UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



"EXTRACCIÓN DE ALCALOIDES DEL HUANARPO MACHO (Jatropha macrantha Muell.Arg) EN UN EQUIPO SOXHLET CON MEZCLA DE SOLVENTES CICLOHEXANO-ETANOL"

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

Bach. ILIANA SILVIA NOEMÍ HEREDIA FERNÁNDEZ

Bach. JORGE LUIS BURGA VELARDE

Bach. EDUARDO LARA FLORES

Callao, Octubre 2016 PERÚ

PRÓLOGO DEL JURADO

La presente tesis fue sustentada por la SRA. BACH. HEREDIA FERNÁNDEZ, ILIANA SILVIA NOEMÍ; EL SR. BACH. BURGA VELARDE, JORGE LUIS; Y EL SR. BACH. LARA FLORES, EDUARDO; ante el JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS conformado por los siguientes Docentes Ordinarios:

DR. CARLOS ALEJANDRO ANCIETA DEXTRE : Presidente

DR. ÓSCAR JUAN RODRÍGUEZ TARANCO : Secretario

DR. JULIO CÉSAR CALDERÓN CRUZ : Vocal

DR. LUIS AMÉRICO CARRASCO VENEGAS : Asesor

Tal como está asentado en el Libro de Actas de Sustentación de Tesis N° 02, Folio N° 82, Acta N° 265, de fecha 26 de Octubre del 2016, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico, de acuerdo a lo normado por el reglamento de Grados y Títulos aprobado por Resolución N° 082-2011-CU de fecha 29 de abril de 2011, modificado con Resolución N°221-2012-CU de fecha 19 de Setiembre de 2012.

DEDICATORIA

A Dios, que ha sido y sigue siendo fundamentalmente el pilar de nuestras vidas, a nuestros padres por el amor y cariño, siendo el apoyo incondicional en todo momento para lograr nuestras metas y a los docentes de nuestra querida casa de estudios que hicieron posible la realización de esta tesis

AGRADECIMIENTOS

A Dios por habernos dado la existencia, y ser nuestra fortaleza en los momentos más duros, permitiéndonos llegar a este momento.

A la Universidad Nacional del Callao (UNAC) por la formación profesional y personal que nos ha brindado.

Un agradecimiento muy especial a todos los profesores que han orientado en todo momento la realización de esta investigación.

En especial al Dr. Oscar Juan Rodríguez Taranco y al Dr. Luis Américo Carrasco Venegas por su valiosa colaboración en todo momento y asesoramiento en la realización de la presente Tesis.

A los amigos de ayer, hoy y siempre, por habernos apoyado en los momentos difíciles además de su amistad sincera.

A aquellas personas que de una forma u otra han contribuido a la elaboración de esta Tesis.

ÍNDICE

			Pág
RE	ESUMEN		7
AE	STRACT		8
1.	PLAN	TEAMIENTO DEL PROBLEMA	9
	1.1 Deter	minación del problema	9
	1.2 Form	ulación de problemas	11
	1.3 Objet	ivos de la investigación	12
Ţ	1.4 Justifi	icación	13
II.	MARC	O TEÓRICO	15
13	2.1 Antec	cedentes del estudio	15
	2.2 Marco conceptual		17
	2.2.1	El Huanarpo y sus variedades	17
	2.2.2	Habitad ecológica del Huanarpo	19
	2,2,3	Usos y propiedades etnobotánicas del	
		Huanarpo macho	20
	2.2.4	Alcaloides del Huanarpo	21
	2.2.5	Los alcaloides, clasificación y composición	
		química	29
	2.2.6	Importancia económica de los alcaloides	31
	2.2.7	Métodos para la extracción de alcaloides	35
	2.2.8	La extracción de alcaloides basado en la	
		maceración natural	37

2.2.9 La extracción sólido-líquido	39
2.2.10 La extracción soxhlet	41
2.2.11 Solventes orgánicos para la extracción	
de alcaloides	47
2.3 Definición de términos	54
III. VARIABLES E HIPÓTESIS	58
3.1 Variables de la investigación	58
3.2 Operacionalización de variables	59
3.3 Hipótesis general e hipótesis Especificas	60
IV. METODOLOGÍA	61
4.1 Tipo de investigación	61
4.2 Diseño de la investigación	62
4.3 Población y muestra	65
4.4 Técnicas e Instrumentos de recolección de datos	66
4.5 Procedimiento de recolección de datos	69
4.6 Procedimiento estadístico y análisis de datos	82
V. RESULTADOS	93
5.1 Características físicas de la harina del	
Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)	93
5.2 Alcaloides presentes en la harina del	
Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)	95
5.3 Condiciones favorables para la extracción de alcalo	ides de la
harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell,	.Arg) 98

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	107
6.1 Contrastación de hipótesis con los resultados	107
6.2 Contrastación de resultados con otros estudios similar	res 108
VII. CONCLUSIONES	110
VIII. RECOMENDACIONES	111
IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	112
X. ANEXOS	115
10.1 Matriz de consistencia completa	116
10.2 Informe de análisis fitoquímico de alcaloides del Hu	anarpo macho
(Jatropha macrantha Muell.Arg)	117
10.3 Informe de Análisis Cualitativo y Cuantitativo de	alcaloides del
Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)	118
10.4 Conclusión de Análisis de alcaloides del de	alcaloides del
Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)	119
10.5 Análisis Granulométrico de harina de Huanarpo ma	acho (Jatropha
macrantha Muell.Arg)	120
10.6 Extracción con diferentes tipos de Solventes	121

TABLAS DE CONTENIDO

FIGURAS:

	Pág
2.1 Tallos del Huanarpo macho	18
2.2: Estructura química del Jatrofano	22
2.3: Extractor soxhlet	42
3.1: Relación de las Variables de la Investigación	58
4.1: Diseño de la investigación	62
4.2: Diseño experimental	63
4.3 Raíz de Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)	71
4.4: Harina de Huanarpo macho (Jatropha macrantha, Muell.A	rg) 71
4.5: Estufa usada para la determinación del Porcentaje de Hu	medad de la
harina del Huanarpo macho (Jatropha Macrantha Muell.Arg)	73
4.6: Extractor Soxhlet de laboratorio	75
4.7: Presencia de Alcaloides	76
4.8: Secado de Placas Merck	77

CUADROS:

	Pág	
2.1: Características organolépticas del tallo	18	
del Huanarpo macho		
2.2: Clasificación taxonómica del Huanarpo macho	19	
2.3: Propiedades Fisicoquímicas Ciclohexano	48	
2.4 Propiedades Fisicoquímicas Etanol	49	
3.1: Operacionalización de Variables	59	
TABLAS:		
4.1: Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Hu	anarpo macho	
Vs Volumen gastado promedio (NaOH) (ml)	84	
4.2: Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Hu	anarpo macho	
Vs Volumen gastado (NaOH) (ml)	85	
4.3: Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Hu	anarpo macho	
Vs Mezcla porcentual de solventes empleados	88	
4.4: Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Hu	anarpo macho	
√s Tiempo total de Extracción de Alcaloides del Hu	anarpo macho 90	
I.5: Densidad del extracto bruto alcaloidal		
Vs Mezcla porcentual de solventes empleado	92	
5.1: Humedad de Harina de Huanarpo macho	93	
5.2: Identificación de alcaloides presentes	06	

5.3: Marcha fitoquímica de alcaloides presentes	96
5.4: Cuantificación de alcaloides presentes	97
GRÁFICOS:	
4.1: %Extracción de Alcaloides Vs % Mezcla de solventes (Ciclohexano-Etanol)	89
4.2: Porcentaje de Extracción de Alcaloides	
Vs % Tiempo total de extracción	91

RESUMEN

La presente tesis ha establecido las condiciones favorables para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macranta.Muell.Arg) en un equipo experimental soxhlet con mezcla de solventes Ciclohexano:Etanol (70%:30%). La muestra experimental estuvo conformada por diez gramos de harina de Huanarpo macho con un porcentaje de humedad de 9,53 y un tamaño de partícula de número de malla 40 (Tamíz USP), de la cual se hizo un análisis de laboratorio con protocolo de maceración obteniendo un contenido de 1,2% de alcaloides totales expresados en jatrofano.

Se realizaron cinco corridas experimentales para la extracción de alcaloides obteniendo 2,15% de alcaloides totales expresados en jatrofano, en el extracto de mayor concentración; lo que demuestra, que la extracción realizada es más eficiente que la extracción por maceración.

Las condiciones que favorecieron una mayor concentración en la extracción fueron:

Un tiempo de extracción de 102 minutos con una mezcla de 70% de Ciclohexano y 30% de Etanol.

ABSTRACT

This thesis has established favorable conditions for the extraction of alkaloids flour Huanarpo male (Jatropha macranta.Muell.Arg) in a soxhlet experimental equipment with Cyclohexane-ethanol mixture of solvents. The experimental sample consisted of ten grams of flour Huanarpo male, which laboratory analysis protocol maceration to obtain a content of 1.2% of total alkaloids expressed in jatrophane was made.

five experimental runs were performed for the extraction of alkaloids obtained 2.15% of total alkaloids expressed in jatrophane in the extract highest concentration; demonstrating that extraction is more efficient than on the extraction by maceration.

The conditions that favored a higher concentration in the extraction were:

An extraction time of 102 minutes with a mixture of 70% cyclohexane and 30% ethanol.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1 Determinación del problema

Desde la época del Perú precolombino se conocía las propiedades energizantes del Huanarpo macho (Jatropha macranthaMuell.Arg). Nuestros antiguos ancestros lo utilizaban por sus propiedades energizantes para mitigar el cansancio de las faenas agrícolas. En estos últimos tiempos se conocen que estas propiedades energizantes tienen su razón de ser en los alcaloides que contiene el Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).

El consumo en el Perú precolombino era mediante un tratamiento mecánico hasta convertirlo en un polvo que pueda ser ingerido.

En estos últimos tiempos con la presencia del alcohol se ha recurrido a los macerados con los cuales se tienen bebidas alcohólicas con contenido de estos alcaloides. Pero todos estos procesos son del tipo artesanal y en estos tiempos, en que la comercialización de los alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) se venden como cápsulas. Es así que se está haciendo extracciones sólido-líquido utilizando equipos de arrastre como el soxhlet cuando se trata a nivel de laboratorio.

La extracción por solventes de alcaloides utiliza a nivel mundial el ciclohexano cuando se desarrollan actividades a nivel industrial.

En el Perú dado que la producción de etanol es favorable, proveniente de la caña de azúcar se vió conveniente como alternativa o mezcla con el solvente anteriormente mencionado. Es así que este insumo también se está utilizando como mezcla con la gasolina para disminuir costos.

Por esta razón se está viendo como una oportunidad para aprovechar el etanol para mezclarlo con ciclohexano en la extracción de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).

Por lo tanto existe la necesidad de establecer las condiciones favorables para la extracción de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macranthaMuell.Arg) en un equipo soxhlet con mezcla Ciclohexanoetanol.

1.2 Formulación del problema

Problema General

¿Cuáles serán las condiciones más adecuadas para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación en un equipo soxhlet con mezcla de solventes ciclohexano-etanol?

Problemas específicos

- a. ¿Cuáles son las características físicas de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación?
- b. ¿Qué alcaloides contiene la harina del Huanarpo macho
 (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a
 experimentación?

1.3 Objetivos de la investigación

Objetivo general

Establecer las condiciones más adecuadas para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación en un equipo soxhlet con mezcla de solventes ciclohexano-etanol.

Objetivos específicos

- a. Identificar las características físicas de la harina del Huanarpo Macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.
- b. Identificar los alcaloides presentes en la harina del Huanarpo
 Macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.

1.4 Justificación

Las justificaciones de la investigación propuestas son las siguientes:

- a. Legal: Con la finalidad de disminuir la acción contaminante que tiene el empleo del ciclohexano en análisis de extracción.
- b. Teórica: Existen en general pocos estudios sobre Huanarpo macho, siendo preciso resaltar los estudios previos que se han realizado y permitido determinar la alta presencia de que proantocianidinas B-3, categuinas y derivados categuínicos en los tallos, mas no se tiene información precisa sobre la presencia de alcaloides. El Huanarpo macho es una planta silvestre con sustancias químicas de gran utilidad en medicina, siendo usada por los pobladores de las zonas rurales como energizante, sin tener conocimiento de otras propiedades involucradas; por ello el estudio científico nos sirve para conocer el bienestar de sus aplicaciones a partir de la fracción alcaloidea y el uso de la planta mencionada entre nuestra población.
- c. Tecnológica: El estudio se justifica porque tecnológicamente el uso de esta raíz se haría más simple manejando variables como tiempo de extracción, tamaño de partícula, temperatura o medición de la concentración alcaloidea y se podría predecir como es el

comportamiento móvil de éstos y de esta manera estar seguro de su presencia. Esta situación es benéfica y factible para la investigación.

d. Económica: Porque la mezcla reduce costos al emplear etanol como solvente conjuntamente con el ciclohexano y será en consecuencia una gran alternativa al realizar investigaciones posteriores.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes del estudio

De acuerdo a las diversas referencias bibliográficas revisadas consideramos las más selectivas e importantes investigaciones, las cuales nos proporcionan perspectivas teóricas y metodológicas convenientes.

Según Condori, R (2012). Estudios en algunas plantas del género Jatropha como es el caso de la Jatropha – Gossipifolia Linn reporta que tiene gran cantidad de alcaloides, aislando cuatro tipos, dos como imidazoles y los otros como alcaloides piperidínicos.

Señala también Condori, R (2012). Se reportan estudios hechos en Japón tanto en la Jatropha Macrantha Muell.Arg (Huanarpo macho), como el Lepidium meyenii Walp (maca) tienen efectos muy significativos sobre la testosterona y progesterona evaluados estos en ratas y en embriones de los mismos.

Rivas, V (2006). En su tesis, abarca la extracción alcaloides a partir del tallo y fruto de la guanábana de una forma aplicativa y responsable, teniendo en cuenta que beneficios podría abarcar su estudio a la sociedad.

Tinco, J (2010). Analiza en su tesis el aumento en las testosteronas de ratones, debido a las propiedades que presenta el Huanarpo macho. Señala la importancia del alcaloide codeína que se encuentra en mayor porcentaje respecto a la efedrina, y como la Codeína es mucho más factible de analizarla en la parte cualitativa y cuantitativa ya que de esto había hecho hincapié Rivas, V (2006).

En la parte de diseño experimental y modelamiento de la extracción Carrasco, L (2011), menciona la importancia de variables como el tamaño de partícula o raíz en una extracción sólido líquido así como la geometría del material reducido cuando se pretende describir un modelo matemático para los fenómenos que puedan ocurrir, concatenando estas variables a la cantidad extraída. Por otra parte Randerath, K (1982). analiza el comportamiento móvil que se observa en la separación de sustancias en la cromatografía de capa fina.

En su estudio Condori, R (2012) señala las formas de extracción de la fracción alcaloidea de la raíz en mención; sin embargo, el autor plasma sus ideas en la parte fitoquímica mas no en la concentración del extracto alcaloidal y las posibles aplicaciones que se le puede dar a las propiedades que este fruto posee.

2.2 Marco Conceptual

2.2.1 El Huanarpo y sus variedades

El Huanarpo (Jatropha Macrantha) puede ser macho o hembra de acuerdo a sus formas y sus propiedades, mencionó Pardal, Ramón (1998), quien estudió la planta durante mucho tiempo.

El macho, en la mayoría de los casos, tiene la forma de un pene con flores de color rojo, el Huanarpo hembra es como un bulbo con flores rosadas, agregó.

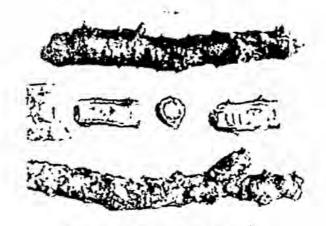
Pero además, también se diferencian en sus propiedades. El macho tiene principios activos que estimulan las hormonas masculinas. La hembra tiene otras propiedades distintas que sólo estimulan a las hormonas femeninas.

Según Pardal, Ramón (1998), es una especie de árbol o arbusto de tamaño medio perteneciente al género Jatropha con flores de color rojo anaranjado. Es originaria de Perú. La madera del tallo y la corteza en polvo se considera un afrodisíaco masculino. Además menciona que era usado en tiempo del Tahuantinsuyo y en especial señala el mandato del Inca Sinchi Roca quien mandaba a buscar a lo que él llamaba "Chotarpa Vanarpo" para sus propios fines. El autor también nos menciona que en localidades, como en Parinacochas aún se conserva la leyenda del Huanarpo, creyéndose que hasta el humo de la planta goza de

propiedades afrodisiacas. En la figura 2.1 se puede apreciar lo antes mencionado.

Figura 2.1

Tallos del Huanarpo macho



Fuente: Pardal, Ramón

El Huanarpo macho también presenta características organolépticas que son descritas en el cuadro 2.1 con la finalidad de conocer más sobre ésta.

Cuadro 2.1
.
Características organolépticas del tallo del Huanarpo macho

Color	Material fresco	Verde
	Material seco	Café claro
Olor	Material fresco	Inodoro
	Material seco	Inodoro
Estado físico	Material	Sólido

Fuente: Condori Apaza, René (2012)

Además presenta una clasificación taxonómica, descrita en el cuadro 2.2

Cuadro 2.2

Clasificación taxonómica del Huanarpo macho

Reyno	Vegetal	
Division	Magnoliophita	
Clase	Magnoliopsida	
Subclase	Rosidae	
Orden	Euphorbiales	
Familia	Euphorbiaceae	
Genero	(Euthorbia)Jatropha	
Especie	Jatropha Macrantha	
Nombre científico	Jatropha Macrantha Muell.Arg	
Sinonimia	Huanarpo Macho, barbasco, Huanarpo de canta , Palo de grado	
	, Urco Huanarpo .	

Fuente: Condori Apaza, René (2012)

2.2.2 Habitad ecológica del Huanarpo

Nos menciona Condori Apaza, René (2012) sobre el Huanarpo: Arbusto endémico que crece frecuentemente en los lugares pedregosos de la zona baja de la sierra: laderas ubicadas entre 1080 y 1350 m.s.n.m, en los departamentos de Arequipa, Cajamarca, La Libertad, Ancash, Lima y Huánuco.

Especie pertenece a la familia Euphorbiacesae, comprende alrededor de 290 géneros y más de 750 especies, particularmente rica en los trópicos, pero extendiéndose a las regiones templadas de ambos hemisferios.

En el Perú comprende 57 géneros, 305 especies de las cuales 88 son endémicas. Las especies endémicas más comunes son: Jatropha curcas y Jatropha Macrantha.

2.2.3 Usos y propiedades etnobotánicas del Huanarpo macho

- Dentro de la variedad de plantas que usa la población para la curación de dolencias, la Jatropha Macrantha (Huanarpo macho) cumple la acción reconstituyente, energizante, estimulante del sistema nervioso central, anti bronquial, antidiabético, antiasmático y fueron conocidas desde la época de los Incas.
- También se tiene que tanto las raíces como la tintura de los tallos tienen acción afrodisiaca. Teniendo eficacia mejor que el viagra para combatir la disfunción eréctil y los problemas de reproducción sexual en personas mayores de edad. Los antiguos peruanos, tras secarlo a la sombra, trituraban el fruto y lo hacían hervir. Luego lo tomaban como estimulante sexual o vigorizante para las largas marchas de soldados o en los duros trabajos de construcción.

2.2.4 Alcaloides del Huanarpo

Según el estudio realizado por Tinco, J (2010). Se sabe que el Huanarpo macho (Jatropha Macrantha) posee al alcaloide Jatrofano.

A. JATROFANO

Según Tinco, Johnny (2010) nos menciona en su tesis doctoral que el Huanarpo macho (Jatropha Macrantha Mull.Arg) presenta al Jatrofano como el alcaloide involucrado en esta raíz (Huanarpo macho) y asevera que presenta propiedades similares a las de la Yohimbina la cual se utiliza principalmente como tratamiento para la disfunción eréctil, es un estimulante con efectos afrodisíacos e IMAO (inhibidores de la monoamino oxidasa) leves que actúa principalmente como un antagonista de los receptores adrenérgicos α₂.

Propiedades

Así mismo Klages, Federico; menciona desde el punto de vista fisiológico que el Jatrofano produce una dilatación de las paredes de los vasos sanguíneos y con ello una disminución de la presión sanguínea al tiempo que se logra un mayor aporte de sangre hacia las regiones periféricas. Particularmente son afectadas por esta intensificación del aporte sanguíneo los órganos sexuales, a lo que debe atribuirse ante todo el uso de este alcaloide como tónico sexual.

En su obra Legal Highs, Adam Gottlieb menciona que este alcaloide produciría nada menos que estremecimientos cálidos y placenteros en la espalda, calor, estimulación psíquica, potenciación de las emociones y

sentimientos sexuales, ligeros cambios perceptivos sin alucinaciones y, a veces, erecciones espontáneas en el hombre. La actividad sexual continúa Gottlieb, es especialmente agradable bajo los efectos del Jatrofano

> Estructura química del Jatrofano

En la figura que se muestra (Figura 2.2) se observa la estructura química del alcaloide (Jatrofano).

Figura 2.2

Fuente: U.S. National Library of Medicine - Chemistry Data Base

> Antecedentes de su estudio

De las investigaciones de Arango, Gabriel; se cita que desde el siglo XIX se lograron verdaderos adelantos en la farmacología, con el sucesivo aporte de remedios procedentes de plantas, este avance había sido precedido por los trabajos del sueco Carl Scheele, quien logró aislar los ácidos orgánicos de las plantas, y del joven boticario Friedrich Wilhelm Sertürner (1783-1841) que con sus audaces y llamativos experimentos descubrió en 1816 el principio activo más importante del opio de la amapola, la morfina cuyos cristales dieron lugar al "principium somniferum" (que Gay- Lussac llamaría luego "morfina", por el dios griego Morfeo) que Osler llamó "La medicina de Dios", porque revolucionó la lucha contra el dolor; al igual que otros compuestos orgánicos obtenidos de las plantas, fue llamada "alcaloide", término acuñado en 1818 por Wilhelm Meissner y se aplicó a los compuestos de origen vegetal con propiedades alcalinas, y que recuerdan la reacción de los minerales con carácter básico.

Dos farmacéuticos franceses aislaron un año más tarde otro alcaloide de la ipecacuana, la emetina. Fueron ellos Pierre Joseph Pelletier (1788-1842) y Joseph Caventou (1795-1877), quienes siguiendo el ejemplo de Sertürner continuando los experimentos con alcaloides, posteriormente lograron aislar la estricnina y la brucina de la Nuez Vòmica, la colchicina, la cafeína y posteriormente la quinina, además

de la cinconina de las que prepararon sales puras, hicieron los estudios clínicos y construyeron plantas para su aislamiento industrial.

Considerando la investigación doctoral realizada por Tinco, Johnny; en la cual considera como antecedente que desde la época de los incas se atribuye al "huanarpo" propiedades afrodisíacas; afianzándose en los escritos de Juan de Santa Cruz Pachacuti Yampi "Relación de Antigüedades de este Reyno del Pirú", en "Tres Relaciones de Antigüedades Peruanas". (Publicada por el Ministerio de Fomento-Madrid-1879) manifiesta de Sinchi Roca: "Este desventurado Sinchiruca dicen que siempre entendió en regalarse, el cual dicen los mandó buscar chutarpu uanarpu para acostumbrar en la fornicaciones, y así es sabido "vacan guest" que los indios iban con aquellos presentes" (Lastre, 1951; Valdizan y Maldonado, 1922).

Menciona Ochoa, H (1995) sobre el "huanarpo macho" lo siguiente es una planta conocida desde nuestros ancestros, con hojas bellas y la particular forma del fruto que asemeja la morfología sexual interna masculina y femenina, lo que ha despertado el interés por su estudio y aplicación con una adecuada dosificación. Actualmente esta creencia subsiste, debido al mal uso que de esta planta

hacen los seudos curanderos, los que incluso aparece en muchos tratados, llegando a ser considerados como sinónimo de promiscuidad, etc.

> Importancia y finalidad

La diversidad estructural y la variedad en la actividad biológica, de los alcaloides y los antibióticos, hacen de estos dos grupos, los más importantes entre las sustancias naturales de interés terapéutico.

Un gran número de medicamentos se han obtenido de plantas que contienen alcaloides, estos se han aislado principalmente en plantas superiores y se han encontrado en más de cien familias de Fanerógamas (aquellas plantas que se reproducen por semillas producidas en sus inflorescencias), en menor proporción Criptógamas (Plantas que tienen sus órganos reproductores ocultos) del tipo licopodios, también en microorganismos (ergot) y animales como peces y ranas del género Phyllobates cuyos alcaloides constituyen algunas de las sustancias más venenosas para el hombre. Su actividad biológica a nivel del sistema nervioso, dio pie a las primeras investigaciones, siendo los alcaloides las primeras sustancias naturales estudiadas debido a su necesidad de aislar los principios activos beneficiosos que poseían por ello se desprendió el conocimiento del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Mull.Arg) y en este caso de los alcaloides que poseía que según Tinco, Johnny venía a ser el Jatrofano en presencia mayoritaria según las posteriores investigaciones realizadas en su tesis doctoral. El aislamiento de este alcaloide resulta beneficioso ya que no es sintética; es decir, es natural.

> Fines terapéuticos y medicinales

El huanarpo macho es usado en nuestra serranía como afrodisíaco y por tener otras propiedades, se prepara en maceración en aguardiente, como mordiente, en infusión o quemando el tallo para absorber el humo. Estas plantas son casi desconocidas en la costa, pero muy conocidas y empleadas en nuestra serranía y selva manifiesta Tinco, Johnny (2010). Usualmente para personas estériles, se recomienda la utilización de hierbas en infusión, con la finalidad de recuperar la potencia sexual. Jatropha macrantha "huanarpo macho", cuya raíz tiene acción afrodisíaca, presenta alcaloides similares a la yohimbina como el Jatrofano. (Aldave, 1988; Mostacero,1993). Ambos también atribuyen al Jatrofano propiedades afrodisíacas. manifiestan que las raíces del "huanarpo macho" tienen acción afrodisíaca.

> Otros alcaloides que compiten con él en el mercado

La Yohimbina: También llamada afrodina, corinina o quebrachina, es uno de los varios alcaloides indólicos que se encuentran en la Corynanthe yohimbe, Pausynistalia yohimba, Corynanthe pachyceros y Rauwolfia serpentina.

La yohimbina es un alcaloide indólico hallado en la corteza de árboles de la familia Rubaceae (Pausinystalia yohimbe) y en la Rauwolfia Serpentina. Se utiliza en la disfunción eréctil y en el deseo sexual hipoactivo. Es antagonista de los receptores presinápticos alfa2 adrenérgicos; por el

bloqueo de esos receptores a nivel central aumenta la liberación de noradrenalina y el "disparo" (firing rate) de las células en los núcleos noradrenérgicos del cerebro. Otros suponen además una acción en los receptores alfa adrenérgicos en los tejidos de los cuerpos cavernosos. La actividad eréctil del varón se conecta con la actividad colinérgica y con el bloqueo alfa 2 adrenérgico lo que teóricamente resulta en un incremento del ingreso sanguíneo en el pene, de la disminución del retorno venoso, o de ambos mecanismos. En dosis de 10 a 15 mg por día (aunque hay quien ha llegado a suministrar de 40 a 60 mg) -con una latencia para lograr una mejora en los síntomas entre dos a tres semanas- puede mejorar las erecciones, más que la libido, en algunos pacientes tratados con ISRS o tricíclicos, pero en este sentido no puede compararse su efecto con el del sildenafil. También se aconseja, para revertir los posibles trastornos orgásmicos, una dosis de 5 mg de yohimbina 1 a 2 horas antes del coito en pacientes tratados con fluoxetina, sertralina, paroxetina o clomipramina, o en los pacientes aquejados de eyaculación retardada o aneyaculación (a veces asociada a la ciproheptadina). Es más pronunciada la mejora de la libido en varones que en mujeres, y algunos la desaconsejan en éstas; pero ciertos reportes (Jacobsen, 1991, 1992) hablan de efectos beneficiosos con el agregado de yohimbina en mujeres tratadas con fluoxetina. No modificó los ratings de depresión ni dio alteración delsueño aunque habría que conocer del aumento de la tensión arterial (desaconsejo su uso en hipertensos) y la aparición de temblores,

cefaleas, inquietud o ataques de pánico -en quienes los padecen- como efectos adversos.

De acuerdo a Otero Aira, Luis; es un estimulante del sistema nervioso central (SNC) y, en dosis fuertes, un suave psiquedélico. Afecta a los ganglios del tejido eréctil de los órganos sexuales masculinos, pudiendo producir erecciones.

Antes, en la farmacia ibérica, vendían pastillas de yohimbina como especialidad veterinaria, para adelantar el celo de las vacas, aunque mucha gente se las comía para divertirse y estimularse sexualmente. Fueron retiradas de la farmacia ibérica, pero siguen vendiéndose en Francia.

2.2.5 Los alcaloides, clasificación y composición química

Los alcaloides

Representan un grupo de compuestos químicos complejos e interesantes, los cuales son producidos por el metabolismo secundario de organismos vivientes en diferentes biotipos. Estos compuestos químicos son relativamente comunes en el reino de los seres vivos y en el medio ambiente. Los alcaloides son sistemas heterocíclicos nitrogenados derivados de aminoácidos y triterpenos. En general se encuentran formando sales con el ácido acético, oxálico, láctico, málico, tartárico y cítrico. Sus actividades biológicas son importantes por su mimetismo hormonal y su intervención en las reacciones principales del metabolismo celular. A pesar de ser sustancias poco similares entre ellas desde el punto de vista estructural, poseen propiedades fisiológicas análogas.

Se considera que doscientos años de investigación científica no han sido suficientes para explicar completamente la conexión entre los alcaloides y la vida.

Es por esto que la química de los alcaloides, su significancia biológica, las reglas ecológicas y su aplicación son el enfoque del presente punto del proyecto; el cual, nos provee del conocimiento sobre su topología estructural, la biosíntesis y su metabolismo, en relación al creciente trabajo de investigación sobre alcaloides. Consideraciones sobre los avances en química orgánica sobre los alcaloides usando una explicación biológica y ecológica.

Clasificación de alcaloides

Se clasifican según Derache, J (1990). Teniendo en cuenta los núcleos fundamentales de sus moléculas, en:

Alcaloides de núcleo pirídico, a este grupo pertenecen la nicotina, la pilocarpina y la esparteína. La nicotina se encuentra en el jugo del tabaco acompañada de otros alcaloides. Es un líquido incoloro de olor semejante al tabaco y sabor ardiente y picante. Es muy tóxica en dosis extremadas.

Alcaloides de núcleo isoquinoleico, se encuentran en las plantas papaveráceas y ranunculáceas. El más importante es la papaverina, que tiene propiedades hipnóticas (aunque no tan acentuadas como las de la morfina).

Alcaloides de núcleo fenantrénico, el más importante es la morfina. Se encuentra en el opio en forma de sal. Se emplea en medicina en forma de clorhidrato y sulfato, como sedantes y calmantes.

Alcaloides de núcleo tropánico, pertenecen a este grupo la atropina y la cocaína. La atropina se encuentra en el jugo de varias plantas como la belladona y el estramonio. La cocaína se extrae de las hojas de coca, es de sabor amargo, insensibiliza la lengua, y se usa en medicina en forma de clorhidrato.

Alcaloides de núcleo indólico, los más importantes son la estricnina y la brucina. La estricnina es uno de los alcaloides más enérgicos, se extrae de diversas plantas del género Strychnos, entre ellas el Haba de San Ignacio y de la nuez vómica. Es de sabor amargo muy intenso y muy tóxica. Su ingestión produce convulsiones tetánicas.

Alcaloides de núcleo no definido, son todos aquellos alcaloides cuya constitución no ha sido aún establecida con claridad. Entre ellos se encuentra la aconitina (veneno muy violento, utilizado en terapéutica para combatir ciertas dolencias) y la ergotinina (uno de los principios activos del cornezuelo de centeno, que ejerce una acción específica sobre el útero.

2.2.6 Importancia económica de los alcaloides

En base a lo descrito por Vega, Mario (2001). La grave crisis en la que vive la economía latinoamericana de monopolio de las leyes, de protección de patentes, impuestos a los países de la región, entre otros aspectos, justifican la prohibición del acceso a los medicamentos. Las partes de la población de América Latina empeorarán en el futuro si no se toman medidas urgentes y adecuadas. Las empresas extranjeras dominarán cada vez más el mercado farmacéutico, afectando sobre manera la conformidad de compra y la economía misma de estos países. En resumen, se puede decir lo siguiente:

La industria farmacéutica en América Latina está dominada por las empresas multinacionales europeas y americanas.

Los precios a nivel de consumidores son muy elevados.

El gasto percápita para la adquisición de medicamentos es muy bajo; a pesar de lo cual éste representa un elevado porcentaje del gasto total en salud.

Se estima que un 50% de la población de América Latino tiene poco o ningún acceso a los medicamentos. Se supone que este porcentaje de población debe usar otros recursos, especialmente las plantas nativas medicinales, para el tratamiento de sus problemas de salud. Este porcentaje debe ser mayor del 70% u 80%, si añadimos a las personas que pudiendo comprar algún medicamento combinan su aplicación con el uso de plantas curativas.

No es modo fácil calcular el valor económico de la producción y consumo de plantas tanto a nivel de los metabolitos primarios como de los secundarios. Los metabolitos primarios son sustancias que se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza y ocurre de una u otra forma en todos los organismos. En las plantas superiores estos componentes están concentrados en las semillas (aceites por ejemplo) y en los órganos vegetativos (la sacarosa en los rizomas, raíces y tubérculos). Desde tiempos muy antiguos, el hombre aprendió a usar estos metabolitos y a mejor su producción con el desarrollo de numerosas variedades. Estas

sustancias son aplicadas en la alimentación, con la elaboración de aditivos para los alimentos e incluyen productos como aceites vegetales, ácidos, grasas y carbohidratos, algunos de éstos también usados en la terapéutica tradicional. El valor de estos materiales generalmente oscila entre \$ 2,20 y \$ 4,40 el Kg.

Los metabolitos secundarios son sustancias que tienen una estructura compleja, que pueden presentarse en una especie o en especies afines. También estos metabolitos son usados comercialmente como compuestos activos para la elaboración de productos farmacéuticos, sabores, fragancias y pesticidas, y tienen un alto valor económico para un bajo volumen del producto, al contrario de los metabolitos primarios.

Ejemplo de la importancia en la economía de los metabolitos secundarios obtenidos de las plantas incluyen la nicotina, la piretina, rotenona que se usan como pesticidas y ciertos esteroides y alcaloides en los que se incluyen las sapogeninas esteroidales y los lococidas digitálicos (por ejemplo, la digoxina y la digitoxina), mientras que los alcaloides incluyen anticancerígenos como los derivados del catharanthus, los alcaloides de la belladona, cocaína, colchicina y químicos alcaloides del opio (codeína, morfina, quinidina, reserpina y el tubocurarina).

Otros metabolitos secundarios son usados en cantidades limitadas como herramientas farmacológicas para estudiar varios procesos bioquímicos. En contraste con el bajo costo de los metabolitos primarios, los metabolitos secundarios son a menudo altamente valorados; así los alcaloides del opio (codeína y morfina) alcanzan precios que van de \$ 650 a \$ 1250 por Kg. Los digitálicos tienen un valor de \$ 2600 a \$ 3000 por Kg. Los alcaloides anticancerígenos procedentes del catharanthus tienen un valor de \$ 20000 por gramo (Balandrin y Klocke 1988). Como vemos, el mercado mundial de fármacos terminados fue de \$ 173 mil millones en

el año 1990.

Se calcula que al menos un 25% de estos medicamentos contiene un compuesto de origen natural; de este porcentaje un 5% corresponde a productos que se sintetizan y un 20% a medicamentos de uso actual que contienen compuestos que se extraen de las plantas medicinales o que tienen derivados de extractos vegetales. Por todo lo anterior se podría afirmar que el mercado mundial de fármacos terminados de origen vegetal es de aproximadamente unos 35 mil millones de dólares anuales (Sánchez Jorquera 1993).

Estos son ejemplos de la importancia económica de las plantas con principios bioactivos y de las grandes posibilidades que tienen estos productos en el mercado, tanto a nivel interno en nuestros propios países como en el comercio internacional.

2.2.7 Métodos para la extracción de alcaloides

Respecto a este punto Lock de Ugaz, Olga (1994) nos dice que los alcaloides se extraen de diferentes y variados métodos, sobre todo a través de la purificación de medios fluidos supercríticos. Cuando se quieren extraer alcaloides de vegetales, se utiliza agua si se están formados por sales solubles en ella, o con ácido clorhídrico si en cambio no son insolubles.

Para detectar los alcaloides existe una gran cantidad de métodos, como por ejemplo, procesos cromatográficos, o reacciones como la de Mayer, entre otras.

Los alcaloides se aíslan por primera vez en el siglo XIX, entre los primeros fue la morfina, aislada del opio por el farmacéutico Friedrich Sertüner o la narcotina, aislada en el año 1803 por otro farmacéutico, Charles Derosne. Pero el alcaloide conocido más antiguo, es la coniína, aunque se tardó mucho tiempo en conocer bien su estructura.

Se basan en la diferente solubilidad de los alcaloides en forma de bases y sales lo que nos permite separarlo de otros compuestos cuya solución no varía con el pH.

 Pulverizar la droga hasta grano fino, los alcaloides están normalmente contenidos en vacuolas y es preciso romper la célula para que se liberen, además de esta forma se alcanza una superficie de contacto que permite la extracción rápida del alcaloide. Se pueden distinguir tres métodos en función del disolvente empleado:

- Agua acidulada. Los alcaloides están en forma de sales. Con agua acidulada extraemos los alcaloides en forma de sales. Pero el agua extrae muchas impurezas (proteínas, aminoácidos,...). Este método se emplea cuando se hacen purificaciones cromatográficas, la farmacopea alemana utiliza este método para la extracción de la morfina. Se puede purificar el extracto añadiendo un alcalí; tras la alcalinización se puede extraer con disolventes orgánicos.
- Disolventes orgánicos polares. Se extrae con alcohol 70º
 acidulado, extrae impurezas (pigmentos, entre otros) pero se
 prefiere a la extracción acuosa; el extracto se lleva a sequedad, se
 alcaliniza y se extrae con un disolvente orgánico apolar.
- Disolventes orgánicos apolares, es el más utilizado. Los alcaloides han de ser liberados, añadimos un álcali con el que humedecemos la droga, comunmente amoniaco. Como base debil puede emplearse carbonato sódico, bicarbonato sódico.
- 2.- Una vez liberado, la extracción se realiza por maceración, percolación, soxhlet. El disolvente orgánico se elige en función del método. En la maceración se emplean disolventes con alto poder de extracción para los alcoholes: cloroformo, cloroformo más eter, cloroformo más isopropanol. En la percolación se emplean disolventes con menor poder extractivo.

pero más selectivos. Como inconveniente algunos alcaloides no se extraen y además no es cuantitativa.

 Para la purificación el extracto se trata con disolventes acuosos acidulados.

2.2.8 La extracción de alcaloides basado en la maceración natural

Ara Roldán, Alfredo (1994), nos menciona dos tipos de maceración concerniente a recursos naturales que son:

Maceración fría: Hay ocasiones en que el calor puede alterar o hacer que se pierdan algunos de los principios activos de una planta, pero éstos pueden disolverse en agua si permanecen el suficiente tiempo en contacto con ella.

Para las flores y hojas, procederemos dejando en un recipiente la cantidad de planta y agua apropiadas durante unas doce horas.

Si se trata de tallos y raíces, serán convenientes veinticuatro horas. En ambos casos debemos procurar que el recipiente esté bien tapado y al abrigo de la luz, si se trata de cristal. Se tomará siempre a temperatura ambiente.

Maceración caliente: Se procederá igual que en el caso de la maceración fría, pero manteniendo el agua caliente sin llegar hervir, para lo cual necesitaríamos un calentador con termostato.

Con algunas raíces, cortezas y tallos suele ser recomendable dejar en maceración fría la planta antes de su decocción o prolongar el tiempo de reposo de la misma antes del filtrado y la toma.

También nos menciona que para lograr el proceso de maceración se coloca el material vegetal en forma de trozos o polvo, según sea la conveniencia, en un recipiente lleno del menstruo y se deja reposar por tres o más días, con agitación frecuente hasta completar la extracción del material vegetal.

Al final de este período se cuela y el resto sólido se exprime hasta lograr quitar el líquido remanente. El líquido así obtenido se clarifica por decantación o filtración.

La maceración se realiza a temperatura ambiente y los líquidos que con más frecuencia se utilizan son el agua y el alcohol ó combinación de ambos, aunque también pueden emplearse vinos tintos o blancos.

La maceración en agua no debe alargarse por mucho tiempo pues puede presentar contaminación por hongos, lo cual no sucede en las soluciones de alcohol o hidroalcohólicas.

El tiempo total de **maceración** está en dependencia del tipo de planta, parte de la misma o del principio activo a extraer.

La proporción más usada es de 1:20 vegetal/líquido.

2.2.9 La extracción sólido-líquido

Patiño Olivares, Armando menciona que viene a ser una operación unitaria cuya finalidad es la separación de uno o más componentes contenidos en una fase sólida, mediante la utilización de uno o más componentes contenidos en una fase sólida, mediante la utilización de una fase líquida o disolvente. El componente o componentes que se transfieren de la fase sólida a la líquida recibe el nombre de soluto. mientras que el sólido insoluble se denomina Entre más grande sea la superficie de contacto entre la parte sólida y el líquido que le atraviesa aumenta la eficiencia de la extracción y para que se dé esto es necesario que la parte sólida se le someta a un pretratamiento que normalmente es el secado y la molienda de la muestra. Campos de aplicación de esta operación básica son, por ejemplo, la obtención de aceite de frutos oleaginosos o la lixiviación de minerales.

Los componentes de este sistema son los siguientes:

Soluto.- Son los componentes que se transfieren desde el sólido hasta en líquido extractor.

Sólido Inerte.- Parte del sistema que es insoluble en el solvente.

Solvente.- Es la parte líquida que entra en contacto con la parte sólida con el fin de retirar todo compuestos solubles en ella. Se refiere a la extracción de uno o varios componentes solubles de un sólido mediante el contacto de éste con un solvente líquido selectivo.

Esta operación también recibe el nombre de lixviación preferentemente en la industria minera o de percolación cuando el solvente está a temperatura cercana a su punto de ebullición.

Es muy usada para extraer sustancias inorgánicas, solubles, de mínerales sólidos. También muchas substancias orgánicas son obtenidas de su estado natural mediante extracción, como se hace con el azúcar, contenido en la remolacha o con el café o el té.

Otro ejemplo es la recuperación de aceites vegetales contenidos en semillas oleaginosas, extraídos con solventes apropiados.

En la industria farmacéutica, la extracción es muy usada para obtener productos medicinales de las raíces y de las hojas de las plantas.

El equipo usado es similar al empleado en la extracción líquido-líquido pero debe estar provisto de mecanismos especiales para el manejo de sólidos.

El equipo más simple es un tanque con agitación y un sedimentador que fácilmente descargue los sólidos. Los equipos más complejos se describen en los textos especializados. El mecanismo de la extracción sólido-líquido depende de la diferencia de solubilidades. Si se toma como modelo un sistema de tres componentes.

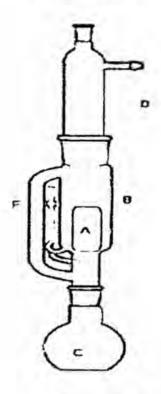
2.2.10 La extracción soxhlet

La extracción sólido-líquido, se usa a menudo para extraer un producto natural a partir de su fuente natural, tal como una planta. Según Anderson Guarnizo, Pedro Martínez; se escoge un solvente que selectivamente disuelva el compuesto deseado pero que deje los sólidos insolubles indeseados en la fuente natural. Un aparato de extracción continua sólido-líquido llamado extractor Soxhlet se usa muy comúnmente en un laboratorio de investigación de productos naturales.

La extracción Soxhlet consiste en el lavado sucesivo de una mezcla sólida con un determinado solvente (etanol) que va "lavando o extrayendo" de la mezcla, los componentes más solubles en él. Mediante el lavado sucesivo de una mezcla, se puede extraer de ella componentes cuya solubilidad en el solvente extractante es muy baja, debido al efecto acumulado de las múltiples extracciones. El extracto vegetal obtenido es el resultado de concentrar los principios activos de las plantas, estos deben ser tóxicos para las plagas, que por ser biodegradable causan mínimo daño al ecosistema. Por dichos aspectos se ve en la necesidad de diseñar y optimizar las condiciones de trabajo de un equipo de extracción solidoliquido de tal forma que su manejo sea accesible a todo tipo de personas y su construcción sea económica, para obtener productos de calidad y así satisfacer las necesidades de dicho sector. Es importante establecer los parámetros de extracción para lograr la estandarización del

proceso, esto garantizará la calidad, rendimiento, seguridad y eficacia del producto. En la figura 2.3 se ilustra al extractor en mención.

Figura 2.3
Extractor Soxhlet



Fuente: Anderson Guarnizo, Pedro Martínez

En la figura 2.3 el equipo Soxhlet tiene como función recircular los vapores condensados con ayuda de un sifón a la fuente de disolvente que se encuentra en evaporación continua, arrastrando consigo los principios activos de la materia prima contenido en los cartuchos desechables. La capacidad aproximada en un equipo de laboratorio es de 500 ml de volumen primario con una recirculación de 100 ml cada cinco minutos aproximadamente en estado estable. La velocidad de reflujo depende directamente de la eficiencia y el tamaño del condensador. La sustancia sólida se introduce en un cartucho poroso (generalmente hecho con papel de filtro, que permite al solvente entrar y salir reteniendo al sólido) que se coloca dentro del recipiente (B). Se adosa un balón (C) a dicho recipiente donde se coloca el volumen de solvente que se utilizará en la extracción. Por el extremo superior del recipiente (B), se coloca un condensador (D). El solvente se calienta, los vapores ascienden por el tubo (E), condensan en el refrigerante (D) y caen dentro del recipiente (B) impregnando al sólido que se encuentra en el cartucho (A). EL recipiente (B) se va llenando lentamente de líquido hasta que llega al tope del tubo (F) y se descarga dentro del balón (C) repite automáticamente hasta que la extracción se completa. El solvente de extracción se evapora, recuperando así a la sustancia deseada.

> Características para la extracción con el equipo soxhlet

Para la extracción con el equipo Soxhlet se deben tener en cuenta: la selección del solvente, la matriz sólida y las condiciones de operación.

SELECCIÓN DEL SOLVENTE

Debe seleccionarse un solvente conveniente de tal forma que ofrezca el mejor balance de varias características deseables:

- Alto límite de saturación y selectividad respecto al soluto por extraer
- Capacidad para producir el material extraído con una calidad no alterada por el disolvente estabilidad química en las condiciones del proceso.
- Baja viscosidad
- Baja presión de vapor
- Baja toxicidad
- Inflamabilidad
- Baja densidad
- Baja tensión superficial
- Facilidad y economía de recuperación de la corriente de extracto y bajo costo

Cada solvente diferente produce extractos y composiciones específicos.

El solvente más ampliamente utilizado para extraer extractos vegetales de

las plantas es el etanol. En esta investigación se seleccionó como disolvente el etanol en mezcla con ciclohexano porque en investigaciones previas del mismo se optó por el uso de etanol en lugar de metanol por sus propiedades parecidas, por su disponibilidad y menor toxicidad respecto al metanol antes mencionado.

CONDICIONES DE OPERACIÓN

Durante la extracción en el Soxhlet, el solvente se recupera normalmente por evaporación. Las temperaturas de extracción y evaporación tienen un efecto significativo en la calidad final de los productos. Las altas temperatura de ebullición para la recuperación del solvente pueden disminuirse usando evaporación flash o separación por membrana para recuperar el solvente; sin embargo en nuestro caso se emplea el método de evaporación en el mismo equipo Soxhlet, tomando en cuenta que primero se debe eliminar y/o sacar del equipo extractor el cartucho de muestra, de esta forma se producirá la evaporación del solvente el cual se condensara posteriormente en el extractor, a la vez que también se producirá la concentración del extracto en el balón esto se realizará hasta que la consistencia del mismo sea espesa.

Ventajas y desventajas de la extracción soxhlet

Ventajas

- Gran capacidad de recuperación e instrumentación simple.
- No se requiere filtración posterior.
- El disolvente orgánico se evapora quedando sólo disolvente orgánico se evapora quedando sólo analito.
- El disolvente y la muestra están en contacto íntimo y repetido.
 De manera que se mejora muchísimo la extracción porque siempre se emplea un disolvente limpio.
- El disolvente proviene de una condensación luego es líquido y está caliente.
- Favorece la solubilidad del analito.
- Es un proceso lento e imposible de acelerar.
- Se requiere gran cantidad de disolvente.
- Inaplicable a analitos termolábiles, que se descompongan con el calor o reaccionen.
- Necesidad de etapa final de evaporación.
- El método no depende de la matriz.

2.2.11 Solventes orgánicos para la extracción de alcaloides

Ciclohexano

El ciclohexano está presente de forma natural en todos los tipos de petróleo crudo, en concentraciones de 0,1% – 1,0%. Se obtiene en sistemas cerrados por hidrogenación del benceno. La mayor parte del ciclohexano se emplea en la producción de nylon, con cantidades menores destinadas a su uso como disolvente y como agente químico intermedio. La exposición profesional al ciclohexano suele producirse en combinación con otros disolventes. Una mezcla de disolventes que incluye n-hexano y ciclohexano, conocida como "hexano comercial", es muy utilizada como disolvente en la industria del calzado. Se han medido niveles de exposición de hasta 360 ppm (1260 mg/m³). El análisis se realiza por cromatografía de gases o mediante tubo Drager, y ha de tenerse en cuenta que la medida puede verse afectada por otros disolventes. En el siguiente cuadro (Cuadro 2.3) se muestran las propiedades fisicoquímicas del ciclohexano.

Cuadro 2.3
Propiedades Fisicoquímicas Ciclohexano

1 3,50 mg/m3 = 1 ppm	
84,18	
C ₆ H ₁₂	
6,5 °C	
80,7 °C	
50 ppm (175 mg/m3)	
12,7 kPa a 20 °C	

Fuente: Instituto nacional de seguridad e higiene en el trabajo

Etanol

El etanol es un alcohol que se presenta como un líquido incoloro e inflamable con un punto de ebullición de 78 °C. Al mezclarse con agua en cualquier proporción, da una mezcla azeotrópica. Es un líquido transparente e incoloro, con sabor a quemado y un olor agradable característico. Es conocido sencillamente con el nombre de alcohol.

Su fórmula química es CH₃-CH₂-OH principal producto de las bebidas alcohólicas.

El etanol es el alcohol que se encuentra en bebidas como la cerveza, la sidra, el Vino tintolvino y el brandy. Debido a su bajo punto de

congelación, ha sido empleado como fluido en termómetros para medir temperaturas inferiores al punto de congelación del mercurio, -40 °C, y como anticongelante en radiadores de automóviles.

Normalmente el etanol se concentra por destilación de disoluciones diluidas. El de uso comercial contiene un 95% en volumen de etanol y un 5% de agua. Ciertos agentes deshidratantes extraen el agua residual y producen etanol absoluto. El etanol tiene un punto de fusión de -114,1°C, un punto de ebullición de 78,5°C y una densidad relativa de 0,789 a 20°C En el siguiente cuadro (Cuadro 2.4) se muestran las propiedades físicas del etanol.

Cuadro 2.4
Propiedades Fisicoquímicas Etanol

Estado de agregación	Líquido
Apariencia	Incoloro
Densidad	810 kg/m3; (0,810 g/cm3)
Masa molecular	46,07 uma 158,9 K (-114,1 °C)
Punto de fusión	
Punto de ebullición	351,6 K (78,6 °C)
Temperatura crítica	514 K (241 °C)
Presión crítica	63 atm.

Fuente: Instituto nacional de seguridad e higiene en el trabajo

La producción de etanol es un ejemplo de cómo la ciencia, la tecnología, la agricultura y la industria deben trabajar en armonía para transformar un producto agropecuario en un combustible.

El proceso de producción de etanol ha sido inmensamente refinado y actualizado en años recientes ganando en eficacia. El proceso de producción varia ligeramente para cada uno de los tres usos principales del etanol –bebidas, industrial y combustible-, pero los pasos principales son los mismos.

La mayoría del etanol producido en los Estados Unidos está hecho a partir del grano de maíz, pero también puede ser producido a partir de otros feedstocks como el sorgo, trigo, cebada, papa o remolacha. Brasil, el principal productor mundial junto a los EE.UU. lo produce a partir de caña de azúcar.

Para la producción de etanol a partir de maíz hay dos métodos primarios: la molienda seca y la molienda húmeda. La mayoría del etanol producido en los EE.UU. proviene del proceso de molienda seca.

Ambos procesos incluyen esencialmente los mismos pasos: el preparado del feedstock, la fermentación de los azúcares simples, el recupero del alcohol y de los subproductos que van generándose en el proceso, diferenciándose en la preparación del grano para la molienda y la posterior fermentación.

La elección de uno u otro sistema de producción implica la obtención de un determinado conjunto de derivados o subproductos. Del proceso de molienda seca además del etanol se obtienen los granos destilados secos y solubles (DDGS) que son un alimento de alta calidad para el ganado. Del proceso de molienda húmeda junto con el etanol se obtiene: aceite de maíz, gluten feed y gluten meal. Estos últimos también se utilizan como alimento para animales.

Los 8 pasos principales en la producción de etanol bajo este proceso son los siguientes:

Molienda: El proceso de molienda seca comienza con la limpieza del grano de maíz (puede ser cebada, trigo o sorgo), que una vez limpio pasa a través de los molinos que lo muelen en un polvo fino –harina de maíz-. Licuefacción: La harina de maíz se sopla en grandes tanques donde se la mezcla con agua y las enzimas –amilasa alfa- y pasa a través de las cocinas donde se licueface el almidón. A la mezcla se le agregan componentes químicos para mantenerla con un pH de 7. En esta etapa se aplica calor para permitir la licuefacción, en una primera etapa a alta temperatura (120-150°C) y luego a temperatura más baja (95°C). Estas altas temperaturas reducen los niveles de bacterias presentes en el puré o mosto.

Sacarificación: El puré de las cocinas luego es refrescado -a una temperatura levemente debajo del punto de ebullición del agua- y se le agrega una enzima secundaria -glucoamilasa- para convertir las

moléculas del almidón licuado en azúcares fermentables -dextrosamediante el proceso de sacarificación. Las enzimas funcionan como catalizadores para acelerar los cambios químicos.

Fermentación: El etanol es producto de la fermentación. Al puré se le agrega levadura para fermentar los azúcares –cada molécula de glucosa produce dos moléculas de etanol y dos de dióxido de carbono- y con ello obtener el etanol y el anhídrido carbónico. Usando un proceso continuo, el puré fluirá a través de varios fermentadores hasta que fermente completamente. En este proceso el puré permanece cerca de 48 horas antes que comience el proceso de destilación. En la fermentación, el etanol conserva mucha de la energía que estaba originalmente en el azúcar, lo cual explica que el etanol sea un excelente combustible.

Destilación: El puré fermentado, ahora llamado cerveza, contendrá alcohol –cerca del 15%- y agua –al 85%-, así como todos los sólidos no fermentables del maíz y de la levadura. El puré entonces será bombeado a un flujo continuo, en el sistema de la columna de destilación, donde la cerveza se hierve, separándose el alcohol etílico de los sólidos y del agua. El alcohol dejará la columna de destilación con una pureza del 90 al 96%, y el puré de residuo, llamado stillage, será transferido de la base de la columna para su procesamiento como subproducto.

Deshidratación: El alcohol pasa a través de un sistema que le quita el agua restante. La mayoría de las plantas utilizan un tamiz molecular para capturar las partículas de agua que contiene el etanol al momento de salir

del sistema de destilación. El alcohol puro, sin el agua, se lo denomina alcohol anhidro.

Desnaturalizado: El etanol que será usado como combustible se debe desnaturalizar con una cantidad pequeña (2-5%) de algún producto, como nafta, para hacerlo no apto para el consumo humano.

Subproductos: Hay dos subproductos principales del proceso: el anhídrido carbónico y los granos destilados. El anhídrido carbónico se obtiene en grandes cantidades durante la fermentación. Muchas plantas lo recogen, lo limpian de cualquier alcohol residual, lo comprimen y lo venden para ser usado como gasificante de las bebidas o para congelar carne. Los granos destilados, húmedos y secos –DDGS-, se obtienen del stillage, el cual se centrífuga para separar los sólidos suspendidos y disueltos. Un evaporador se utiliza para concentrar los sólidos suspendidos y disueltos y después se envían a un sistema de secado para reducir el contenido de agua a aproximadamente un 10/12%. Los DDGS contienen el núcleo del maíz menos el almidón. Algunas plantas también elaboran un jarabe que contiene algunos de los sólidos que pueden ser comercializados juntos o en forma independiente de los granos destilados.

2.3 Definiciones de términos

Maceración: Es un método de extracción solido- liquido, le producto solido (materia prima) posee una serie de compuestos solubles en el líquido extractante que son los que se pretende extraer. La extracción se realiza a temperatura ambiente en 15°C y 20°C.

Digestión: Consiste en hacer someter la materia prima a la acción prolongada de un líquido, en vasija cerrada, a temperatura comprendida entre 32°C y el punto de ebullición del solvente usado. El modo de calentar el líquido varía según las circunstancias y puede hacerse lente en baño de arena o en baño maría.

Extracción soxhlet: Se fundamenta en una extracción continua, en la cual el material solido se encuentra en contacto con el solvente, reflujando varias veces.

Alcaloides: Son sustancias orgánicas nitrogenadas con propiedades básicas y acción fisiológica enérgica que presentan un conjunto de reacciones químicas. Presentan notables propiedades fisiológicas y toxicológicas, que se ejercen fundamentalmente sobre el sistema nervioso central. Por estas razones puedes ser usado como fármacos.

Evaporación: Proceso físico que consiste en el paso lento y gradual de un estado líquido hacia un estado gaseoso, tras haber adquirido suficiente energía para vencer la tensión superficial.

Cromatografía de capa fina: Es una técnica cromatográfica que utiliza una placa inmersa verticalmente. Esta placa cromatográfica consiste en una fase estacionaria polar (comúnmente se utiliza sílica gel) adherida a una superficie sólida. La fase estacionaria es una capa uniforme de un absorbente mantenido sobre una placa, la cual puede ser de vidrio, aluminio u otro soporte.

Reactivo erlich: Reactivo utilizado para la identificación de la presencia de alcaloides en una solución.

Reacción de Mayer: Se emplea para la caracterízación no específica de alcaloides.

La mayoría de los alcaloides reaccionan dando un precipitado blanco o amarillo claro, amorfo o cristalino.

Reacción de Vitali-Morin: consiste en la nitración de los alcaloides con ácido nítrico fumante, se forma una coloración en presencia de hidróxido de potasio con los derivados nitrados en solución alcohólica, la presenciade acetona estabiliza la coloración

Reacción de Dragendorff es una mezcla de yoduro de potasio y bismuto; se utiliza en la identificación de alcaloides (a aquellos metabolitos secundarios de las plantas sintetizados, generalmente, a partir de aminoácidos. Los alcaloides verdaderos derivan de un aminoácido, son por lo tanto nitrogenados), ya que pueden precipitar por adición de este reactivo.

Placa silica de gel: Es una placa cromatográfica que consiste en una fase estacionaria (sílica de gel) adherida a una superficie sólida. La fase estacionaria es una capa uniforme de un absorbente mantenido sobre una placa, la cual puede ser de vidrio, aluminio u otro soporte.

Esteroides: Son compuestos orgánicos derivados del núcleo del ciclopentanoperhidrofenantreno o esterano, que se componen de vitaminas y hormonas formando anillos fusionados, tres con seis atomos y uno con cinco; posee en total diecisiete átomos de carbono.

Taninos: Químicamente son metabolitos secundarios de las plantas, fenólicos, no nitrogenados, solubles en agua y no en alcohol ni solventes orgánicos.

Flavonoides: Es una serie de metabolitos secundarios de las plantas. Son sintetizados a partir de una molécula de fenilalanina y 3 de malonil-CoA, a través de lo que se conoce como "vía biosintética de los flavonoides.

Metabolitos primarios: Compromete aquellos procesos químicos que cada planta debe llevar a cabo cada dá para sobrevivir y reproducir su actuación, como son: Fotosíntesis, glicolisis, ciclo del ácido cítrico, síntesis de aminoácidos, transaminación, síntesis de proteínas, ezimas y coenzimas, síntesis de materiales estructurales, duplicación del material genético, reproducción de células (crecimiento), absorción de nutrientes, etc.

Metabolitos secundarios: Compromete aquellos procesos químicos que son únicos para una planta dada, y no son universales.

III. VARIABLES E HIPÓTESIS

3.1 Variables de la investigación

La presente investigación se caracteriza por ser longitudinal estudiando la variable a lo largo del tiempo establecido, por ser éste el determinante en la relación causa efecto.

Por su naturaleza, todas las variables identificadas son del tipo cualitativas. Por su dependencia X es dependiente, y las variables Y, Z son independientes.

Es decir: X=f (Y, Z). La figura 3.1 muestra la relación entre las variables.

Figura 3.1

Relación de las Variables de la Investigación

X: Condiciones más adecuadas para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación en un equipo soxhlet con mezcla ciclohexano-etanol.

- Y: Características físicas de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.
- Z: Alcaloides presentes en la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.

3.2 Operacionalización de variables

En el siguiente cuadro (cuadro 3.1) observamos la operacionalización de variables

Cuadro 3.1 Operacionalización de Variables

VARIABLE DEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
X = Condiciones más adecuadas para la extracción de alcaloides de la	✓ Materiales	Explicación	Ensayos experimentales de extracción con equipo soxhlet.
harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a	✓ Equipos	Explicación	
experimentación en un equipo soxhlet con mezcla ciclohexano- etanol.	✓ Procedimiento	Explicación	
VARIABLES INDEPENDIENTES	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
Y = Características físicas de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.	✓ Tamaño de partícula	Número de malla	Análisis de laboratorio
Z = Alcaloides presentes en la harina del Huanarpo	✓ Codeína	ppm	Análisis de laboratorio
macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.	✓ Efedrina	ppm	

3.3 Hipótesis General e Hipótesis específicas

Hipótesis General

Las condiciones más adecuadas deben considerar una mezcla de 60% de ciclohexano y 40% de etanol, además un tiempo total de extracción igual a 90 minutos para un tamaño de partícula de número de malla 40 (TAMIZ USP).

Hipótesis Específicas

- Tendremos un tamaño de partícula de número de malla 40 (TAMIZ USP).
- b. Los alcaloides que contiene la harina del Huanarpo macho (Jatropha Macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación son Codeína y Efedrina.

IV. METODOLOGÍA

4.1 Tipo de Investigación

Los tipos de investigación que se realizarán en nuestro proyecto de tesis son:

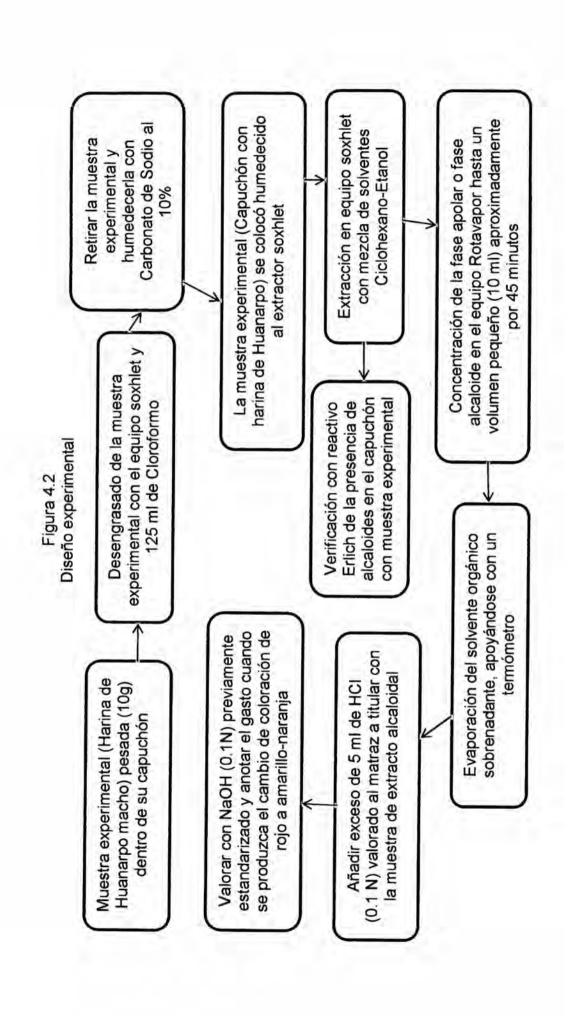
- Por su finalidad la investigación es del tipo básica porque los resultados obtenidos servirán como punto de partida para otros tipos de investigaciones que busquen la aplicación práctica de los resultados obtenidos.
- o Por su diseño interpretativo la presente investigación es del tipo experimental porque la extracción de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha Macrantha Muell.Arg), se realizará en el laboratorio, bajo condiciones de ensayos o corridas experimentales.

4.2 Diseño de Investigación

El diseño de la presente investigación ha considerado tres momentos, los cuales se observan en la figura 4.1

Figura 4.1 Diseño de la investigación **SEGUNDA ETAPA** PRIMERA ETAPA DE LA INVESTIGACIÓN DELA INVESTIGACIÓN Identificar Y Método Identificar Z Análisis de Método Análisis de laboratorio. laboratorio. TERCERA ETAPA DE INVESTIGACIÓN Establecer X Método Ensayos experimentales de extracción con equipo Soxhlet. **TESIS PLANTEADA**

62



Etapas de la Investigación

Se ha considerado que la investigación propuesta tendrá tres etapas.

Primera etapa de la investigación

En la primera etapa de la investigación se recurrió a la revisión de la teoría vinculada a la variable de investigación. Que en este será la variable Y, con el propósito de identificar esta variable, se realizaron análisis de laboratorio.

Segunda etapa de la investigación

En la segunda etapa de la investigación se volvió a requerir de la revisión de la teoría vinculada a la variable de investigación. En esta etapa la variable será Z, con el propósito de identificar algunos argumentos científicos, antecedentes de estudios y bases científicas.

También se procedió con los análisis de laboratorio, para conocer sus criterios vinculados a la variable de investigación y del objeto de investigación.

Tercera etapa de investigación

En la tercera etapa de la investigación con la teoría y la información lograda tanto en la primera etapa como en la segunda etapa, se realizaron ensayos experimentales de extracción con equipo Soxhlet.

4.3 Población y Muestra

El criterio población no es aplicable a la presente investigación.

El criterio muestra experimental, si es aplicable, por cuanto la investigación es del tipo experimental y se inició con la preparación de una muestra experimental.

La muestra estuvo dada por diez gramos de harina de Huanarpo macho pasada a través de malla 40 (Tamiz USP).

4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos

4.4.1 Técnicas para la recolección de datos

Para la recolección de datos se usaron las siguientes técnicas:

a. Análisis físico:

- Lavado de las raíces de Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).
- Secado de las raíces de Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).
- Molido de las raíces de Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).
- Porcentaje de Humedad de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).
- Tamizado de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).
- Pesado de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).
- Observación del recirculado (sifonado) en la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) en un equipo soxhlet.

b. Análisis químico

- Desengrasado del capuchón (Muestra experimental de harina de Huanarpo macho).
- Humedecimiento del capuchón (Muestra expeimental de harina de Huanarpo macho).
- Extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).
- Evaporación de la mezcla de solventes (Ciclohexano-etanol).
- Estandarización de ácido clorhídrico e Hidróxido de sodio.
- Valoración del extracto bruto alcaloidal acidificado.

4.4.2 Instrumentos para la recolección de datos

Para proceder a la recolección de datos, hubo la necesidad de emplear diferentes equipos, materiales y reactivos de laboratorio tales como:

a. Equipos:

- Para Análisis físico: Estufa, Soxhlet, Molino eléctrico,
 Desecador, Balanza analítica, Cocina eléctrica.
 - Para Análisis químico: Rotavapor, Campana extractora

b. Materiales:

- Para Análisis físico: Placas Petri, luna de reloj, espátula,
 pinzas de metal, pesa filtros.
- Para Análisis químico: Papel filtro, vasos de precipitado, probetas, picetas, micropipeta, matraces, balones, embudo, soporte universal, frascos ambar.

c. Reactivos:

 Para Análisis químico: Ciclohexano, etanol, ácido clorhídrico, cloroformo, agua destilada

d. Implementos de protección:

Guantes quirúrgicos, mandil blanco, pantalón largo, zapato cerrado.

4.5 Procedimiento de recolección de datos

4.5.1 Recopilación de información: Para la realización del proceso de extracción de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) en un equipo soxhlet con mezcla de solventes ciclohexanoetanol, se hizo uso de la información brindada en investigaciones preliminares, libros, normas, revistas y referencias electrónicas.

4.5.2 Revisión de la información

Con la información reunida se procedió a la actualización de ésta y a la elaboración de lo faltante. Posteriormente se verificó lo estipulado a través del trabajo en donde se corroboró que lo que estaba escrito era lo que se está desarrollando.

4.5.3 Formulación y validación del proceso

A. Descripción del Huanarpo macho (Jatropha macrantha. Muell.Arg):

La descripción del producto tiene la finalidad de realizar una evaluación sistemática de todas las propiedades asociadas a nuestra materia prima (Huanarpo macho).

En la descripción del producto se incluyó por lo menos lo siguiente:

 Nombre del producto, consignando el nombre científico de ser necesario.

- o Composición
- o Características físicas y fisicoquímicas
- Tratamiento físico

4.5.4 Métodos de recolección de datos cualitativos y cuantitativos.

Una vez que se tuvieron a disposición los equipos, materiales y reactivos de laboratorio, se aplicó los métodos o procedimientos para la recolección de datos, los cuales se describen y/o mencionan a continuación:

A. Tratamiento mecánico de la materia prima

- Lavado: Las raíces del Huanarpo macho debieron ser previamente lavadas, eliminando así impurezas externas.
- Secado: El material lavado se llevó a una estufa a una temperatura aproximada de 105 °C para lograr eliminar cualquier cantidad de humedad involucrada.
- Reducción de tamaño: Las raíces del Huanarpo macho fueron reducidas primeramente mediante un cortado, luego se pasó por un molino eléctrico para lograr un tamaño de partícula pequeño que favorezca la extracción.
- Tamizado: El material se pasó por un tamiz de número de malla 40 (Tamiz USP), para poder encontrar la optimización en la extracción.

En la figura 4.3 (FIGURA 4.3) se observa la raíz del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) previamente cortada y lavada, lista para ser molida.

FIGURA 4.3

Raíz de Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)



B. Acondicionemiento de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha. Muell.Arg)

Se seleccionó la harina del Huanarpo macho en estudio y se conservó a temperatura ambiente. (Ver Figura 4

FIGURA 4.4

Harina de Huanarpo macho (Jatropha macrantha. Muell.Arg)



C. Análisis físico para la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha. Muell.Arg)

En este punto se determinó las características físicas presentadas por la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha. Muell.Arg) para su análisis posterior.

C.1 Porcentaje de Humedad

Según NTP 205.037. 1975. Harinas. Determinación del contenido de humedad, se determinó la humedad de las muestras por calentamiento de las mismas, hasta obtener peso constante.

- Se Pesó el pesafiltro vacío.
- Se Pesó 5 g de muestra (W1)
- Se colocó en la estufa a 105°C por tres horas.
- Se retiró y enfrio en un desecador por treinta minutos minutos.
- Una vez completamente fría, se pesó la muestra con pesafiltro.
- Se repite el procedimiento desde el tercer punto, las veces que sean necesarias hasta peso constante (W2)

$$\%Humedad = \frac{Perdida\ de\ peso\ (g) = (W1 - W2)}{Peso\ de\ muestra} * 100$$

En la figura 4.5 (FIGURA 4.5) observamos la estufa empleada, en este análisis la cual se encuentra en el laboratorio de investigación de la facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao.

FIGURA 4.5

Estufa usada para la determinación del Porcentaje de Humedad de la harina del Huanarpo macho (Jatropha Macrantha Muell.Arg)

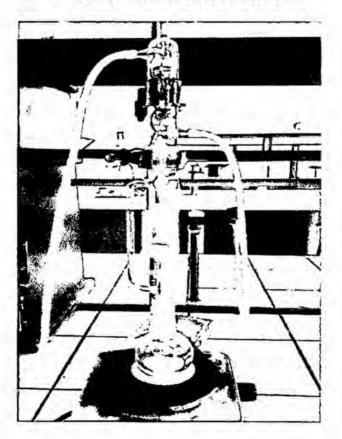


D. Análisis de obtención del extracto bruto alcaloidal de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)
Para la recolección de datos cualitativos y cuantitativos que se llevó a cabo se partió de lo siguiente:

- Se pesó 10 g de muestra seca de harina de Huanarpo macho.
- Se formó una especie de capuchón con papel filtro rápido, con la muestra pesada.
- Se armó el equipo Soxhlet de forma adecuada, según lo estipulado en la parte teórica.
- Se introdujo el capuchón en la parte interna del extractor soxhlet.
- Se agregó una cantidad de 125 ml de Cloroformo en el balón de 250 ml, para iniciar la etapa de "Desengrasado" del capuchón con la muestra de harina de Huanarpo macho (Jatropha Macrantha Muell.Arg).
- Después de cuatro sifonadas, con un tiempo aproximado de noventa minutos, se retiró el capuchón del extractor.
- Se secó el capuchón con la muestra por un tiempo de treinta minutos a 40°C.
- Se agregó cantidades de los solventes a emplear (Ciclohexano y etanol) en la proporción de (90% y 10%), (80% y 20%), (70% y 30%), (60% y 40%) y (50% y 50%); respectivamente en el balón de 250 ml a la mitad de su capacidad; es decir para un volumen de 125 ml. En la figura 4.5 (FIGURA 4.6) se plasma lo expuesto anteriormente.

- Se extrajo los alcaloides presentes en la muestra del capuchón con la harína del Huanarpo macho.
- Se concentró en un rotavapor a un volumen pequeño.
- Se evaporó los solventes remanentes en la muestra.
- Se obtuvo un extracto bruto alcaloidal, el cual fue cualificado y cuantificado.

FIGURA 4.6
Extractor Soxhlet de laboratorio



E. Análisis cualitativo de la solución bruta alcaloidal

- Preparación del reactivo erlich

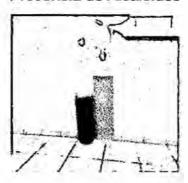
Se pesó 2 gr de p-dimetilaminobenzaldehido, luego se disolvió en 50 ml de etanol (96%) y 50ml de HCl(ac) 0.1 N Se Agitó y homogenizó la solución.

Identificación de alcaloides mediante el reactivo de Erich.
 Se colocó 5 ml de muestra en 1 tubo de ensayo y en otro

tubo 5 ml de muestra también.

Se agregó de 3 o 4 gotas del reactivo erlich a los tubos de ensayo, seguidamente homogenizar y esperar unos instantes .Si existe alcaloides en la muestra vira de color marrón a rojo lo cual garantizara la presencia de alcaloides. En la figura 4.7 (FIGURA 4.7) se observa lo expuesto.

FIGURA 4.7
Presencia de Alcaloides



F. Cromatografia de capa fina

- Preparación de la fase móvil (solvente)

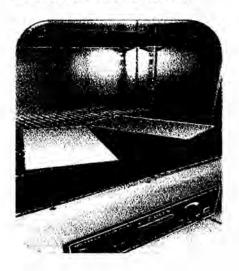
Se agregó a la cuba 40 ml de cloroformo con 10 ml metanol y gotas de amoniaco (NH3) (según DIRINCRI)

Preparación de la placa MERCK.

La sílica gel se dividirá en 3 partes iguales en donde sembramos la muestra de huanarpo macho sobre la línea base haciendo la aplicación y entre cada aplicación se dejó evaporar el disolvente en la estufa (FIGURA 4.8).

Se sembró de 10 y 20 veces para el reactivo de Erlich y 10 veces para el permanganato de potasio.

FIGURA 4.8 Secado de Placas Merck



- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL (Por CCP)

Se sumergió la placa en la fase móvil y se esperó un determinado tiempo hasta que la fase móvil suba por la placa luego se tapa la cuba.

Se calentó la placa antes de llevarla a una lámpara con luz UV, la mayoría de los alcaloides presentan fluorescencia típica a esta luz (365nm).

Luego en el caso de los alcaloides el revelador usado fue el reactivo de Erhlich el cual fue aplicado por medio de una esperización a 2/3 de la placa y permanganato de potasio a 1/3 de la placa.

Factor de retención

Una vez revelado el cromatograma se pudo determinar el Rf para el componente en el cromatofolio, este valor Rf (factor de retención) constituye la proporción de la distancia de la línea de partida y del centro de la mancha (Da) y la altura de la zona húmeda de la línea de partida (Dz).

G. Análisis cuantitativo de la solución bruto alcaloidal

Evaporación de la mezcla de solventes.

Se calentó hasta una temperatura de 81°C para eliminar la mezcla de solventes de la solución.

Al calentar nuevamente a esta temperatura no se observó desprendimiento de gases a dicha temperatura, quedando en el vaso precipitado una solución alcaloidal.

Método volumétrico

Estandarización de la base a usar (NaOH)

Se pesó 0.1g por triplicado una muestra de KHC8H4O4 (biftalato de potasio).

Se disolvió en 100 ml de agua destilada en un matraz. Luego se añadió dos a tres gotas de fenolftaleína.

Se realizó la titulación de nuestra base a estandarizar.

Se realizó los cálculos y determinamos el factor de corrección. Luego se determinó la concentración real.

Estandarización del ácido a usar (HCI)

Se pesó 0.1g por triplicado el patrón primario de carbonato de sodio Na2CO3 (Químicamente puro).

Se disolvió en 100 ml de agua destilada en un matraz.

Se añadió dos a tres gotas de anaranjado de metilo.

Se procedió con la titulación de nuestro ácido a estandarizar. Cambio de viraje detenerse y hervir la solución hasta que cambio de tonalidad a incolora.

Se valoró nuevamente hasta llegar al cambio de color de tonalidad naranja.

Se procedió con los cálculos y se determinó el factor de corrección.

Finalmente se determinó la concentración real de la base.

Procedimiento de cuantificación de alcaloides totales.

Al extracto rico en alcaloides previamente acondicionado

- Se añadió 2 ml de extracto bruto alcaloidal
- Se añadió 5 ml de ácido clorhídrico.

- Se determinó la densidad de nuestra solución mediante el método del picnómetro.
- Se añadió a nuestra solución el indicador rojo de metilo.
- · Se tituló con nuestra base estandarizada.

4.6 Procedimiento estadístico y análisis de datos

4.6.1 Tratamiento Estadístico

Se realizó una experimentación activa con un diseño experimental que a lo largo de los diferentes análisis que se llevaron a cabo en esta investigación se ha generado un cuerpo de datos considerables. Las diferentes variables, tanto cualitativas como cuantitativas, que se han considerado en este trabajo no se pueden concebir como entidades aisladas, sino que deben ser comprendidas dentro de una misma unidad o conjunto de caracteres que forman una globalidad. En este sentido, creemos que es imprescindible el procesamiento de estos datos mediante la aplicación de técnicas estadísticas.

4.6.2 Análisis Estadístico

Para el caso de esta investigación se aplicará los criterios estadísticos de la regresión lineal y polinomial y como estos se aplican o adecuan.

Los datos de porcentaje de extracción, Porcentaje de solventes (ciclohexano y etanol) y tiempo total de extracción fueron procesados empleando el software estadístico comercial Excel 2010. Este se usó para realizar el ajuste del polinomio de cuarto orden para los datos experimentales, el análisis de regresión y la optimización. La optimización del proceso de extracción se direccionó a encontrar una ecuación que rija el comportamiento del Porcentaje de Extracción del alcaloide del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) versus el porcentaje de ciclohexano, porcentaje de etanol y Tiempo total de extracción, de tal manera que maximice el rendimiento de extracción.

A. Determinación de Porcentaje (%) de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho.

En la siguiente tabla (TABLA 4.1) se obtuvo el gasto de NaOH en la volumetría para obtener el % de extracción de alcaloides.

TABLA 4.1
% de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho Vs Volumen gastado promedio (NaOH) (ml)

N° de Ensayo	Volumen gastado promedio (NaOH) (ml)	Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho (%)
1	3,97	1,78
2	3,72	1,85
3	2,32	2,01
4	2,55	1,68
5	2,82	1,59

TABLA 4.2
% Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho Vs Volumen gastado (NaOH) (ml)

N° de Ensayo	Volumen gastado (NaOH) (ml)	Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho (%)
	3,95	1,79
1	4,10	1,71
	3,85	1,83
2	3,80	1,81
	3,70	1,86
	3,65	1,88
3	2,25	2,04
	2,40	1,98
	2,30	2,02
	2,60	1,67
4	2,50	1,70
1	2,55	1,68
	2,85	1,50
5	2,70	1,66
	2,90	1,60

Según Rivas, Verónica; en su tesis sobre extracción de alcaloides a partir de la corteza y hojas de la guanábana nos menciona la forma de calcular la cantidad de alcaloides presentes (Tropánicos), de la forma:

Alcaloides Tropánicos (g) =
$$\frac{(A \times factorA - B \times factorB)}{gr de muestra en 1 ml} \times 0.3124$$

Alcaloides Tropánicos
$$(g) = \frac{(5*0,1443 - 2,32*0,1135)}{0,711} \times 0.3124$$

Alcaloides Tropánicos
$$(g) = 0,2013$$

Recordemos que la extracción realizada fue para una muestra experimental de diez gramos, entonces:

Luego: % Alcaloides tropánicos =
$$0,2013 * \frac{100}{10}$$

% Alcaloides tropánicos = 2,01

Dónde:

A: Gasto de HCI (ml)

B: Gasto de NaOH (ml)

Factor A: Concentración de HCI (mol/L)

Factor B: Concentración de NaOH (mol/L)

0,3124: Masa molar del alcaloide divido entre mil.

0,711: Valor en gramos de alcaloide por ml en ensayo 3 (Ver tabla 4.5)

Según los análisis de cuantificación realizados en la facultad de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM), se tiene que de un extracto que contiene 10 g en 13.2 ml.

Se tomó una alícuota de 1 mL, se eliminó el solvente por sequedad y se reconstituyó en 5 mL de ácido fórmico, 10 mL de ácido acético glacial y 5 gotas de cristal violeta.

Se procedió a valorar y se determinó:

$$\% \ Alcaloides \ trop\'anicos = \frac{N_{HClO4} * Fc * Gasto * PM_{Alcaloide}}{w_{MP}} * 100$$

Para el ensayo más adecuado, se tiene:

% Alcaloides tropánicos =
$$\frac{0.1 * 1,0475 * 5 * 0,31240276}{7,5} * 100$$

% Alcaloides tropánicos = 2,18

Para: Gasto 2 = 4.85 ml

% Alcaloides tropánicos = 2,12

Por lo tanto:

% Alcaloides tropánicos =
$$\frac{2.18 + 2,12}{2}$$
 = 2,15

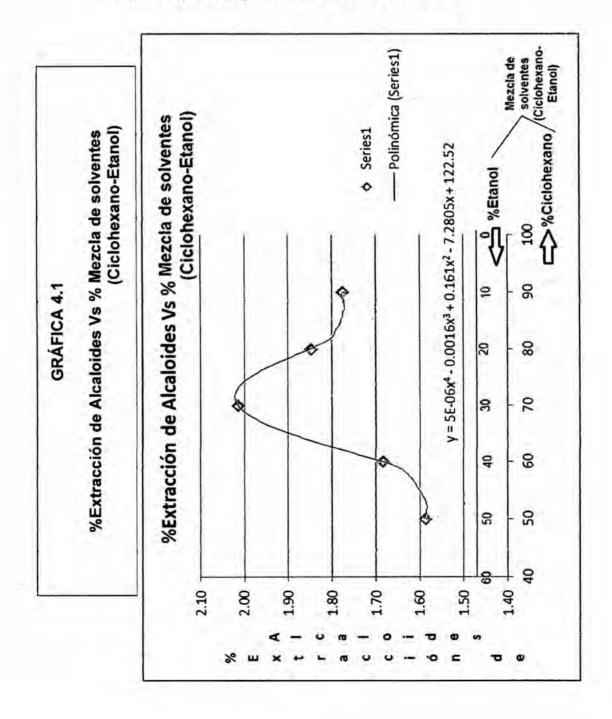
B. Relación del Porcentaje de Extracción con la mezcla porcentual de solventes empleadas.

Se observa en la tabla (TABLA 4.3) los porcentajes de extracción obtenidos para cada ensayo con un porcentaje de Mezcla de solventes, de los cuales se obtuvo la mezcla porcentual de solventes más adecuada (Ensayo número tres).

TABLA 4.3
% de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho Vs Mezcla porcentual de solventes empleados

N° de Ensayo	% Ciclohexano	% Etanol	Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho (%)
1	90	10	1,78
2	80	20	1,85
3	70	30	2,01
4	60	40	1,68
5	50	50	1,59

En la gráfica 4.1 (Gráfica 4.1) se muestra el comportamiento generado por los datos de la tabla 4.3 (TABLA 4.3), de las cuales se obtiene una ecuación polinomial de cuarto orden de tal manera que para cualquier mezcla porcentual se obtenga de manera inmediata el porcentaje de Extracción de Alcaloides.



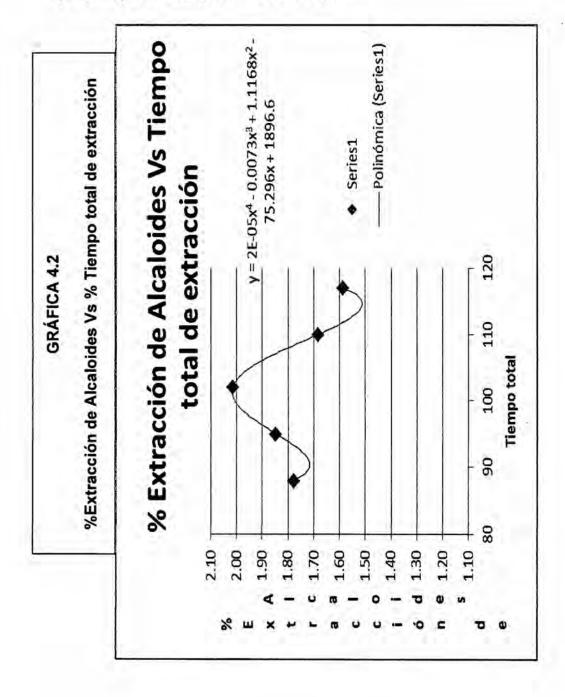
C. Relación del Porcentaje de Extracción con el Tiempo total de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho

En la tabla (TABLA 4.4) se observan los diferentes tiempos de extracción obtenidos con respecto a los porcentajes de extracción de alcaloides del Huanarpo macho, del cual se considera al ensayo número tres como el Tiempo total de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho más adecuado.

TABLA 4.4
% de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho Vs Tiempo total de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho

N° de Ensayo	Tiempo total de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho (min)	Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho (%)
	88	1,78
2	95	1,85
3	102	2,01
4	110	1,68
5	117	1,59

Así mismo en la gráfica 4.2 (Gráfica 4.2) se muestra el comportamiento generado por los datos de la tabla 4.4 de las cuales se obtiene una ecuación polinomial de cuarto orden de tal manera que para cualquier tiempo total de extracción de Alcaloides del Huanarpo macho empleado se obtenga de manera inmediata el porcentaje de Extracción de Alcaloides.



D. Relación de la densidad obtenida con la mezcla de solventes empleados

La densidad obtenida es importante ya que nos permitió obtener el volumen de alcaloide, en la tabla mostrada (TABLA 4.5) se observa la relación de ésta con la mezcla porcentual de solventes empleados y en la página 87 anteriormente expuesta la aplicabilidad dada en los cálculos.

TABLA 4.5

Densidad del extracto bruto alcaloidal Vs Mezcla porcentual de solventes empleados

N° de Ensayo	% Ciclohexano	% Etanol	Densidad del extracto bruto alcaloidal (g/ml)
1	90	10	0,720
2	80	20	0,718
3	70	30	0,711
4	60	40	0,756
5	50	50	0,772

V. RESULTADOS

- 5.1 Características físicas de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)
 - A. Determinación de Humedad de harina de Huanarpo macho Para la determinación de la humedad en la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha) se llevó a cabo el análisis correspondiente según NTP 205.037. 1975. Harinas, con los siguientes resultados mostrados en la tabla (TABLA 5.1)

TABLA 5.1

Humedad de Harina de Huanarpo macho

N° de Ensayo	Humedad (%)
1	9,51
2	9,47
3	9,58
4	9,60
5	9,52
Promedio	9,53

Además se llevó a cabo el tamizado para un número de malla cuarenta, el cual fue analizado en el laboratorio de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) con los siguientes resultados mostrados en la tabla 5.2 (TABLA 5.2):

TABLA 5.2

ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

ABERTURA (μm)			
ENSAYO	MÉTODO	RESULTADO	
TAMIZ N°20	1100 µm	99,81%	
TAMIZ N°30	600 µm	99,61%	
TAMIZ N°40	350 µm	95,62%	
TAMIZ N°60	260 µm	87,05%	
TAMIZ N°70	250 µm	79,56%	
TAMIZ N°100	150 µm	71,38%	

Fuente:

Laboratorio de Farmacia y Bioquímica – Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM)

La harina de Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell. Arg) presenta un tamaño de partícula menor de 350 µm (Tamiz USP N°40) ya que más del 95% de la muestra total pasó esta malla.

5.2 Alcaloides presentes en la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)

A. Identificación de alcaloides presentes.

La muestra experimental fue analizada en el laboratorio de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) (Anexo 10.2) para determinar el contenido de alcaloides; siendo los resultados siguientes, los cuales se muestran en la siguiente tabla (TABLA 5.3)

TABLA 5.3
Identificación de alcaloides presentes

MÉTODO	RESULTADO
	++

Fuente:

Laboratorio de Farmacia y Bioquímica – Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM)

Dónde: ++ = Presencia media

+ = Ligera presencia

B. Marcha fitoquímica de alcaloides.

El siguiente análisis de marcha fitoquímica fue analizado en el laboratorio de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) (Anexo 10.3) para determinar la familia de alcaloides. En la siguiente tabla (TABLA 5.4) observamos la identificación de alcaloides presentes por familia.

TABLA 5.4

Marcha fitoquímica de alcaloides

PRUEBA	REACCIÓN	RESULTADO
DENTIFICACIÓN		
ALCALOIDES FENÓLICOS	Reacción con tricloruro férrico	
ALCALOIDES INDÓLICOS	Reacción de Urk	
ALCALOIDES TROPÁNICOS	Reacción de Vitali	***
ALCALOIDES ESTEROIDALES	Reacción con Sulfato de Cerio	

Fuente:

Laboratorio de Farmacia y Bioquímica – Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM)

Dónde: +++ = Presencia abundante

+ = Ligera presencia

C. Cuantificación de alcaloides presentes.

La cuantificación de alcaloides presentes se llevó a cabo en el laboratorio de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) (Anexo 10.3) para determinar el porcentaje de alcaloides totales en la harina del Huanarpo macho, antes de la extracción con la mezcla de solventes (Ciclohexano-etanol) como muestra la tabla 5.5 (TABLA 5.5).

TABLA 5.5

Cuantificación de alcaloides presentes

PRUEBA	MÉTODO	RESULTADO
% DE ALCALOIDES	Volumetria	1,2%
TOTALES		1

Fuente:

Laboratorio de Farmacia y Bioquímica – Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM)

Se obtuvo una concentración de 1,2% de alcaloides totales expresados en alcaloides tropánicos (Jatrofano, PM= 312,40276 g/mol), el cual se encuentra en el Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) según la reacción de Vitali morin.

5.3 Condiciones más adecuadas para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)

Las condiciones más adecuadas que se detallan a continuación se dieron cuando el extracto obtenido tuvo una concentración de 2,15% de alcaloides totales expresados en alcaloides tropánicos que permiteron llevar a cabo la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).

5.3.1 Materiales

Los materiales empleados en las condiciones favorables de extracción fueron los siguientes:

- Matraces Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta aforada de 5 ml
- Pipetas graduadas.
- Balones de 250 ml
- Bureta de 25 y 50 ml.
- Vasos de precitado de 250 ml y 500 ml
- Placas petri 15 cm diámetro

- Tubos de ensayo
- Picetas.
- Picnómetro.
- Soporte universal.
- Placa Merck
- Cuba
- Tubo capilar

5.3.2 Equipos

Los equipos empleados en las condiciones favorables de extracción fueron los siguientes:

- Estufa: En el secado de las raíces para determinar humedad.
- Molino eléctrico: En la molienda de las raíces del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) previamente acondicionada.
- Tamizador de laboratorio: Al tomar el tamaño de partícula de número de malla 40 (Tamiz USP).
- Extractor soxhlet: Para el desengrasado y posterior extracción de alcaloides con mezcla de solventes.
- Cocina eléctrica: Para el calentamiento del balón con mezcla de solventes y la evaporación de éstos.

- Rotavapor: Nos permitió concentrar el extracto bruto alcaloidal, separando la mezcla de solventes empleados con el extracto en sí.
- Baño María: Para calentar el balón al momento de concentrar el extracto bruto alcaloidal en el Rotavapor.
- Revelador U.V: Con la finalidad de ver el comportamiento de la muestra alcaloidal impregnada en la la placa Merck.

5.3.3 Procedimiento

En este punto indicamos los resultados obtenidos de cada paso efectuado en el procedimiento de extracción de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg), ya que cada uno de estos puntos son parte de las condiciones favorables.

A. Resultados de la experimentación realizada

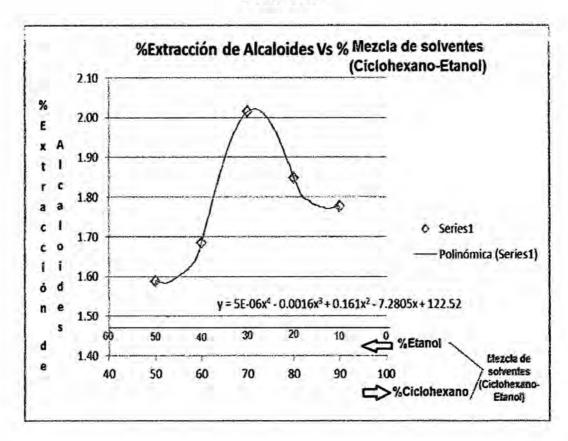
En la tabla 5.6 (TABLA 5.6) y el gráfico 5.1 (Gráfico 5.1) siguientes, se representan el contenido de alcaloides por cada composición de solvente utilizado en los ensayos experimentales:

TABLA 5.6

N° de Ensayo	% Ciclohexano	% Etanol	Porcentaje de Extracción de Alcaloides del Huanarpo macho (%)
1	90	10	1,78
2	80	20	1,85
3	70	30	2,04
4	60	40	1,68
5	50	50	1,59

En el gráfico siguiente obtenemos el %Extracción de Alcaloides Vs Mezcla de solventes (Ciclohexano-Etanol), de tal forma que obtengamos una ecuación que al ser reemplazada para una condición porcentual en mezcla se obtenga inmediatamente el % de Extracción de alcaloides.

Gráfico 5.1



B. Resultado de los análisis del extracto de mayor concentración

La muestra experimental fue analizada en el laboratorio de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) (Anexo 10.5) para determinar el contenido de alcaloides; siendo los resultados siguientes que se muestran en las tablas 5.7; 5.8 y 5.9 (TABLA 5.7), (TABLA 5.8) y (TABLA 5.9).

TABLA 5.7
Identificación de Alcaloides presentes

PRUEBA	MÉTODO	RESULTADO
Reacción de Dragendorff		++
Reacción de Mayer		+

Fuente:

Laboratorio de Farmacia y Bioquímica — Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM)

++: Presencia media

+: Ligera presencia

Estos resultados anteriores reafirman que sigue existiendo presencia de alcaloides luego de la extracción con Mezcla de solventes (Ciclohexano-Etanol) en mayor presencia por parte de la Reacción de Dragendorff respecto a la Reacción de Mayer.

TABLA 5.8

Marcha Fitoquímica de Alcaloides presentes

PRUEBA	REACCIÓN	RESULTADO
IDENTIFICACIÓN	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
ALCALOIDES FENÓLICOS	Reacción con tricloruro férrico	4,
ALCALOIDES INDÓLICOS	Reacción de Urk	
ALCALOIDES TROPÁNICOS	Reacción de Vitali	***
ALCALOIDES ESTEROIDALES	Reacción con Sulfato de Cerio	

Fuente:

Laboratorio de Farmacia y Bioquímica – Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM)

Dónde: +++ = Presencia abundante

+ = Ligera presencia

En esta marcha fitoquímica anterior analizada en el laboratorio de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) (Anexo 10.5) se determinó la presencia de la misma familia de alcaloides que se tenía inicialmente, reafirmando que si tenemos en un proceso inicial alcaloides alfa, persisten al final esos alcaloides alfa, concluyéndose que el proceso es adecuado.

Cuantificación de alcaloides presentes.

La cuantificación de alcaloides totales del extracto final obtenido fue analizada en el laboratorio de Farnacia y Bioquímica de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM), en el cual obtuvimos un mayor porcentaje de extracción de alcaloides debido a que fue realizado por mezcla de solventes (Ciclohexano-Etanol), según lo muestra la Tabla 5.9 (Tabla 5.9).

TABLA 5.9

Cuantificación de Alcaloides

PRUEBA	MÉTODO	RESULTADO
% DE	-	
ALCALOIDES	Volumetria	2,15%
TOTALES		

Fuente:

Laboratorio de Farmacia y Bioquímica — Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM)

Se obtuvo una concentración 2.15% de alcaloide totales expresados como alcaloides Tropánicos en el ensayo más adecuado de Ciclohexano:Etanol (70:30) los cuales se identificaron en el Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) según la reacción de Vitali Morin.

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

6.1 CONTRASTACIÓN DE HIPÓTESIS CON LOS RESULTADOS

- 6.1.1 En la hipótesis planteada inicialmente se dio a modo de conjetura una mezcla conformada por 60% de ciclohexano y 40% de etanol en un tiempo total de extracción igual a 90 minutos para una muestra experimental de 10 gramos.
 Luego de realizada la parte experimental de la investigación se logró establecer que las condiciones favorables de extracción de alcaloides son: 70% de Ciclohexano, 30% de Etanol en un tiempo de 102 minutos y con una muestra experimental de 10 gramos.
- 6.1.2 El tamaño de partícula que estipulamos fue de número de malla 40 (TAMIZ USP) en la hipótesis y obteniendo el mismo resultado en la experimentación.
- 6.1.3 En este punto contrastamos lo predicho que los alcaloides presentes eran Codeína y Efedrina; sin embargo, gracias al análisis fitoquímico mediante un patrón de Jatropha Macrantha se determinó que el alcaloide fue el Jatrophano y que la familia de los alcaloides tropánicos están presentes en mayor cantidad

6.2 CONTRASTACIÓN DE RESULTADOS CON OTROS ESTUDIOS SIMILARES

- 6.2.1 En estudios similares se emplearon extracciones con un solo solvente comparando con la tesis doctoral realizada por Tinco Johnny (2010) de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM) quien empleo metanol, por lo cual las condiciones de proporción de mezclas quedaron contrastadas al ser una de las condiciones favorables de extracción, así mismo el tiempo de extracción realizado con un equipo soxhlet fue de 102 minutos, esto se contrasta con la investigación fitoquímica realizada por Condori, Renee (2012) de la Universidad de San Agustín (UNSA) quien determinó un tiempo de Maceración de dos días.
- 6.2.2 El tamaño de partícula empleado en investigaciones y/o estudios similares nos indica un número de malla variado, nosotros optamos por un número de malla 200 contrastado con éstos ya que se realizó extracciones en equipo soxhlet; así mismo se obtuvo 9,51% de humedad para la harina del Huanarpo macho, la cual se contrasta con la obtenida por Condori, Renee (2012) de la Universidad de San Agustín

(UNSA) quien determinó 80,96% de humedad para los tallos del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg).

6.2.3 En este punto podemos contrastar el estudio de tesis doctoral de Tinco, Johnny; en el cual menciona que el alcaloide presente es el Jatrofano. Esto fue comparado con otros dos (Codeína y Efedrina) que se presentaron a modo de hipótesis y mediante el resultado emitido por la Facultad de Farmacia y bioquímica de la UNMSM se determinó al Jatrofano como el alcaloide.

VII. CONCLUSIONES

- Las condiciones más adecuadas para la extracción usando el equipo Soxhlet se dieron con un tiempo total de extracción de 102 minutos y una mezcla de solventes del 70% de Ciclohexano y 30% de Etanol.
- Obtuvimos una concentración de 2,15% de alcaloides totales expresados como alcaloides tropánicos en el ensayo óptimo de Ciclohexano:Etanol (70:30), los cuales se identificaron en el Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell. Arg) según la reacción de Vitali.
- En el ensayo inicial obtuvimos una concentración 1,2% de alcaloides totales expresados como alcaloides tropánicos provenientes de un extracto alcohólico (maceración), el cual es menor a la concentración de 2,15% de alcaloides totales provenientes de un extracto con mezcla de solventes (70% de ciclohexano, 30% de etanol). Por lo tanto se concluye que hay una mejor extracción con mezcla de solventes (Ciclohexano-Etanol), respecto a la maceración realizada con alcohol etílico.
- El comportamiento de los porcentajes de alcaloides extraídos versus el porcentaje de mezclas de solventes
 Ciclohexano-Etanol viene dada por una ecuación polinómica de cuarto orden.

VIII. RECOMENDACIONES

- Se recomienda promover la investigación en la extracción de alcaloides que tengan demanda comercial en el mundo y que se encuentren en recursos naturales de nuestro país.
- Se deben impulsar proyectos de investigación para la creación de pequeñas empresas y así contribuir al desarrollo de comunidades del interior de la república como parte de la inclusión social.
- Se deberían emprender convenios con universidades nacionales e internacionales que estén desarrollando líneas de investigación,
- Captar inversión extranjera para estudios de investigación ofertando a cambio la rica gama de alcaloides con valor comercial producto de las investigaciones en nuestra facultad.

IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ARA ROLDÁN, ALFREDO. Las 40 plantas medicinales más populares. España. Editorial EDAF.S.A. Cuarta Edición.1994.
- BENAVIDES, A. Catechin derivates in Jatropha Macratha stems:
 Characterisation and LC/ESI/MS quali quantitative analisys.
 Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analisys. Italy, 2005
- CAMPOS ALDRETE, MA. ELENA. Revista Mexicana de Ciencias
 Farmacéuticas. A.C. Vol.39: 74 a 77. Setiembre 2008.
- CARRASCO VENEGAS, LUIS A. Fenómenos de transporte. Perú.
 Editorial MACRO E.I.R.L. Primera edición.2011.
- CASTROVERDE DE LLETOR JOSÉ. Ensayo sobre las enfermedades de los órganos contenidos en la cavidad del pecho. España. Tomo Quinto. 1995.
- CHAPMAN & HALL. The Merck Index. Academic Pres. EE.UU.
 Novena Edición. 2009.
- CONDORI APAZA, RENÉE. Estudio fotoquímico y extracción de la fracción alcaloidea de los tallos de la Jatropha Macrantha Muell.Arg (Huanarpo Macho). Tesis doctoral. Arequipa. Universidad Nacional San Agustín. 2012.
- DERACHE, J. "Toxicología y seguridad de loa alimentos".
 España. Editorial Omega. Primera edición. 1990.
- GENNARO ALFONSO R. Remington Farmacia, Volume 1. USA.
 Editorial Médica Panamericana. Veinteava edición. 2000.

- KLAGES FEDERICO. Tratado de química orgánica. Campos especiales. España. Editorial Reverté. Primera edición. 2005.
- LOCK DE UGAZ, OLGA . Investigación fitoquímica, métodos en el estudio de productos naturales. Vol.12: 1. Junio 1998.
- LORENZO- VELÁZQUEZ. Farmacología Básica y Clínica. España.
 Editorial Médica Panamericana.S.A. Dieciochoava edición. 2008.
- MOSTACERO LEÓN, MEJÍA COICO,. Taxonomia de las Farénogamas Utiles del Peru. Perú. Editorial CONCYTEC. Primera edición. 2002.
- NEGRETE CÓRDOVA, R. La vegetación en el Altiplano, Ciencia y conciencia en los Andes. Chile. Editorial Digital. Primera edición. 1993.
- PARDAL, RAMÓN. Medicina aborigen americana. España.
 Editorial Renacimiento. Segunda edición. 1998.
 - PATIÑO OLIVARES, ARMANDO. Introducción a la ingeniería química: balances de masa y energía. México. Editorial Universidad Iberoaméricana. Segunda edición. 2002.
 - RANDERATH, KURT. Cromatografia de capa fina. Perú,
 Editorial: S.A. de Ediciones URMO. Primera edición. 1982
 - 18. RIVAS CACSIRE, VERÓNICA DOLORES. Extracción de alcaloides a partir de la corteza y hojas de la guanábana.
 Tesis Pre-grado. Perú. Universidad Nacional del Callao. 2006.

- SOUKUP, JAROSLAV. Vocabulario de los nombres vulgares de la flora peruana. Vol. 7: 2. Febrero 1982.
- 20. TINCO ALDO, ARROYO JORGE, BONILLA PABLO. Efecto del extracto metanólico de Jatropha macrantha Müll. Arg., en la disfunción eréctil inducida en ratas. Tesis doctoral. Lima. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. 2010.
- VALDIZAN H, MALDONADO A. La medicina popular peruana.
 Perú. Editorial Torres Aguirre. Segunda edición. 1922.
- VEGA, MARIO. Etnobotánica de la Amazonia peruana. Perú.
 Editorial ABYA YALA, Primera edición. 2001

X. ANEXOS

"EXTRACCIÓN DE ALCALOIDES DEL HUANARPO MACHO (Jatropha macrantha Muell.Arg) EN UN EQUIPO

PROBLEMA	OBJETIVO GENERAL	HIPÓTESIS GENERAL	VO GENERAL HIPÓTESIS GENERAL VARIABLE DEPENDIENTE DIMENSIONES INDIC	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
¿Cuales serán las condiciones más adecuada para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macranthaMuell Arg) que será sometida a experimentación en un equipo soxhlet con mezcla	Establecer las condiciones más adecuadas para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macranthaMuell.Arg) que será sometida a experimentación en un equipo soxhlet con mezcla Ciclohexano-etanol.	Las condiciones más adecuadas deben considerar una mezcla de 60% de ciclohexano y 40% de etanol, además un tiempo total de extracción igual a 90 minutos para un tamaño de particula de número de malla igual a 40 (TAMIZ USP).	X = Condiciones más adecuadas para la extracción de alcaloides de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación en un equipo soxhlet con mezcla ciclohexano-etanol.	/ Materiales/ Equipos/ Procedimiento	Explicación Explicación Explicación	Ensayos experimentales de extracción con equipo soxhlet.
PROBLEMAS ESPECÍFICOS	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	HIPÓTESIS ESPECIFICA	VARIABLES INDEPENDIENTES	DIMENSIONES	INDICADORES	МЕТОВО
a) ¿Cuáles son las características físicas de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell. Arg) que será sometida a	a) identificar las características físicas de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.	a) Tendremos un tamaño de partícula de número de malla 40 (TAMIZ USP).	Y = Características físicas de la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.	Tamaño de partícula	Número de malla	Análisis de laboratorio.
b) ¿Qué alcaloides contiene la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a	b) Identificar los alcaloides presentes en la harina del Huanarpo Macho (Jatropha macranthaMuell.Arg) que será sometida a experimentación.	b) Los alcaloides que contiene la harina del Huanarpo macho (Jatropha Macrantha Muell. Arg) que será sometida a experimentación son Codeina y Efedrina.	Z = Atcaloides presentes en la harina del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg) que será sometida a experimentación.	/ Jatrofano	Concentración porcentual	Análisis de laboratorio.

10.2 Informe de Análisis Fitoquímico de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)



UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS (Universidad del Peró, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA CENPROFARMA

CENTRO DE CONTROL ANALÍTICO - CCA



PROTOCOLO DE ANÁLISIS N.º00266-CPF-2016

ORDEN DE ANÁLISIS

SOLICITADO POR

: 004260/2016 : EDUARDO LARA FLORES

DIRECCIÓN MUESTRA : AV. CARRETERA CENTRAL MZ. B LOTE 22 – ATE VITARTE

: HUANARPO MACHO (JATROPHA MACRANTHA MUELL ARG)

NÚMERO DE LOTE CANTIDAD

: 01 bolsa

FECHA DE RECEPCIÓN

: 16 de Setiembre del 2016

FECHA DE FABRICACIÓN FECHA DE VENCIMIENTO

PRUEBA	REACCIÓN	RESULTADO
IDENTIFICACIÓN:		
ALCALOIDES FENÓLICOS	Reacción con trictoraro férrico	•
ALCALOIDES INDÓLICOS	Resoción de Urk	_
ALCALOIDES TROPÁNICOS	Resectión de Vitali	***
ALCALOIDES ESTEROIDALES	Reacción con Sulfato de cerio	

Lima, 27 de Setiembre del 2016

Post.

Q.F. Nelson Bautista Cruz Director del Centro de Control Analítico

"FARMACIA ES LA PROFESIÓN DEL MEDICAMENTO, DEL ALIMENTO Y DEL TÓXICO" Jr. Puno № 1002 Jurdín Botánico Lima I - Peró

■ (511) 619-7100 unero 4824

Ap. Postal 4559 - Lima 1

Landi con farmacia@unusen.edu.pe http://farmacia.unerosen.edu.pe





10.3 Informe de Análisis Cualitativo y Cuantitativo de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)



UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS (Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA CENPROFARMA





PROTOCOLO DE ANÁLISIS N.º00253-CPF-2016

ORDEN DE ANÁLISIS SOLICITADO POR

DIRECCIÓN MUESTRA

NÚMERO DE LOTE CANTIDAD FECHA DE RECEPCIÓN FECHA DE FABRICACIÓN FECHA DE VENCIMIENTO : 004260/2016

: EDUARDO LARA FLORES

: AV. CARRETERA CENTRAL MZ. B LOTE 22 – ATE VITARTE : HUANARPO MACHO (JATROPHA MACRANTHA MUELL

ARG)

: 01 hotsa

: 16 de Setiembre del 2016

1

PRUEBA	MÉTODO	RESULTADO
% DE ALCALOIDES TOTALES	Volumetría	1,2%
IDENTIFICACIÓN DE ALCALOIDES: REACCIÓN DE DRAGENDORFF		++
REACCIÓN DE MAYER		

Line 27 de Sctiembre del 2016

Q.F. Nelson Bautista Cruz

Director del Centro de Control Analítico





10.4 Conclusión de Análisis de alacloides del de alcaloides del Huanarpo macho (Jatropha macrantha Muell.Arg)



UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS (Universidad del Peró, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA CENPROFARMA

CENTRO DE CONTROL ANALÍTICO - CCA



PROTOCOLO DE ANÁLISIS N.º00267-CPF-2016

ORDEN DE ANÁLISIS SOLICITADO POR

DIRECCIÓN MUESTRA

NÚMERO DE LOTE CANTIDAD FECHA DE RECEPCIÓN

FECHA DE FABRICACIÓN FECHA DE VENCIMIENTO : 004260/2016 : EDUARDO LARA FLORES

: AV. CARRETERA CENTRAL MZ. B LOTE 22 - ATE VITARTE

HUANARPO MACHO (JATROPHA MACRANTHA MUELL

ARG)

: 01 bolsa

: 16 de Setiembre del 2016

Conclusión: Se obtuvo una concentración de 1,2% de alcaloides totales expresados en alcaloides tropánicos (Jatrofano, PM= 312.40276 g/mol), el cual se encuentra en el Ituanarpo macho (Jatropha Macrantha Muell Arg.) según la reacción de Vitali morin.

Lima, 27 de Setiembre del 2016

me Con

Q.F. Nelson Bautista Cruz

Director del Centro de Control Analítico

OIRECCO DISTRICT





10.5 Análisis Granulométrico de harina de Huanarpo macho (Jatropha macrantha)



UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS (Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA CENPROFARMA

CENTRO DE CONTROL ANALÍTICO - CCA



PROTOCOLO DE ANÁLISIS N.º00267-CPF-2016

ORDEN DE ANÁLISIS SOLICITADO POR

DIRECCIÓN MUESTRA

NÚMERO DE LOTE CANTIDAD FECHA DE RECEPCIÓN

FECHA DE FABRICACIÓN FECHA DE VENCIMIENTO : 004276'2016

: EDUARDO LARA FLORES

: AV. CARRETERA CENTRAL MZ. B LOTE 22 - ATE VITARTE

: HARINA DE HUANARPO MACHO (JATROPHA

MACRANTHA MUELL ARG)

: 01 bolsa x 200 g

: 21 de Octubre del 2016

ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

	ABERTURA (µm)	
ENSAYO	MÉTODO	RESULTADO
TAMIZ Nº 20	1100µm	99,81%
TAMIZ Nº 30	600µm	99.61%
TAMIZ Nº 40	350µm	95,62%
TAMIZ Nº 60	260µm	87,05%
TAMIZ Nº 70	250µm	79.56%
TAMIZ Nº 100	150µm	71.38%

Conclusion:

La harina de Huanarpo macho (Jauropha macrantha muelt arg) presenta un tamaño de partícula menor de 350 µm (Tamiz USP N° 40) ya que más del 95% de la muestra total pasó estas malla

Lima. 25 de Octubre del 2016

Q.F. Nelson Bautista Cruz Director del Centro de Control Anglítico

"FARMACIA ES LA PROFESIÓN DEL MEDIC (MEATO, DEL ALIMENTO Y DEL TÓXICO"

Je Pans Nº 1002 Jardin Botanico Lima 1 - Peru

(511) 619-7000 anezo 4824 [2]. Ap. Postal 4559 - Limu 1





Extracción con diferentes tipos de Solventes 10.6



UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS (Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA CENPROFARMA

CENTRO DE CONTROL ANALÍTICO - CCA



PROTOCOLO DE ANÁLISIS N.º00266-CPF-2016

ORDEN DE ANALISIS SOLICITADO POR

DIRECCIÓN MUESTRA

NÚMERO DE LOTE CANTIDAD FECHA DE RECEPCIÓN FECHA DE FABRICACIÓN FECHA DE VENCIMIENTO

: EDUARDO LARA FLORES

: AV. CARRETERA CENTRAL MZ. BLOTE 22 - ATE WITARTE

: HARINA DE HUANARPO MACHO (JATROPHA

MACRANTHA MUELL ARG)

: 01 bolsa x 200 g : 21 de Octubre del 2016

PRUEBA	MÉTODOS	RESULTADO
% DE ALCALOIDES EN:		
ENTRACTO METANÓLICO	Volumetria	0.50%
EXTRACCIÓN CON N- HEXANO	Volumetría	1,32%
EXTRACCIÓN CON DICLOROMETANO	Volumetria	0,15%

Live. 25 de Octubre del 2016

Q.F. Nelson Bautista Cruz

Directo: del Centro de Control Analítico

PARMACIA ES LA PROFESIÓN DEL MILDICAMENTO, DEL ALIMENTO Y DEL TÓXICO? ne Nº 1802 Jardia Botánico Lima I - Perú

(\$11) 619-7000 anexo 4824 (2) Ap Postal 4359 : 1 mm 1 http://farmacis.unmsm.edu.pe





LIBRO 2 FOLIO No.82 ACTA N° 265 DE SUSTENTACION DE TESIS SIN CICLO DE TESIS PARA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

Ing. ANCIETA DEXTRE CARLOS ALEJANDRO : Presidente

Ing. RODRIGUEZ TARANCO OSCAR JUAN : Secretario

Ing. CALDERON CRUZ JULIO CESAR : Vocal

Ing. CARRASCO VENEGAS LUIS AMERICO : Asesor

Con el fin de dar inicio al acto de sustentación de tesis de los Señores Bachilleres HEREDIA FERNANDEZ ILIANA SILVIA NOEMI, BURGA VELARDE JORGE LUIS Y LARA FLORES EDUARDO quienes habiendo cumplido con los requisitos para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico, sustentan la tesis titulada "EXTRACCIÓN DE ALCALOIDES DEL HUANARPO MACHO (Jatropha macrantha Muell.Arg) EN UN EQUIPO SOXHLET CON MEZCLA DE SOLVENTES CICLOHEXANO-ETANOL".

Con el quórum reglamentario de ley, se dio inicio a la exposición de conformidad con lo establecido por el Reglamento de Grados y Títulos vigente. Luego de la absolución de las preguntas formuladas por el Jurado y efectuadas las deliberaciones pertinentes, se acordó: Dar por Appleaco, con el calificativo de la los sustentantes Señores Bachilleres HEREDIA FERNANDEZ ILIANA SILVIA NOEMI, BURGA VELARDE JORGE LUIS y LARA FLORES EDUARDO.

Ing. ANCIETA DEXTRE CARLOS ALEJANDRO
Presidente

lo A Amuel

Ing. CALDERON CRUZ JULIO CESAR

Ing. CARRASCO VENEGAS LUIS AMERICO
Asesor

Ing. RODRIGUEZ TARANCO OSCAR JUAN

Secretario

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA

Recomendaciones de los Señores Miembros del Jurado de Sustentación a las Sustentantes, para que realicen las correcciones de la tesis antes de su aprobación.

TESISTAS : Bachilleres HEREDIA FERNANDEZ ILIANA SILVIA

NOEMI, BURGA VELARDE JORGE LUIS y LARA FLORES

EDUARDO.

TITULO DE LA TESIS : "EXTRACCIÓN DE ALCALOIDES DEL HUANARPO MACHO

(Jatropha macrantha Muell.Arg)" EN UN EQUIPO SOXHLET CON MEZCLA DE SOLVENTES CICLOHEXANO-ETANOL.

I.	PRESIDENTE
II.	SECRETARIO
	,
II.	VOCAL
(Band of Maco
	Ing. ANCIETA DEXTRE CARLOS ALEJANDRO Ing. RODRIGUEZ TARANCO OSCAR JUAN Presidente Secretario
	You Colored
	Ing. CALDERON CRUZ JULIO CESAR Vocal