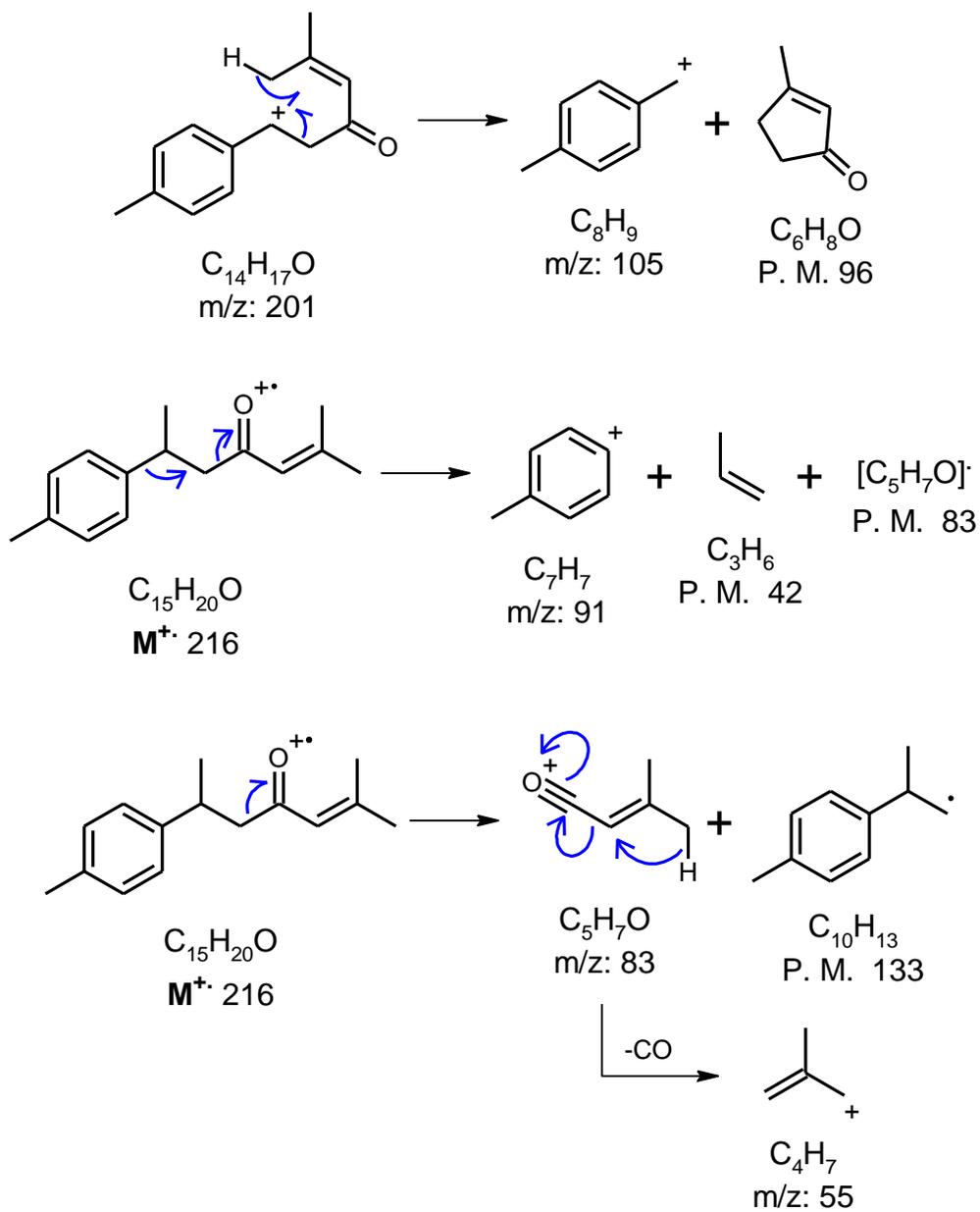
28
Ar-Turmerona
 $C_{15}H_{20}O$
 M^{+} 216



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



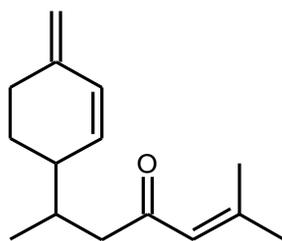
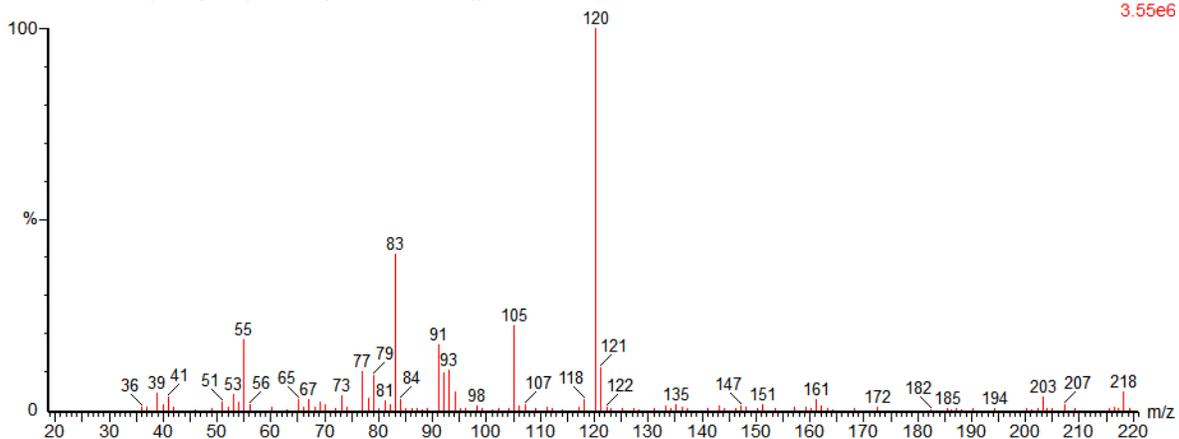
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 19

Chucho 01 B 384 (7.440) Cm (383:384-(382:383+386:387))

Scan EI+
3.55e6

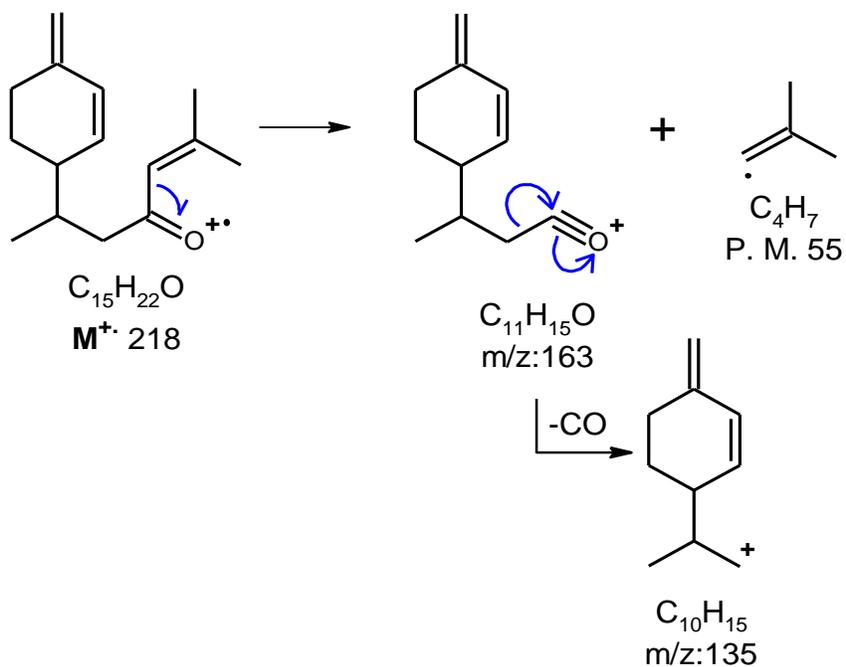


29

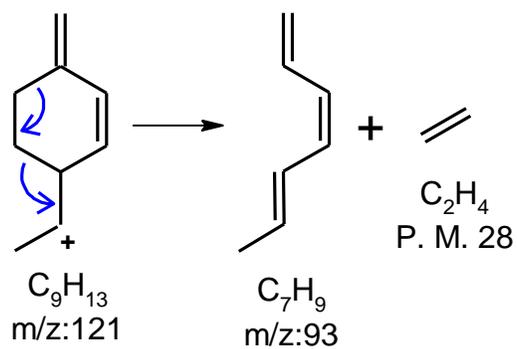
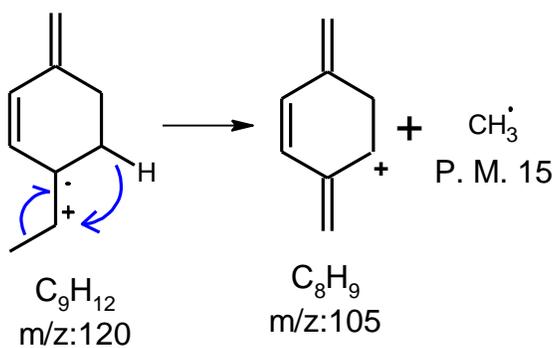
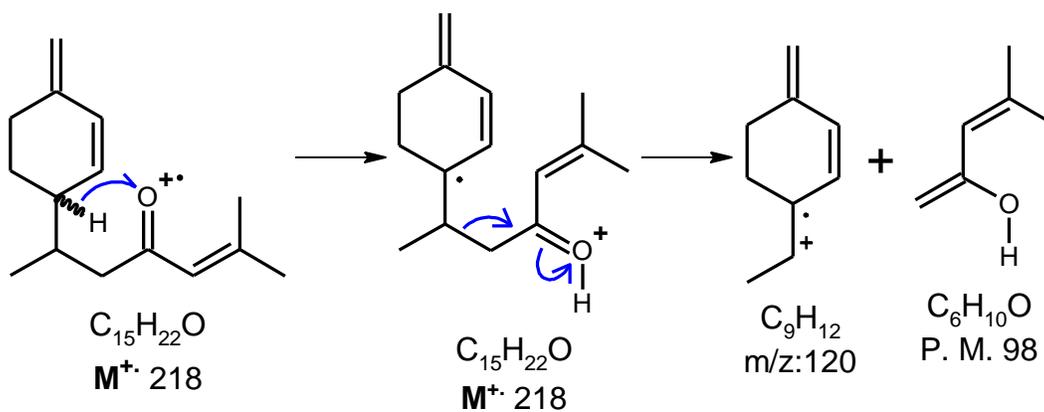
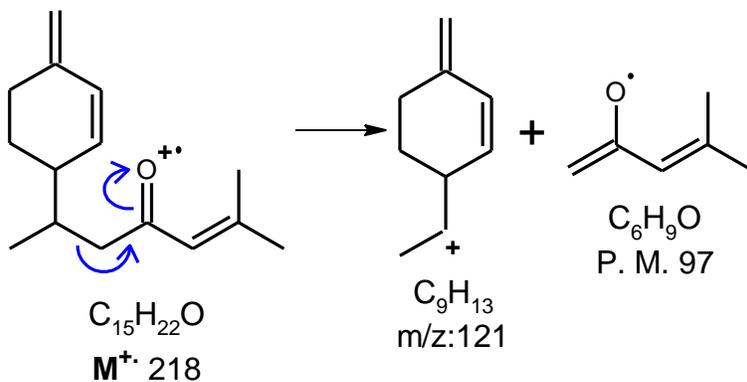
Curcuma

$C_{15}H_{22}O$

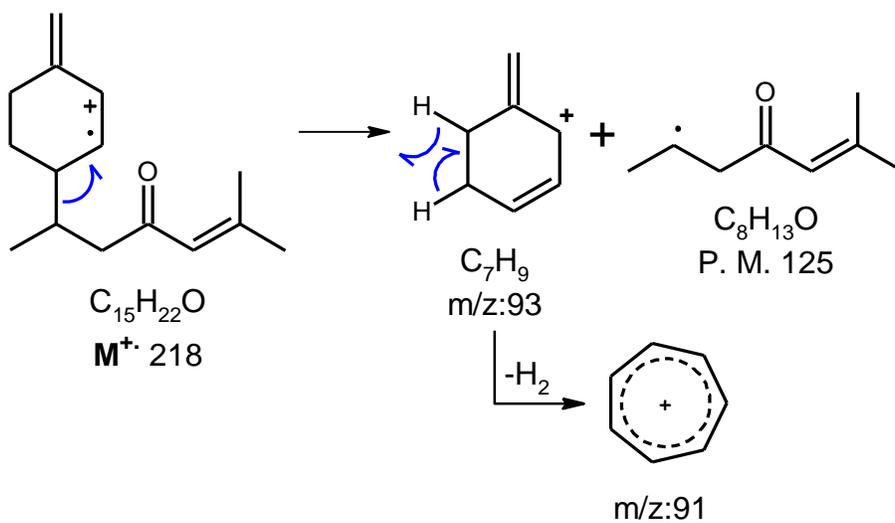
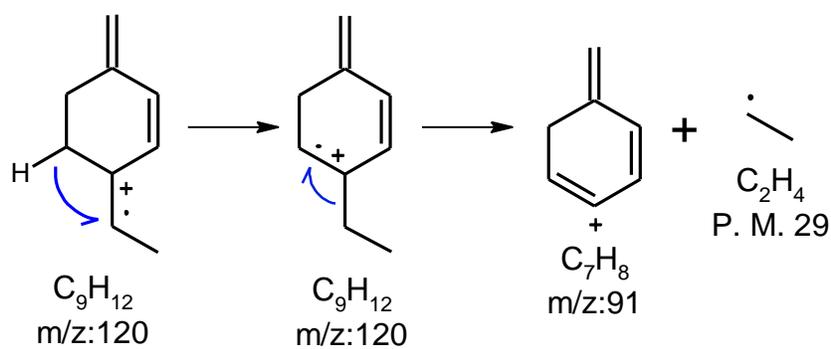
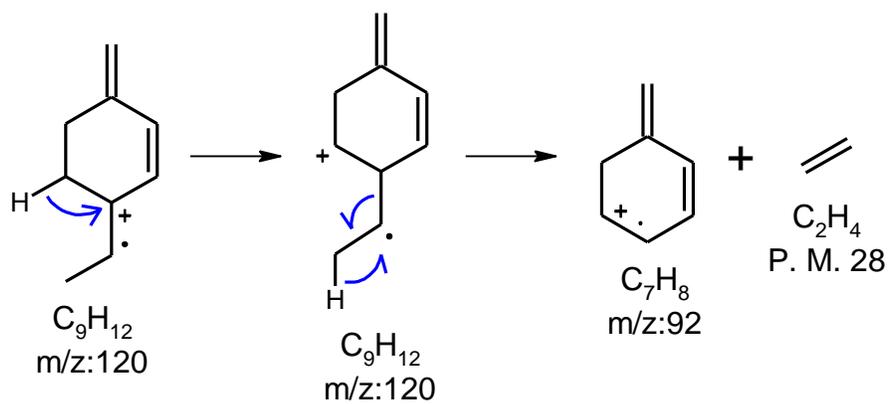
M^+ 218



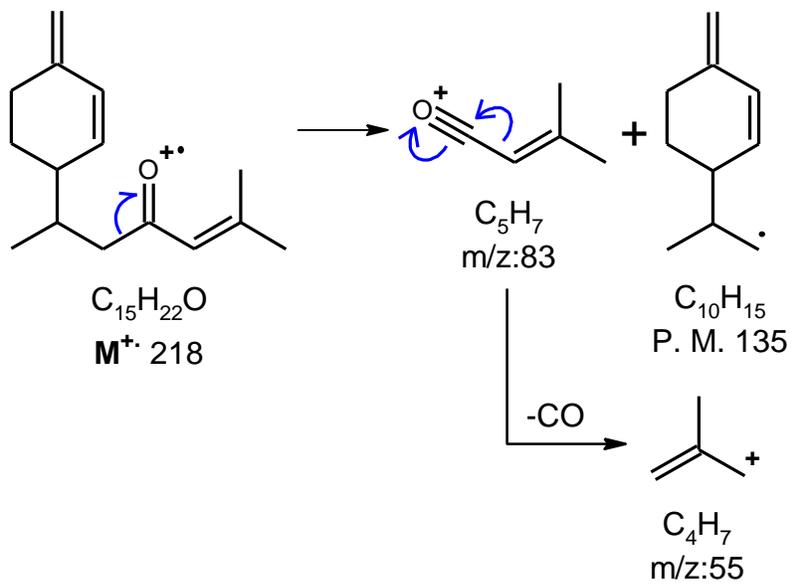
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



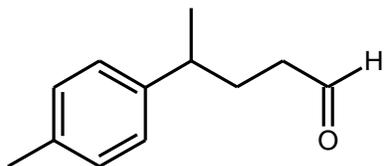
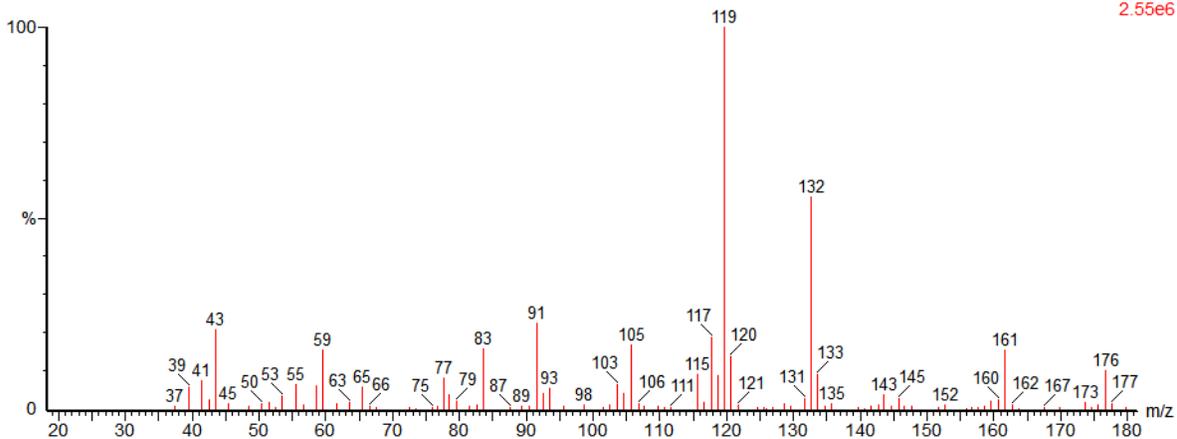
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 20

Chucho 01 B 385 (7.454) Cm (385:387-(381:383+391:394))

Scan E1+
2.55e6

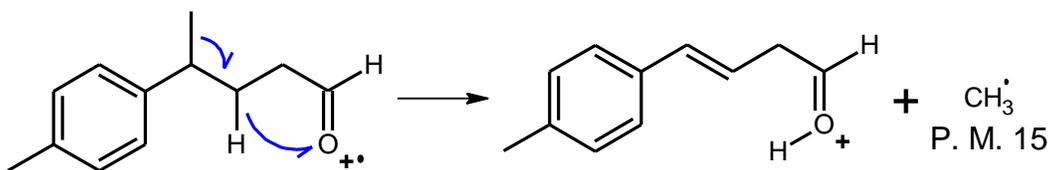


30

4-(4-metil-bencen)-pentanal

$C_{12}H_{16}O$

M^+ 176

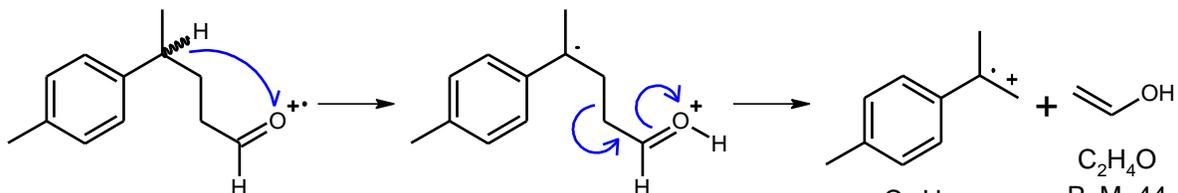


$C_{12}H_{16}O$

M^+ 176

$C_{11}H_{13}O$

m/z:161



$C_{12}H_{16}O$

M^+ 176

$C_{12}H_{16}O$

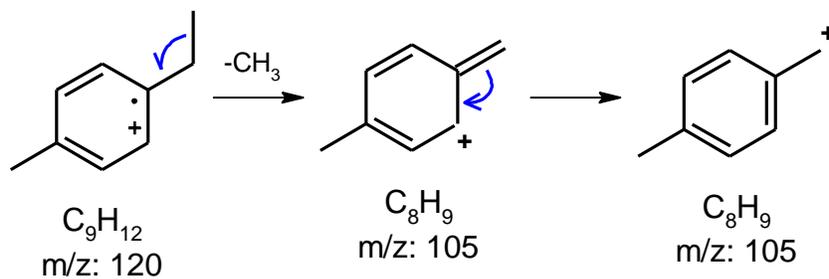
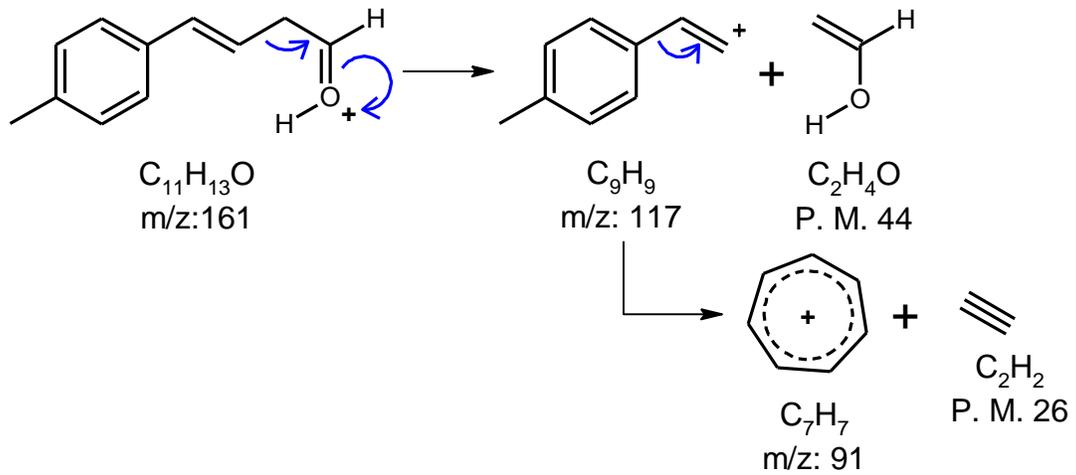
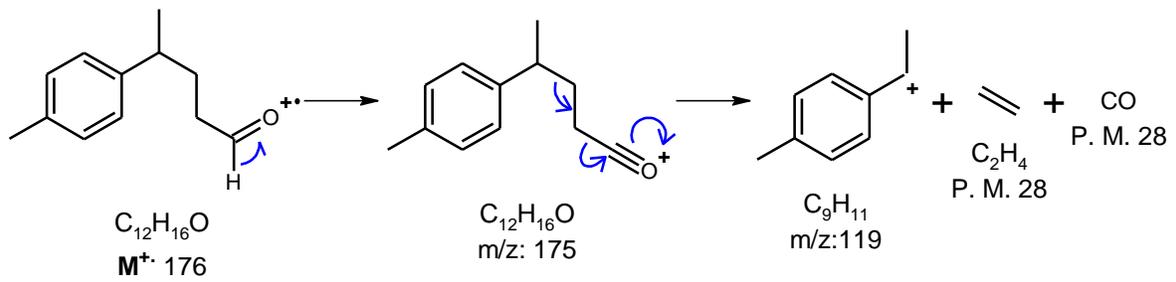
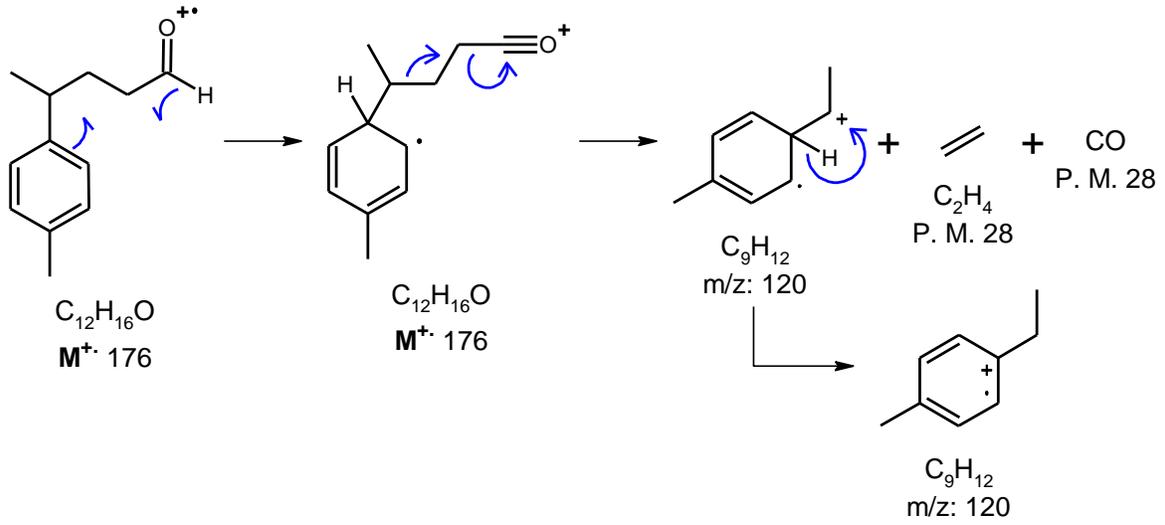
M^+ 176

$C_{10}H_{12}$

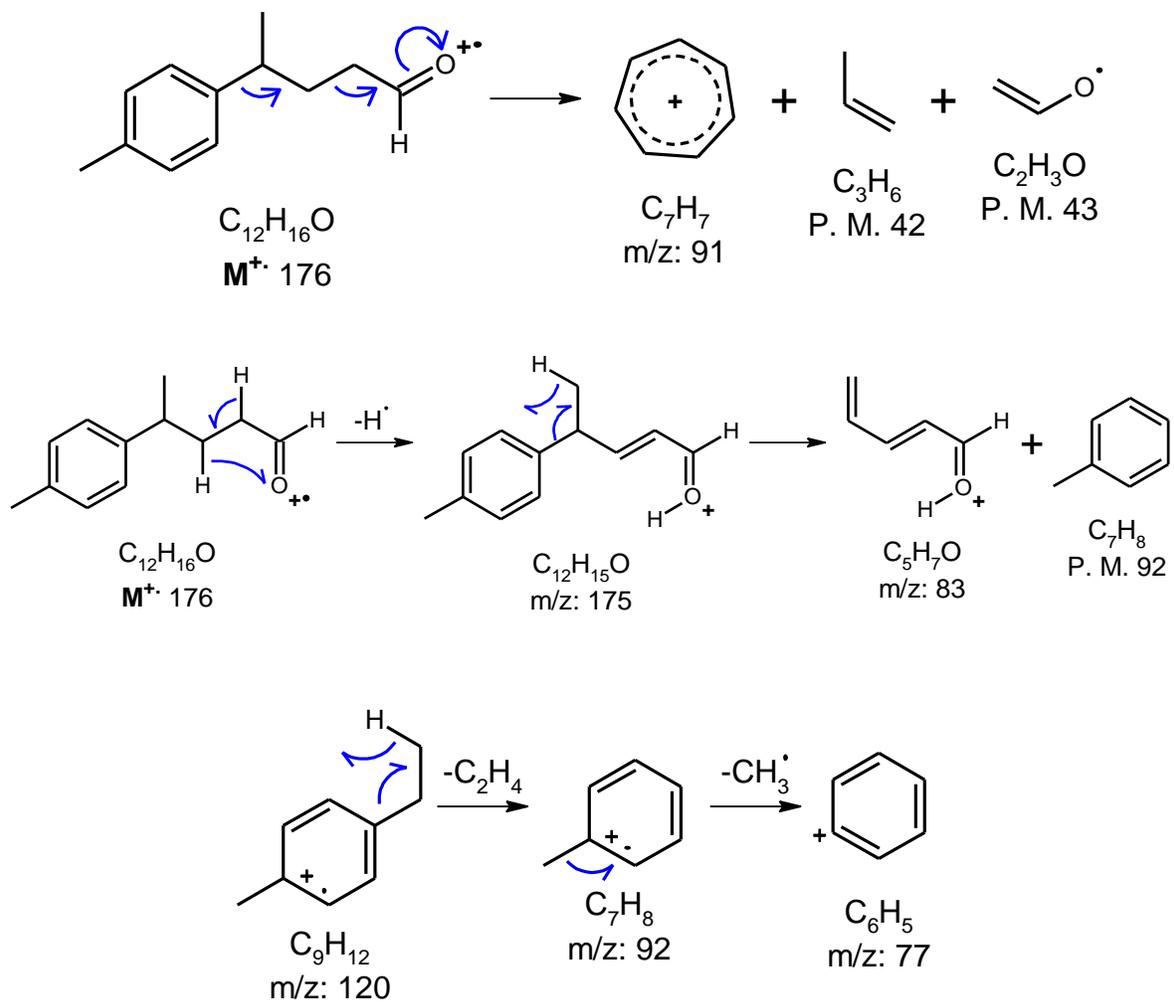
m/z:132

C_2H_3O
P. M. 44

Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



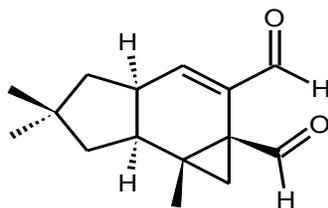
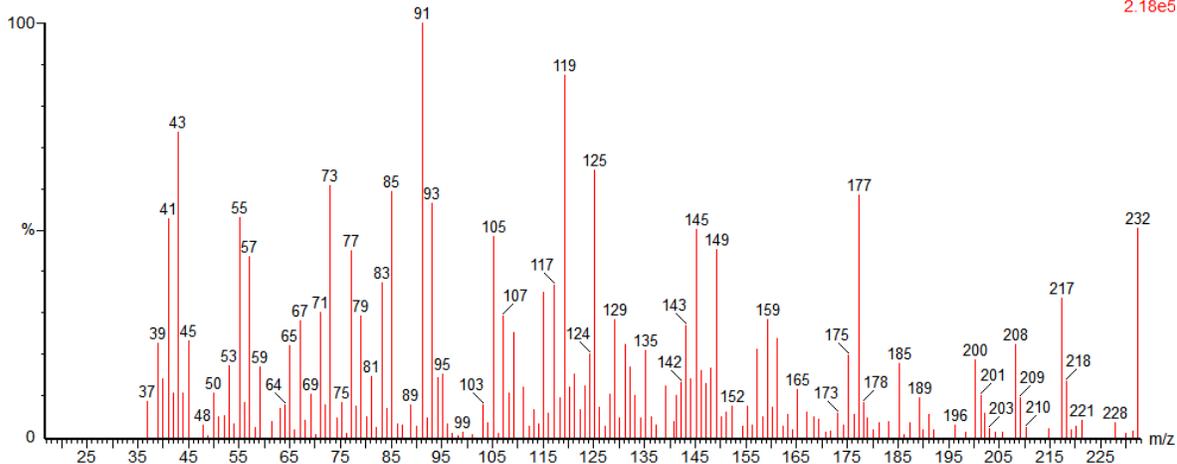
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



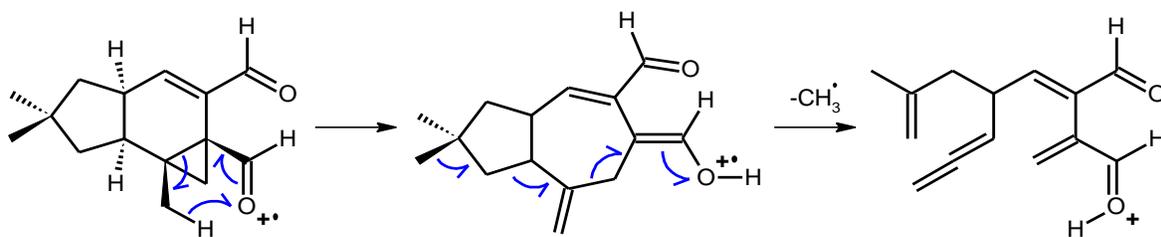
Espectro 21

Chucho 01 B 389 (7.511) Cm (387:391-(379:382+392:395))

Scan E+
2.18e5



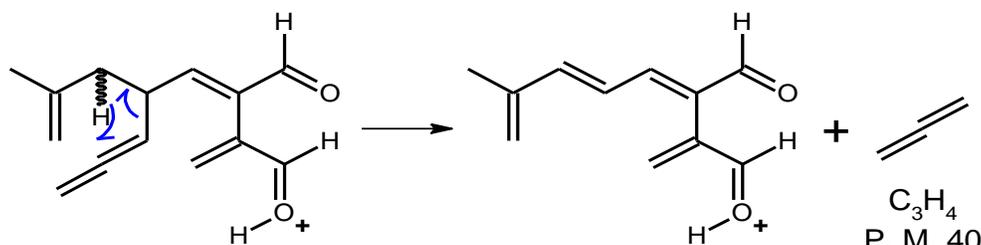
31
Isovelleral
 $C_{15}H_{20}O_2$
 M^+ 232



$C_{15}H_{20}O_2$
 M^+ 232

$C_{15}H_{20}O_2$
m/z: 232

$C_{14}H_{17}O_2$
m/z: 217

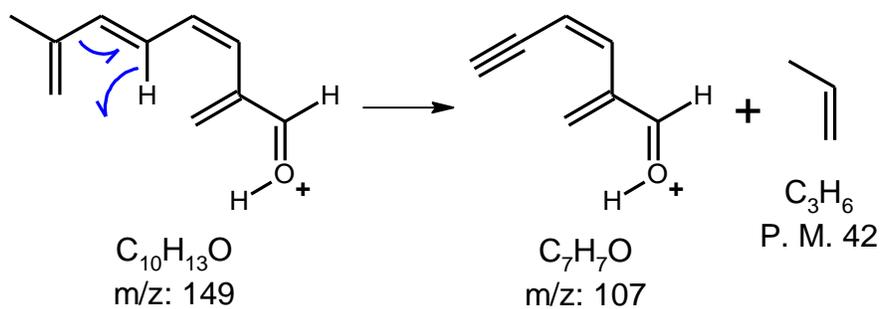
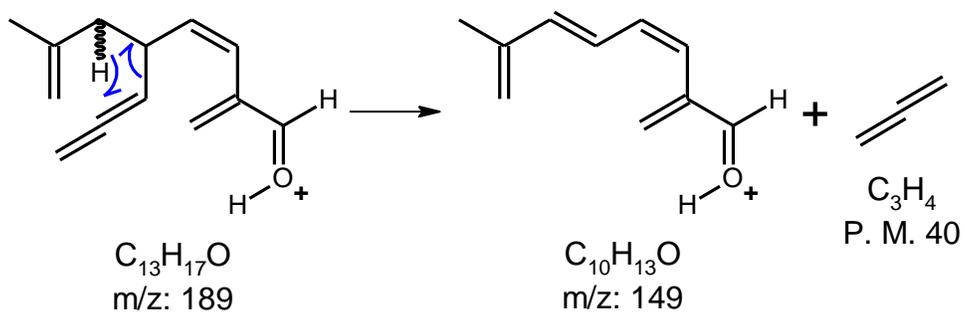
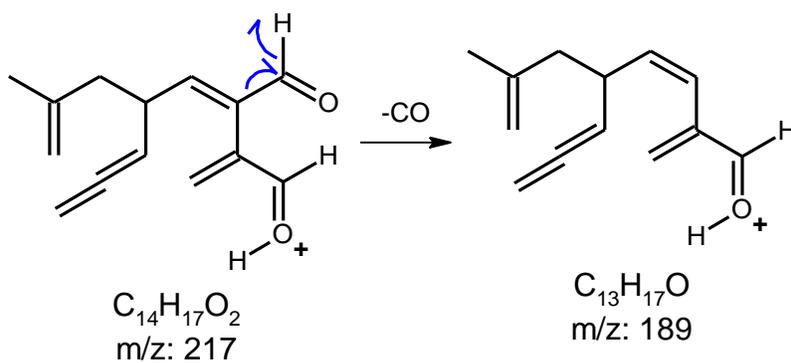
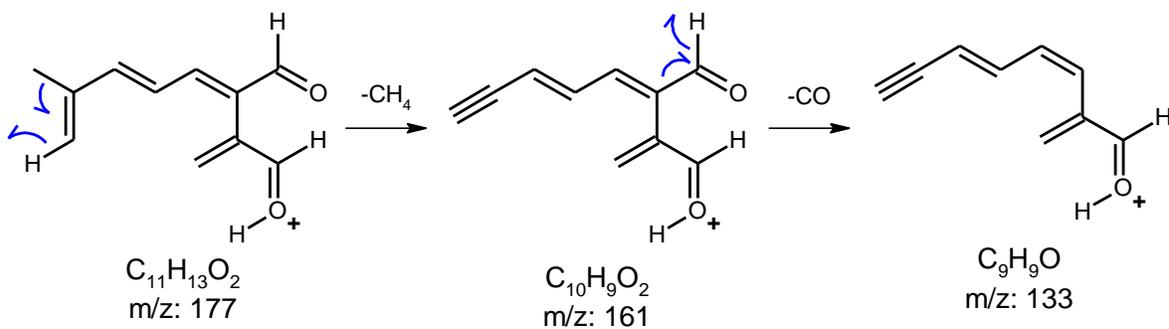


$C_{14}H_{17}O_2$
m/z: 217

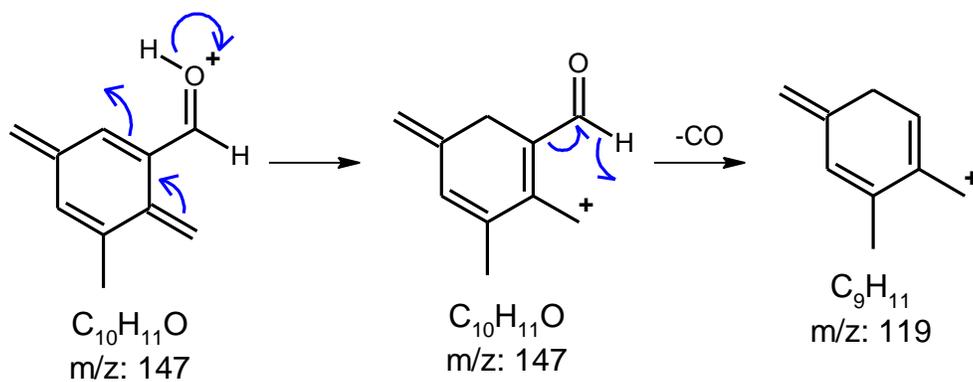
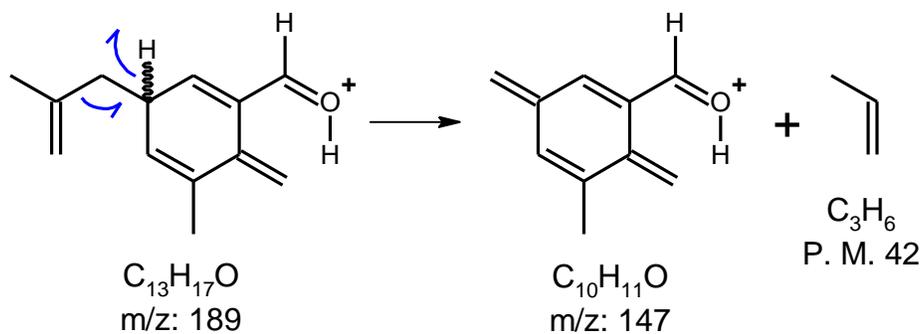
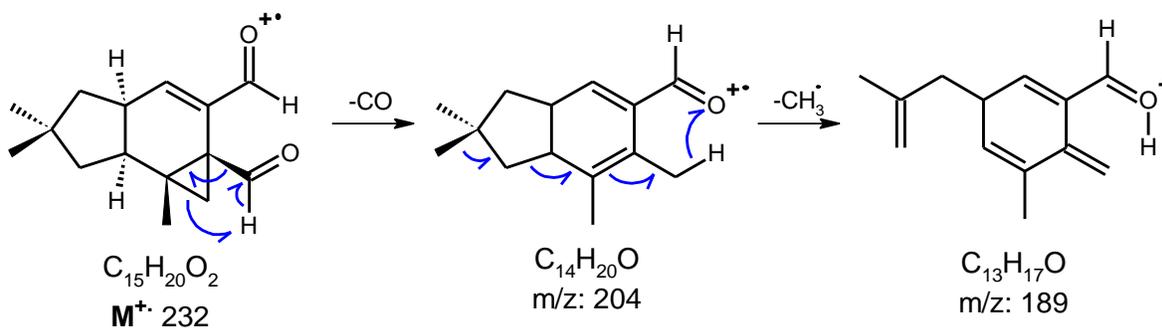
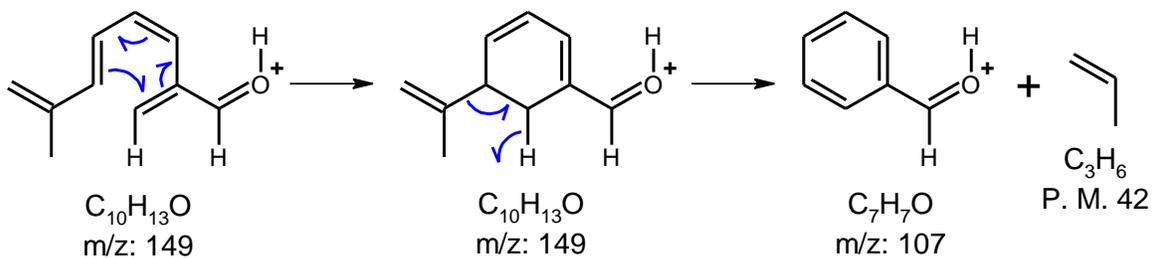
$C_{11}H_{13}O_2$
m/z: 177

C_3H_4
P. M. 40

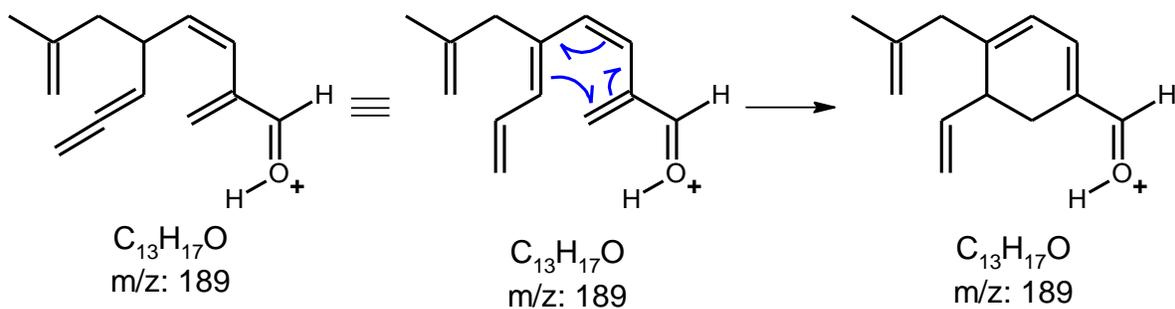
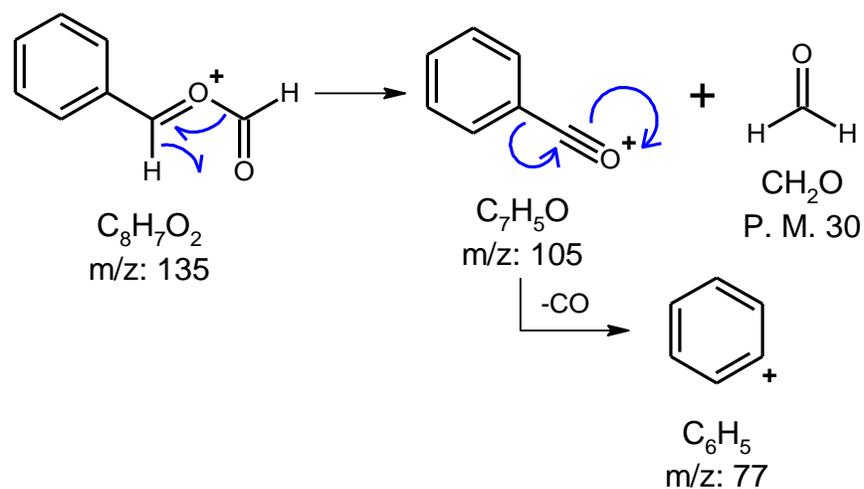
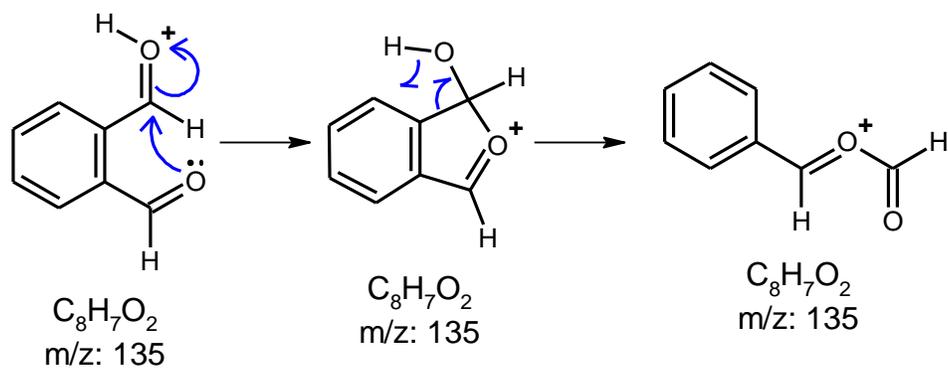
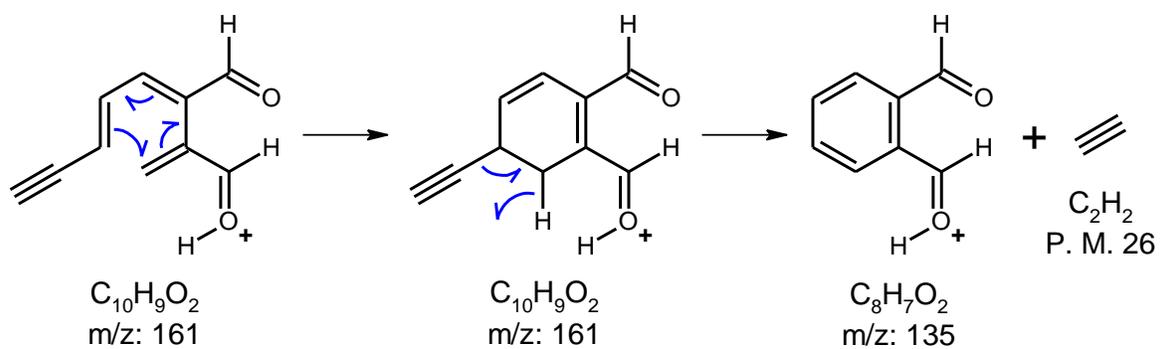
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



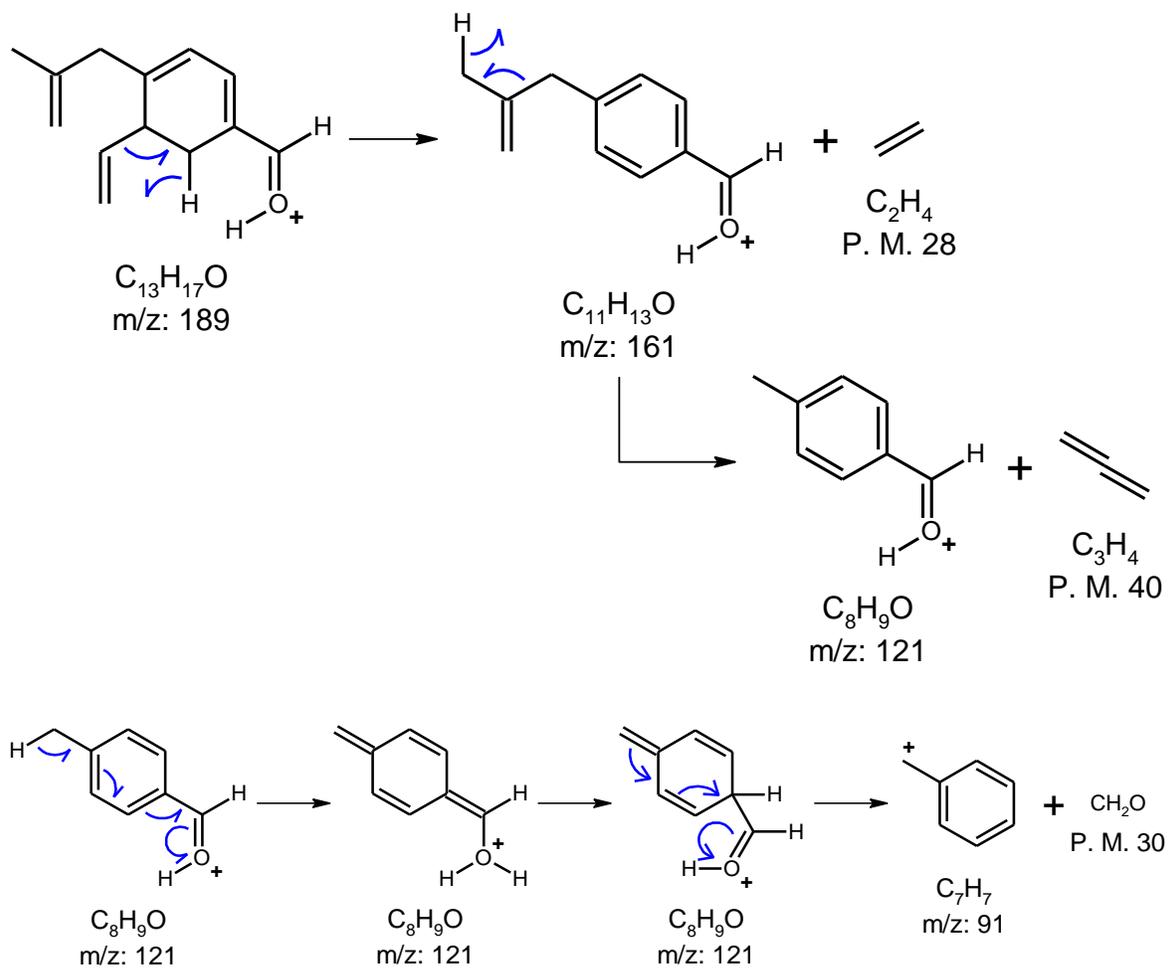
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



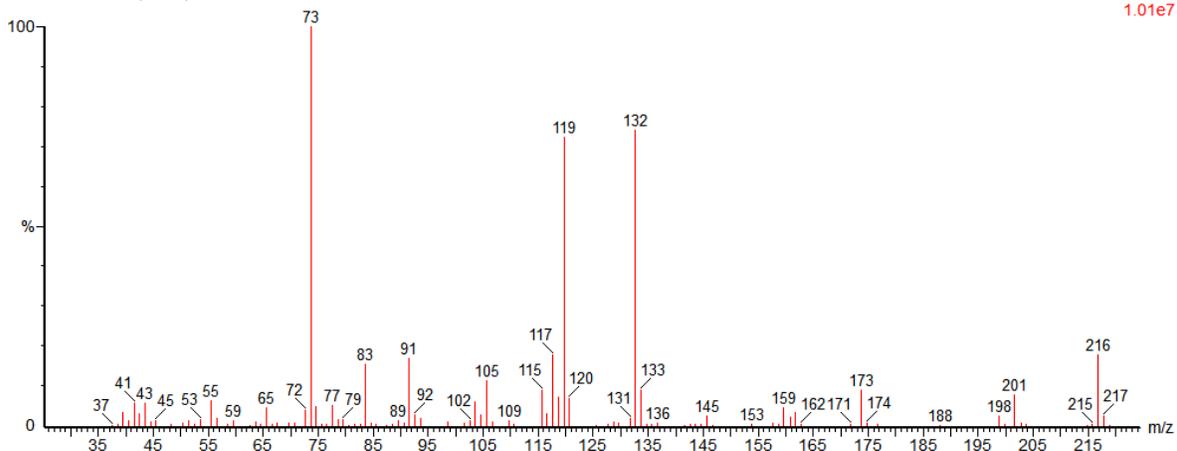
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



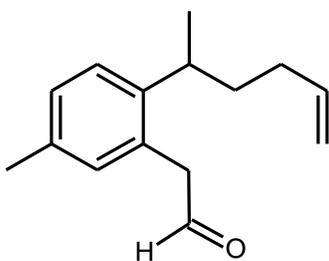
Espectro 22

Chucho 01 B 406 (7.752)

Scan EI+
1.01e7



Estructura propuesta

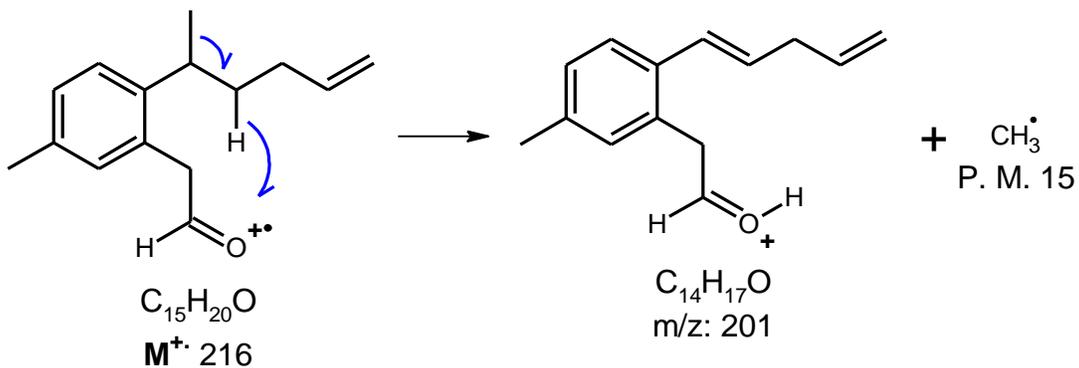


36

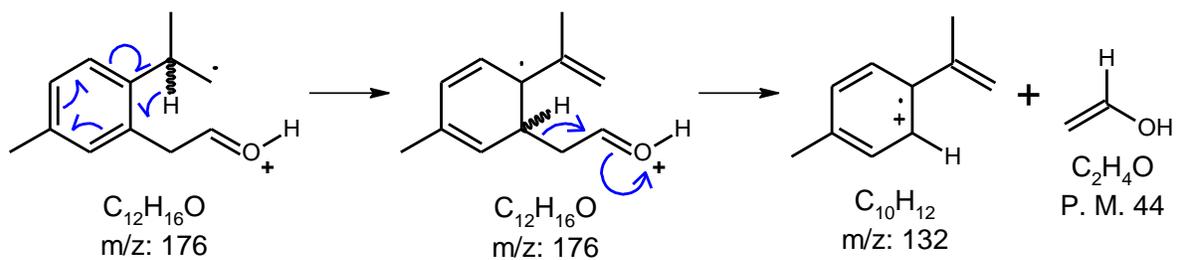
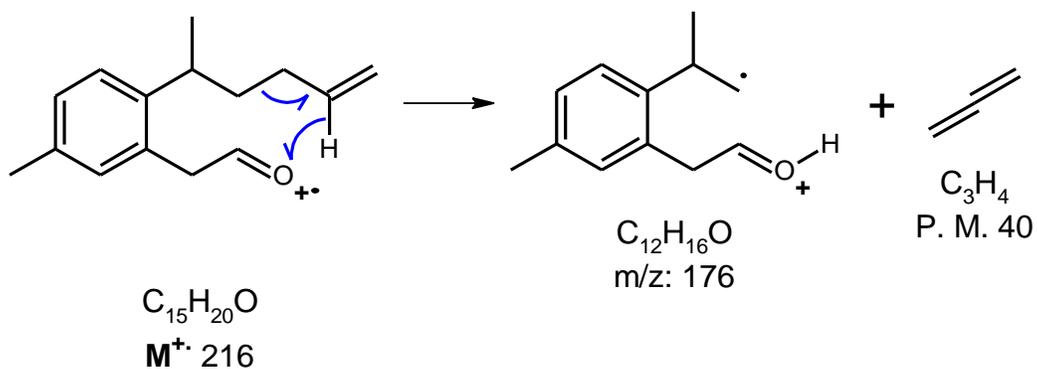
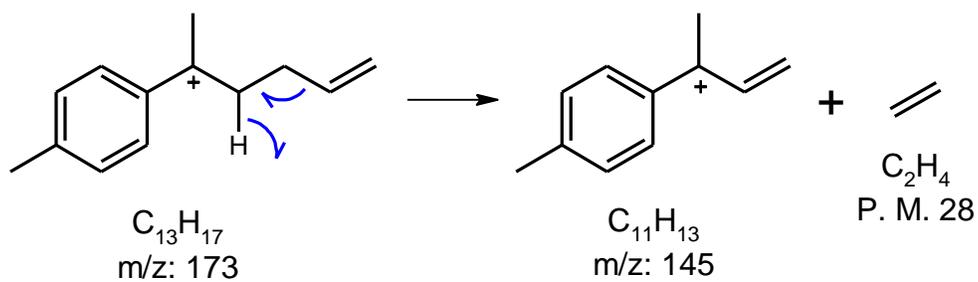
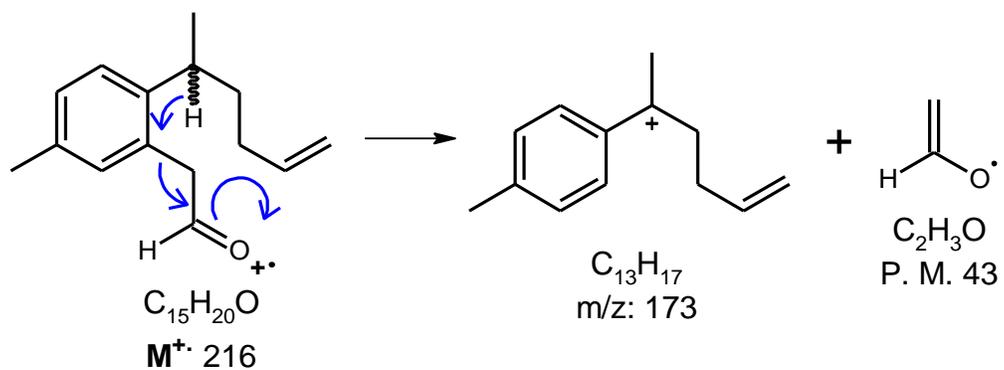
[2-(hex-5-en-2-il)-5-metil-fenil] acetaldehído

$C_{15}H_{20}O$

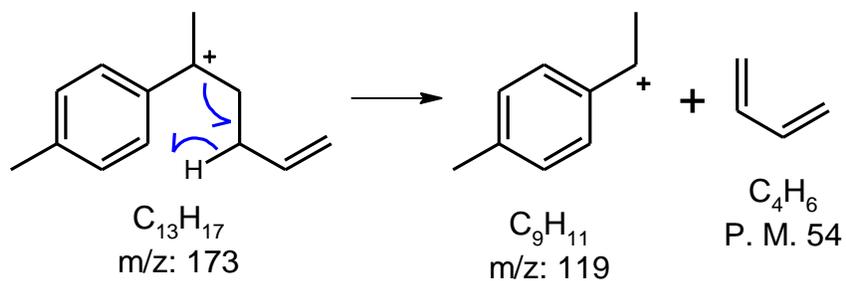
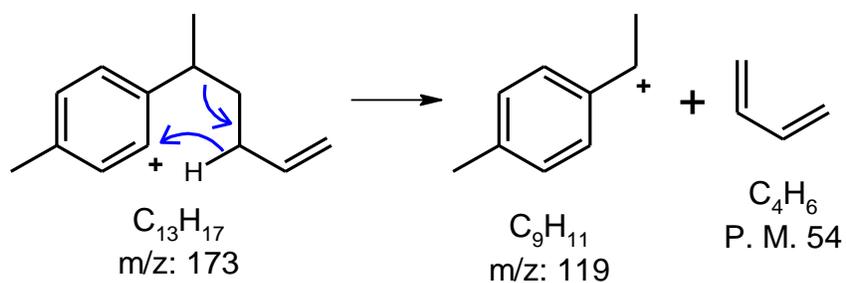
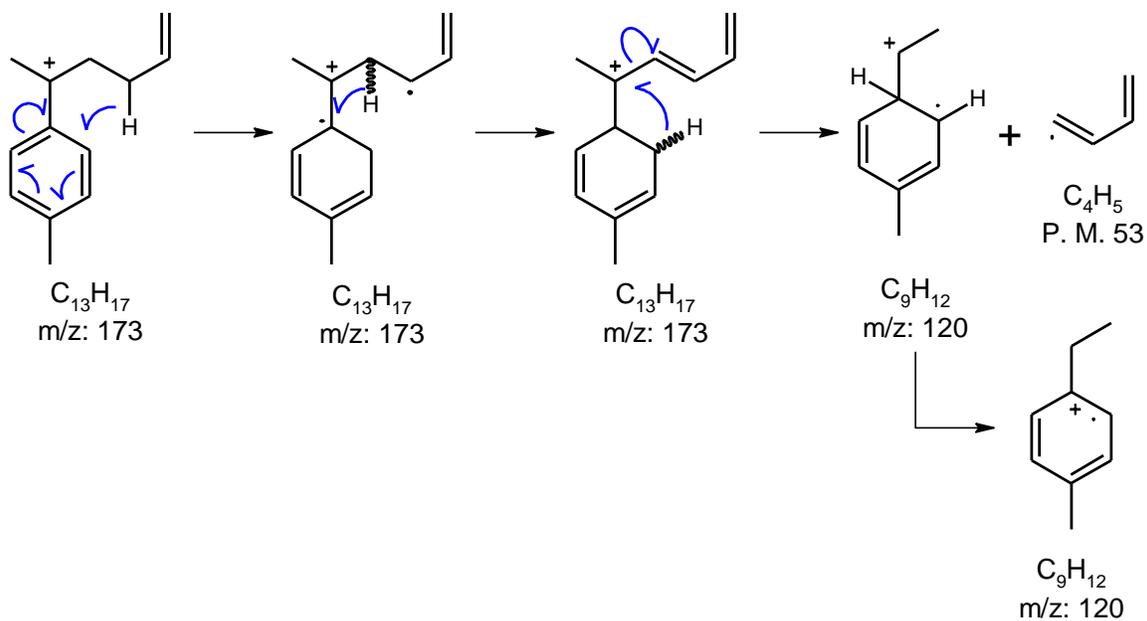
M^+ 216



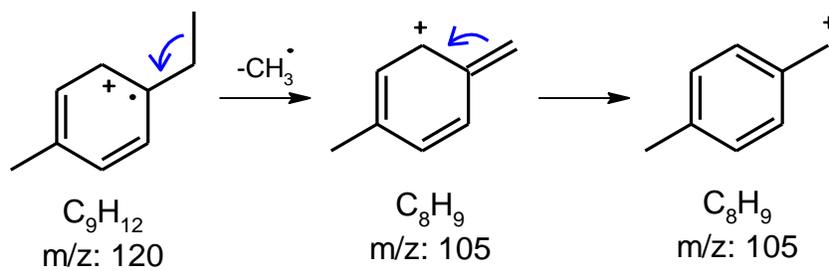
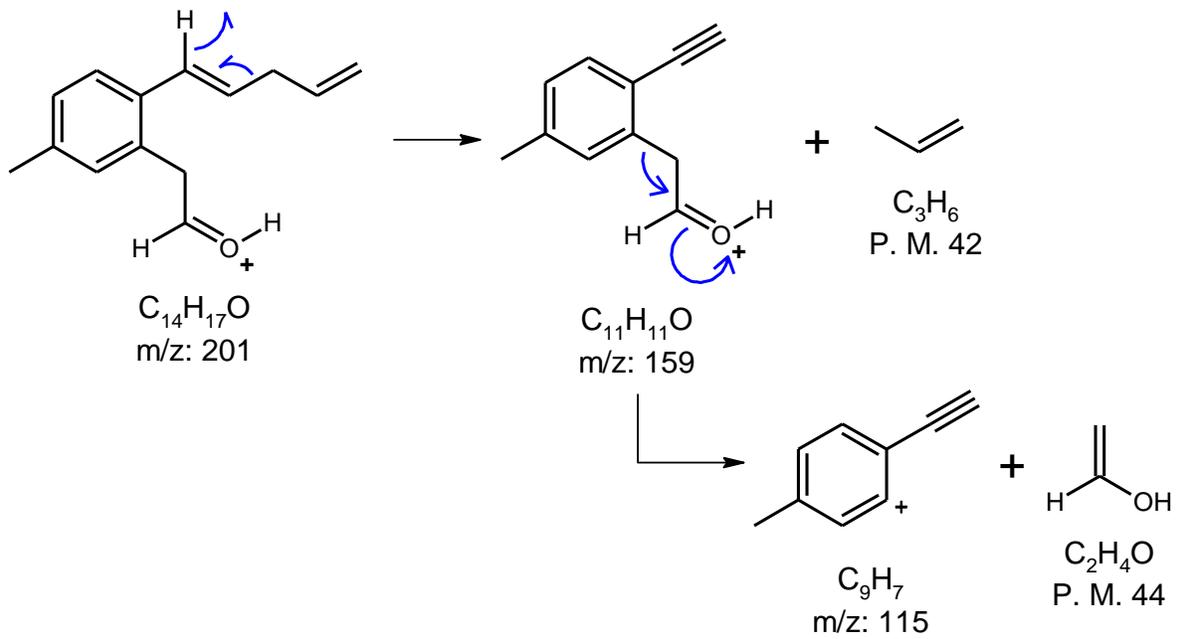
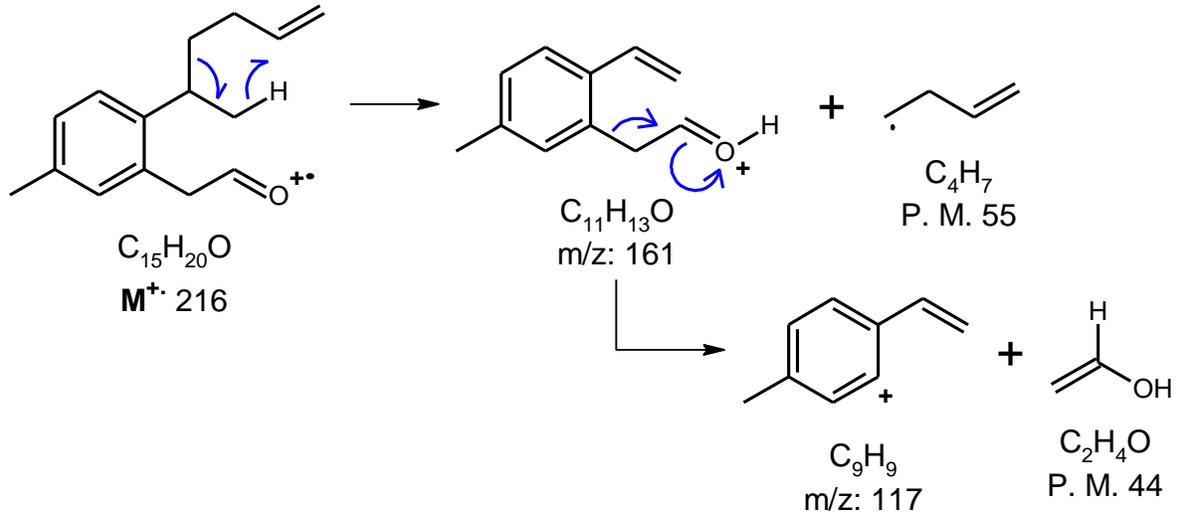
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



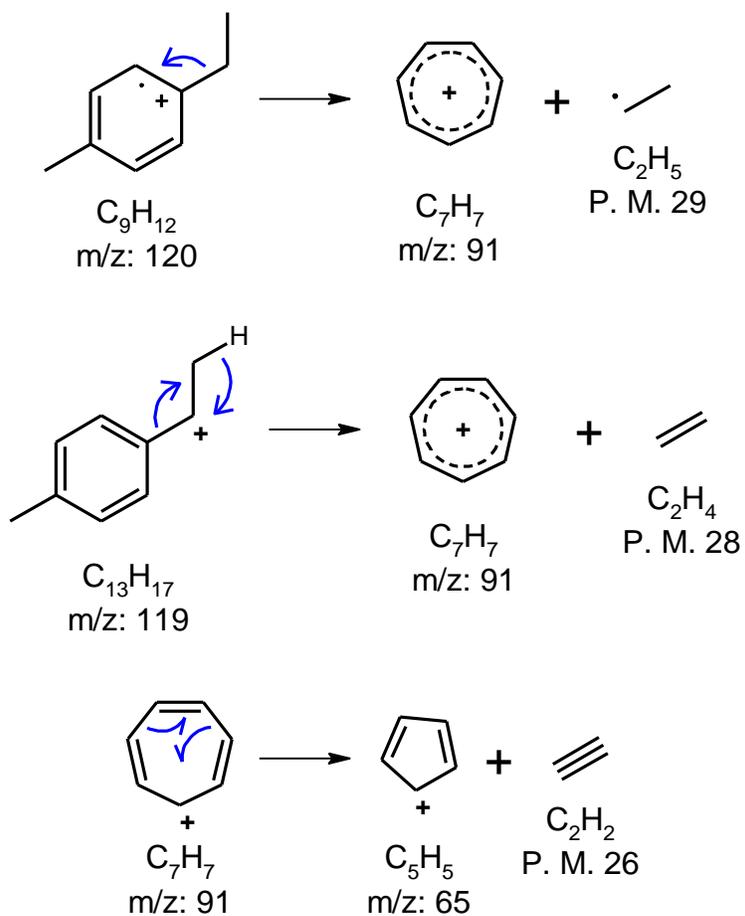
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



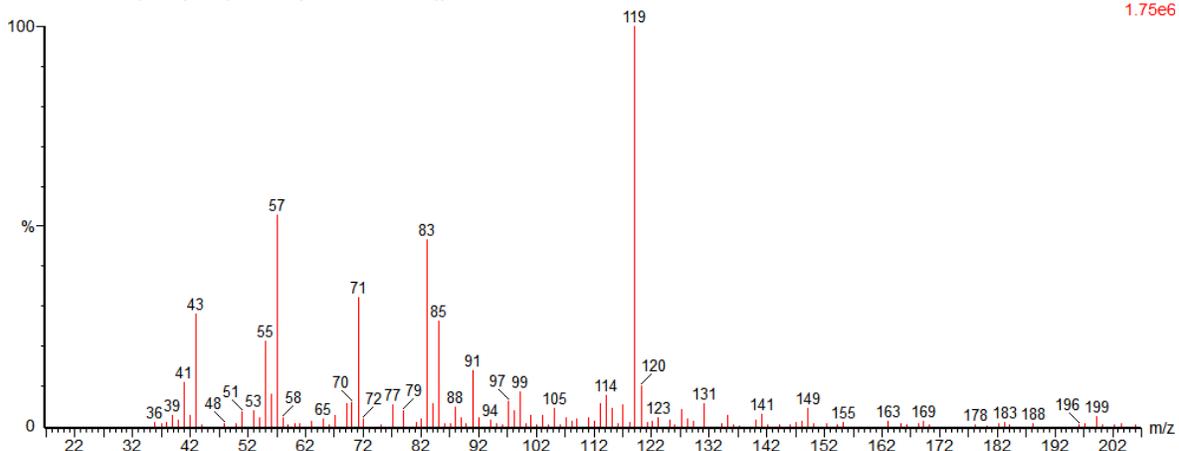
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



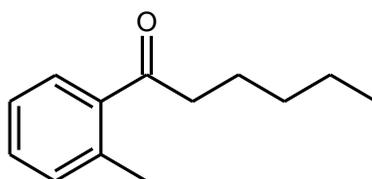
Espectro 23

Chucho 01 B 411 (7.823) Cm (410:412-(407:409+413:420))

Scan EI+
1.75e6



Estructura propuesta

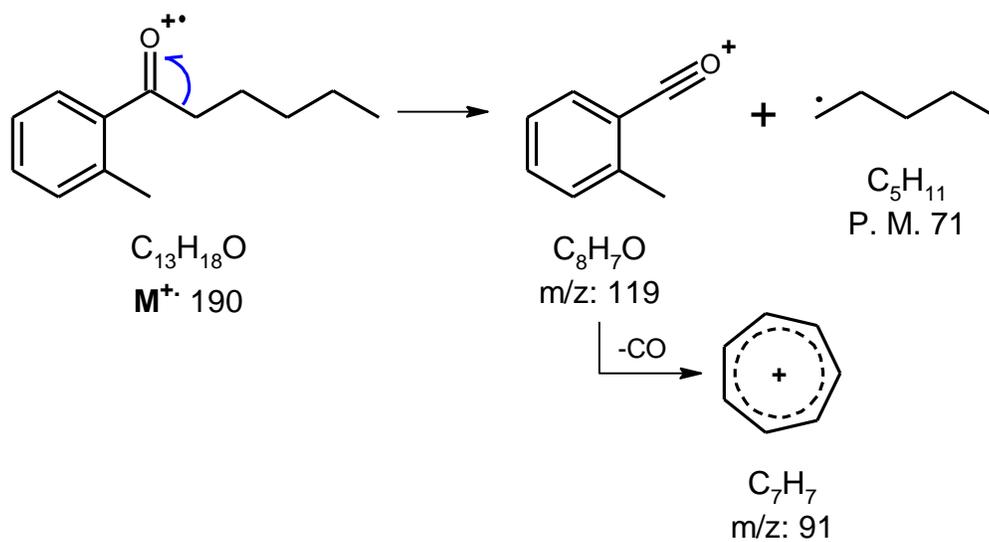


32

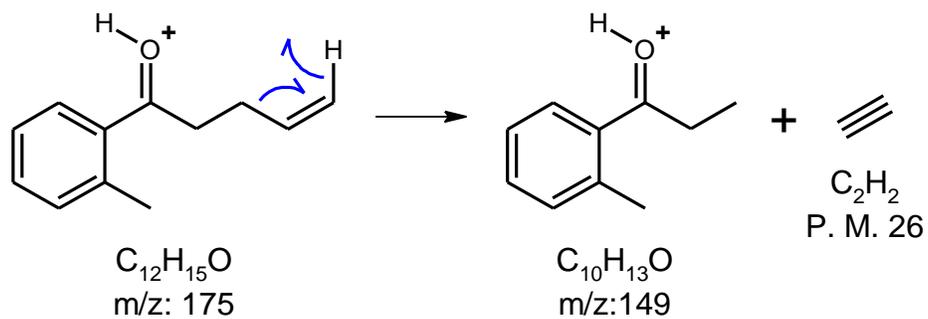
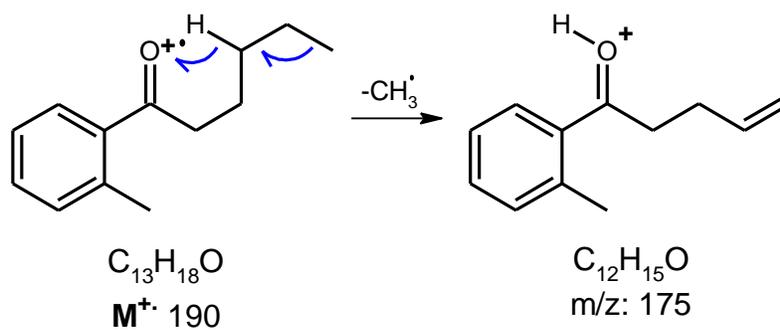
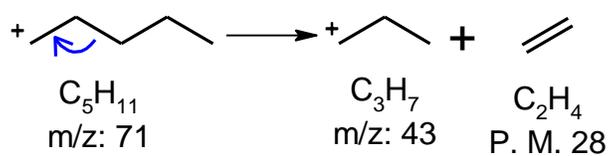
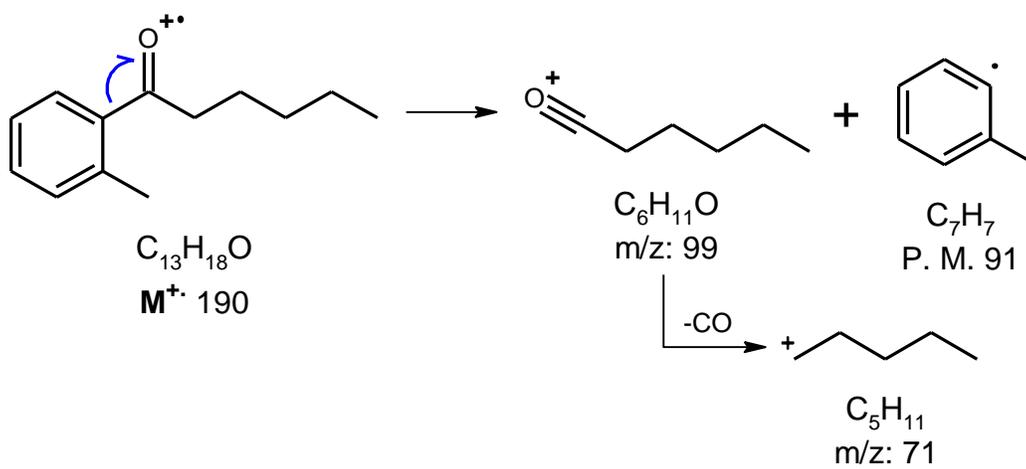
1-(2metilfenil)-hexantan-1-ona

$C_{13}H_{18}O$

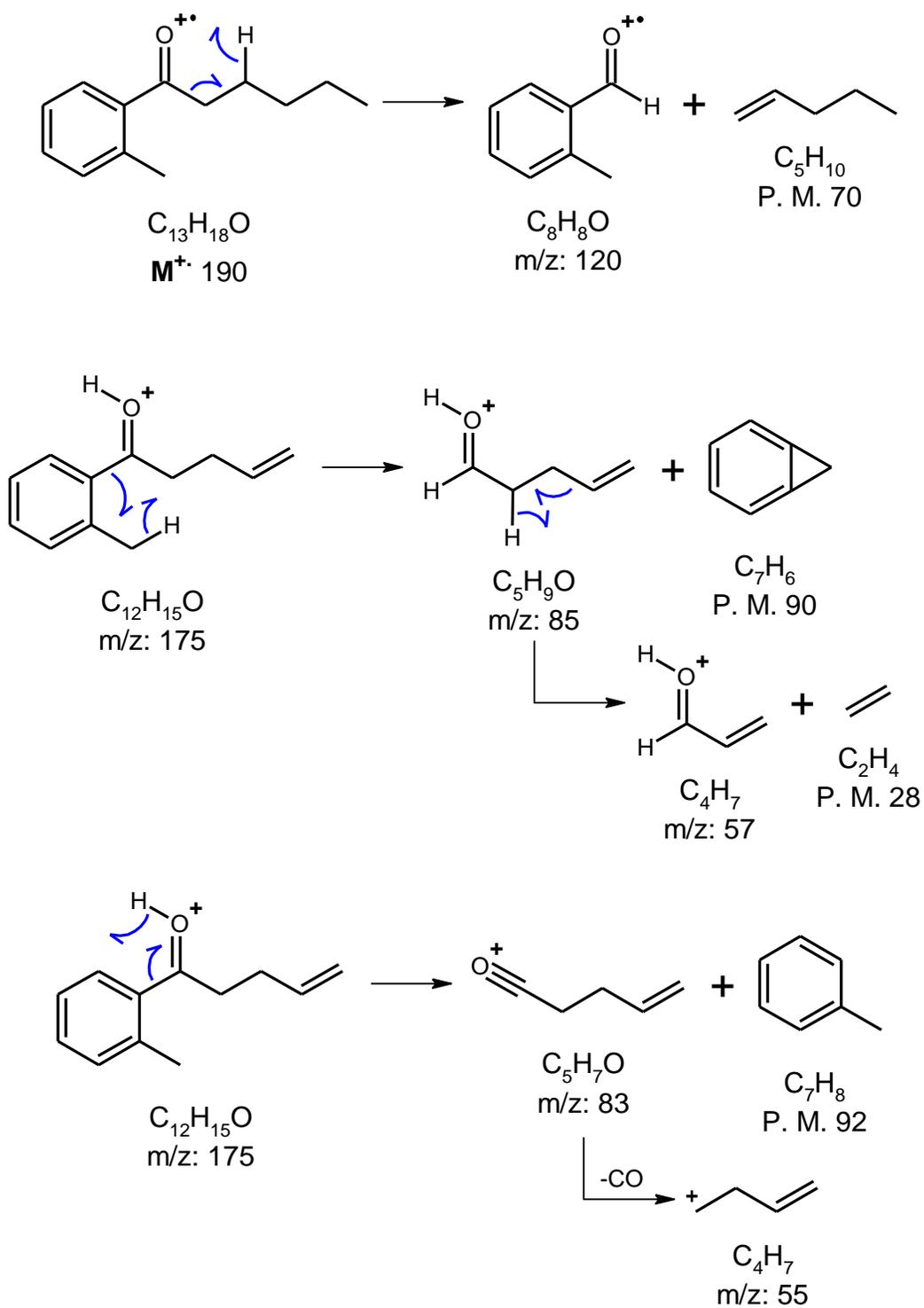
M^+ 190



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



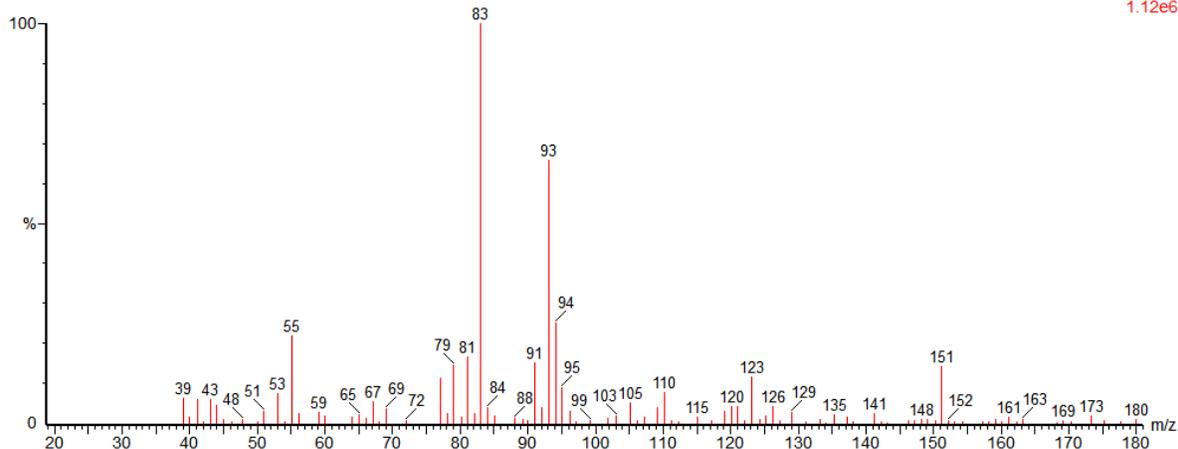
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



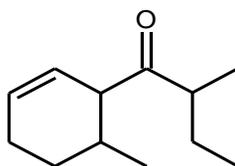
Espectro 24

Chucho 01 B 423 (7.993) Cm (421:425-(415:420+426:432))

Scan EI+
1.12e6



Estructura propuesta

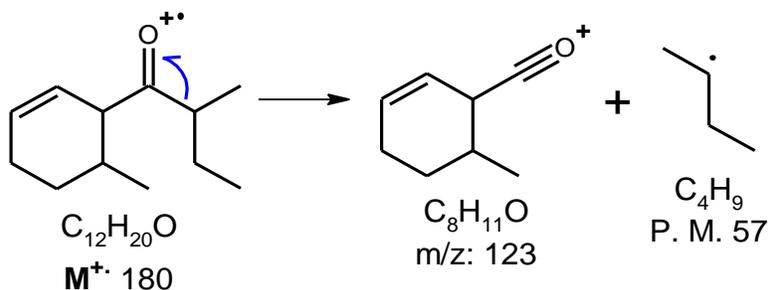
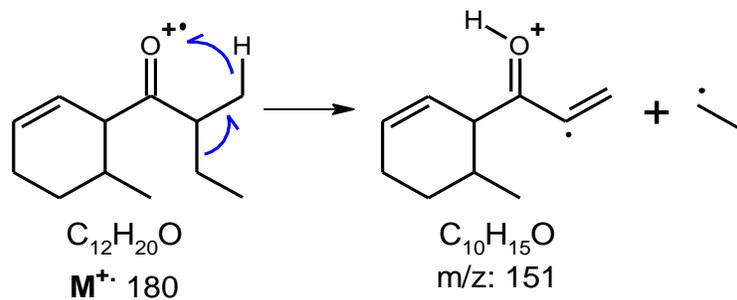


33

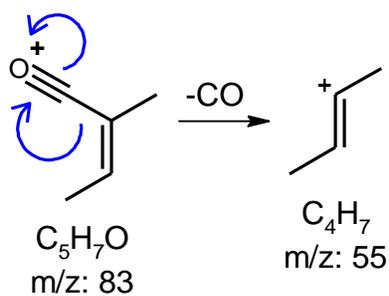
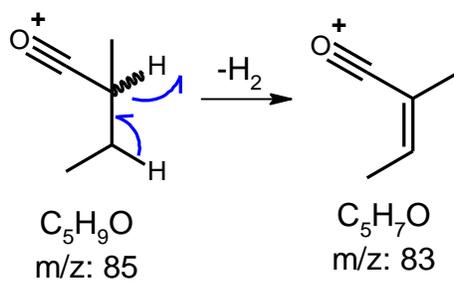
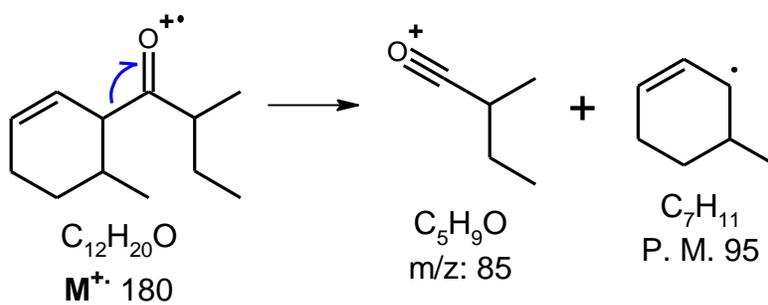
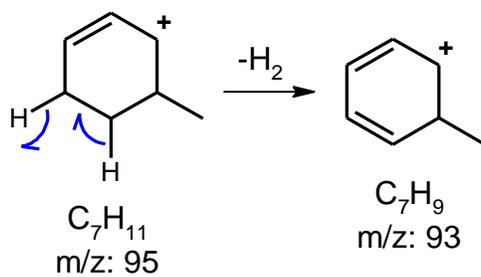
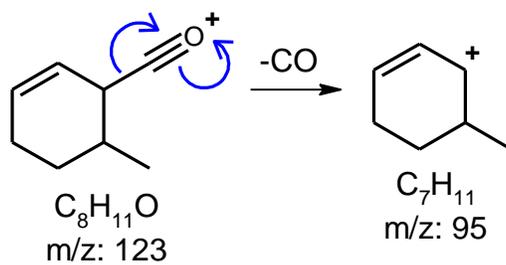
2-metil-1-(6-metilciclohex-2-en-1-il)-butan-1-ona

$C_{12}H_{20}O$

M^+ 180

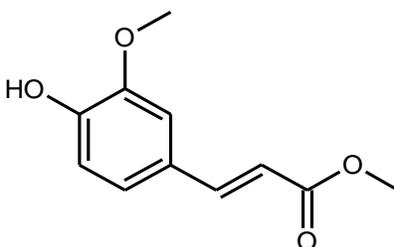
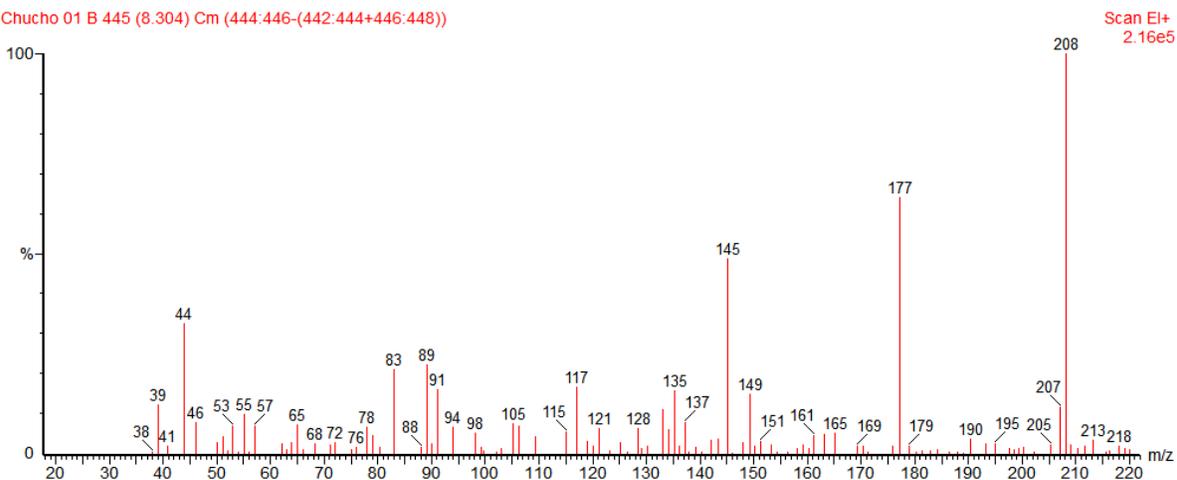


Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

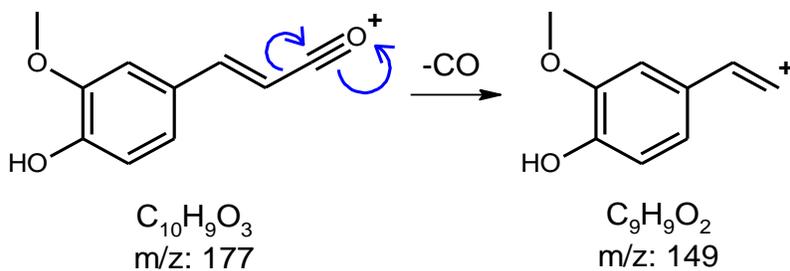
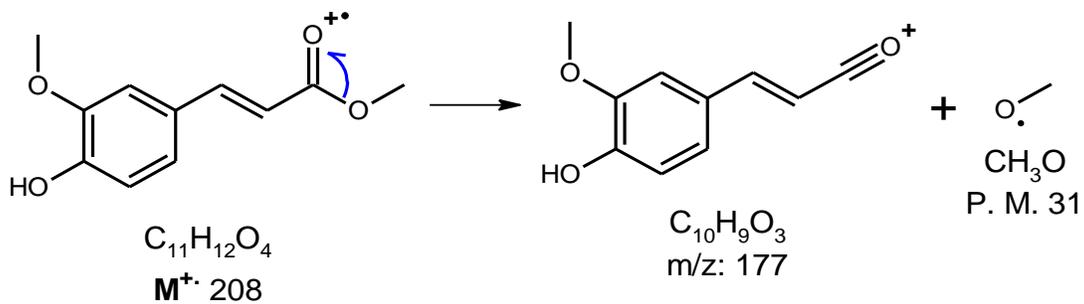


Espectro 25

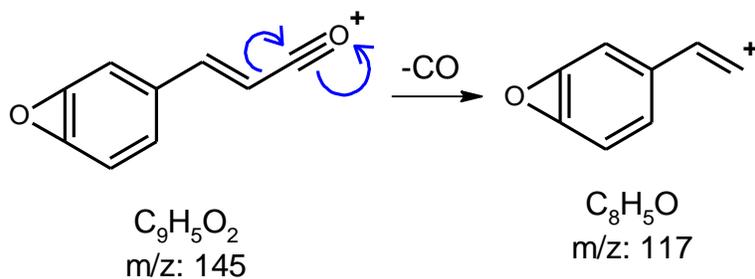
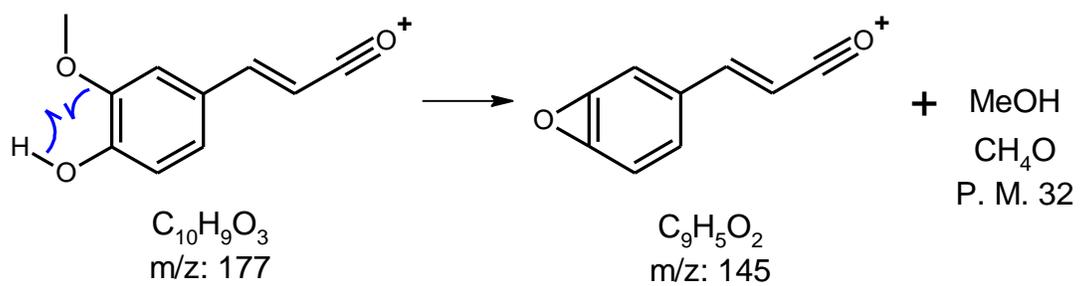
Chucho 01 B 445 (8.304) Cm (444:446-(442:444+446:448))



34
Metil Ferulato
 $C_{11}H_{12}O_4$
 M^+ 208



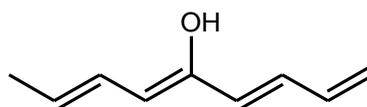
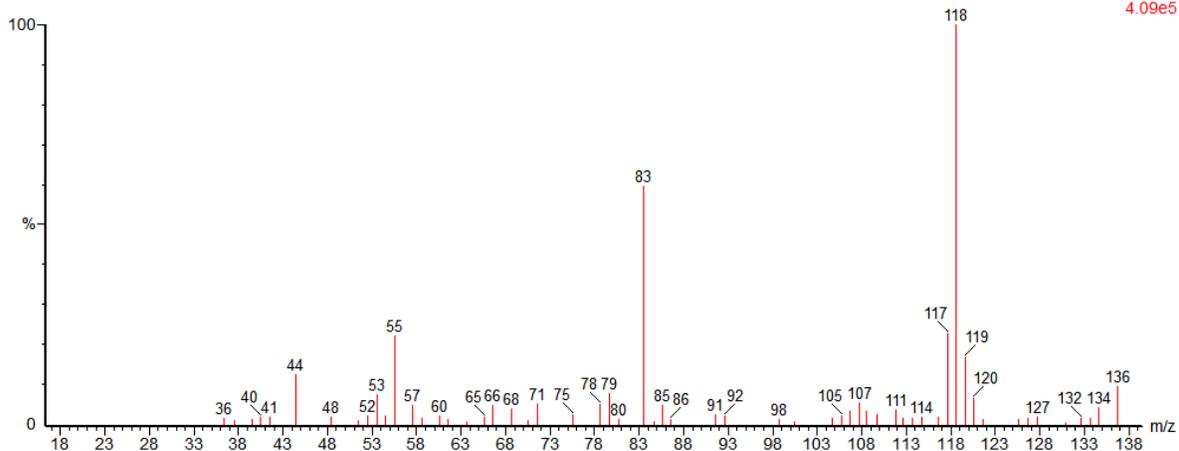
Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.



Espectro 26

Chucho 01 B 469 (8.644) Cm (468:471-(466:468+471:472))

Scan EI+
4.09e5

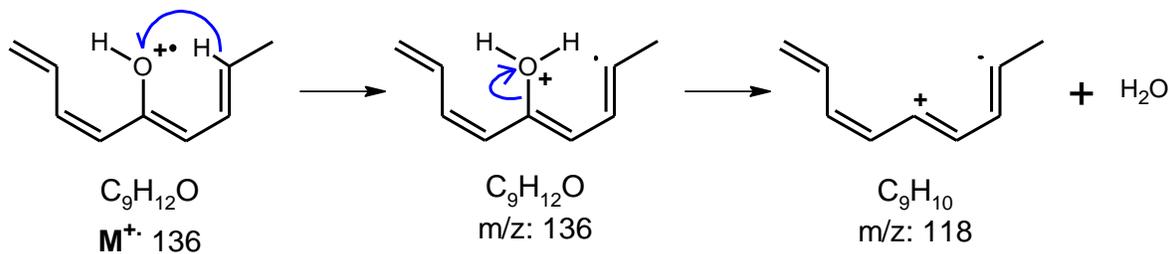
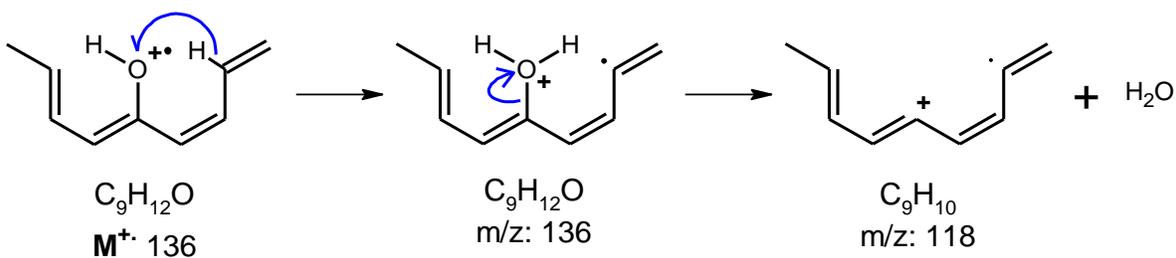


35

Nona-1, 3, 5, 7-tetraen-5-ol

$C_9H_{12}O$

M^+ 136



Obtención de extractos con propiedades antioxidantes a partir de *Curcuma longa* L.

