

Obtención y purificación de colorantes naturales

Debido a que se presentaron problemas de extracción, purificación y tiempo muy largos de procesamiento que se presentaron durante el desarrollo del proyecto, se optó por el uso de los colorantes naturales adquiridos sin aplicarles proceso alguno, a excepción del amarillo procedente del camotillo del azafrán el cual fue extraído de la fuente natural, posteriormente purificado e identificado porque se desconocía muchas de sus propiedades físicas y químicas.

6.1 Extracción

Se le denominó extracción al procedimiento de obtención del colorante a partir de las materias primas. En dicha operación se empleó un equipo tipo Soxhlet que solo fue utilizado para la obtención del colorante amarillo ya que para los otros colorantes se les consiguió en forma sólida “libre” de impurezas y listo para usarse. El empleo de este método garantiza que durante la extracción no existe la posibilidad de degradar las moléculas de colorante por efecto de temperatura debido a que se emplean bajas temperaturas durante la operación, además de permitir el uso de distintos disolventes según convenga. Existe además otro tipo de extracción, la supercrítica que consiste en operar la extracción en las vecindades del punto crítico del disolvente a utilizar, y con pequeñas variaciones de presión o temperatura se pasa de una fase líquida a gaseosa instantáneamente, el inconveniente es el uso de temperaturas y presiones muy altas para disolventes como agua o etanol, desafortunadamente no se cuenta con el equipo.

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 las sustancias de colorante de la materia prima contenida en un cartucho de celulosa desechable. La capacidad aproximada de este equipo es de 500ml de volumen primario con una recirculación de 100ml cada 5 minutos aproximadamente en estado

estable. La velocidad del reflujo depende directamente de la eficiencia y el tamaño del condensador. El equipo se muestra a continuación.

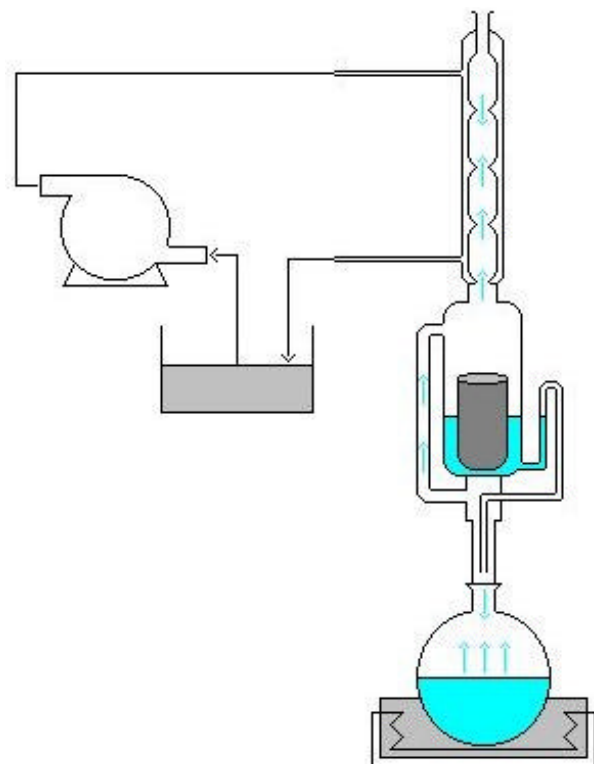


Figura 6.1 Equipo Soxhlet

Es importante señalar que al tratarse de un producto natural es necesario no emplear disolvente no-polares tales como hexano o benceno ya que afectarían al producto.

Después de la extracción se procede a realizar la etapa de purificación, que consiste en lavar el extracto obtenido con una solución de acetona, agua y éter de petróleo en partes iguales para remover los componentes grasos en el extracto y dejar solo los componentes solubles en agua (polares). Esta extracción líquido-líquido se realiza 3 veces para asegurar la limpieza de la solución final.

Enseguida, se elimina el disolvente con ayuda de un rotavapor a vacío, el licor resultante se seca en una estufa a 100° C durante 24 horas para remover cualquier traza de disolvente.

6.2 Purificación

Tras este último procedimiento viene la etapa de identificación del cromóforo, que consiste primero en tomar una pequeña cantidad (10mg) y determinar su solubilidad en distintos disolventes como hexano, acetato de etilo, cloruro de metileno o bien con mezclas de los mismos y determinar cual es el que mejor disuelve la mezcla.

Se empaca una columna de cromatografía con gel de sílice empleando la mezcla o el disolvente adecuado. Se coloca la muestra previamente diluida en la parte superior de la columna y se dosifica pequeñas cantidades del disolvente de tal forma que el empaque de sílice sirve como filtro y separe los componentes presentes en la muestra y se almacenan por número de cortes.

El siguiente paso es verificar la naturaleza de cada corte a través del uso de placas de sílice en donde se corre la muestra en una celda con disolvente y se comparan los cortes, un mismo desplazamiento significa que los cortes son iguales, pero si difieren en el desplazamiento, entonces se trata de diferentes compuestos.

La forma de ver dichos desplazamientos se realiza en una cámara provista de una lámpara de UV visible de alta y baja longitud de onda, ahí se coloca la muestra y se observan las distancias recorridas en las placas; de no detectarse las muestras a simple vista o con el uso de la cámara de UV, puede emplearse yodo o bromo para entintar dichos componentes para su correcta determinación.

6.3 Análisis elemental

Una vez identificados los cortes perfectamente, se procede a la remoción del disolvente en las muestras con ayuda de un rotavapor con el fin de recuperar el disolvente empleando. La etapa de análisis elemental consiste en determinar primeramente algunas propiedades físicas del compuesto, como el punto de ebullición y de fusión que serán de utilidad para

determinar las condiciones de operación de los cromatógrafos a emplear. Se realiza también el análisis de resonancia magnética nuclear RMN con el propósito de determinar el número de carbonos e hidrógenos (protones) presentes en el compuesto, y se respalda con un infrarrojo para la determinación de grupos funcionales del mismo.