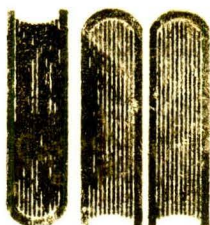


Vobis  
~~M. Montante~~

**UNIVERSIDAD DE MONTERREY**  
**DIVISION DE CIENCIAS NATURALES**  
**Y EXACTAS**



**UNIVERSIDAD**  
**DE MONTERREY**

*clasif.*  
040.5466  
54795  
1983  
C-1

*Título*

SINTESIS Y CARACTERIZACION DE LA I-CARVONA  
A PARTIR DE LA CASCARA DE NARANJA

**REPORTE DEL PROGRAMA DE**  
**EVALUACION FINAL**

*Autor* **QUE PRESENTA**  
**PATRICIA SEPULVEDA RENDON**

*Folio*  
900127

**EN OPCION AL TITULO DE**  
**LICENCIADO EN QUIMICA CON**  
**ESPECIALIDAD EN QUIMICA INDUSTRIAL**

**BIBLIOTECA**  
**UNIVERSIDAD DE MONTERREY**

MONTERREY, N. L.,

NOVIEMBRE DE 1983

A mis Padres : Sr. Raúl Sepúlveda Garza  
Sra. Arabella R. de Sepúlveda

Como un humilde presente

A mis hermanos : Raúl  
Arabella  
Rubén  
Josefina  
Virginia

Por el apoyo que siempre me brindaron

A René, con todo mi cariño

Al Ing. Aureliano García y a la L.Q.I. Miriam  
Montante, mi eterno agradecimiento

A mis compañeros y amigos

# INDICE

INTRODUCCION . . . . .	1
MATERIALES Y METODOS . . . . .	12
- Diagrama de las Reacciones . . . . .	14
METODOS DE PREPARACION:	
- Obtención del d-Limoneno . . . . .	15
- Preparación del Nitrosocloruro de Limoneno . . . . .	17
- Preparación de la Carvoxima . . . . .	20
- Preparación de la l-Carvona . . . . .	21
METODOS DE PURIFICACION Y CARACTERIZACION . . . . .	
	23
RESULTADOS:	
- Rendimientos . . . . .	27
- Tabla de Propiedades y Resultados . . . . .	30
- Espectro I.R. del d-Limoneno . . . . .	31
- Discusiones y conclusiones . . . . .	32
RESUMEN . . . . .	35
BIBLIOGRAFIA . . . . .	36

## INDICE DE ABREVIATURAS Y CLAVES

c:	en caliente
gr:	gramos
ml:	mililitros
lt:	litros
hr:	horas
min:	minutos
T:	teórico
E:	estequiométrico
B:	bibliográfico
EXP:	experimental
U.V.:	ultra-violeta
I.R:	infra-rojo
al:	alcohol etílico
eth:	éter etílico
ac:	acetona
ag:	agua
b.a:	baño de agua
HCl:	ácido clorhídrico
<sup>o</sup> C:	grados centígrados
S:	solubilidad
2,4-D N F H:	2,4-dinitrofenilhidracina

## I N T R O D U C C I O N

Las plantas verdes, son indispensables para toda vida ani  
mal, pues ellas convierten la energía solar en compuestos  
orgánicos, los cuales a su vez son utilizados para produ-  
cir los alimentos más esenciales.

Entre los productos naturales, aislados de las plantas, se  
ha puesto desde largo tiempo atrás, especial énfasis so -

bre los aceites volátiles o etéreos.

Según datos recavados, desde las épocas remotas de la Cul  
tura Egipcia [ 4,000 años A.C. ], las esencias y especies  
[ comino, mejorana, menta, rosa, casia, canela y anís ],  
ya jugaban un papel preponderante dentro de su civiliza -  
ción, estando íntimamente ligadas a sus ceremonias reli -  
giasas y su desarrollo económico.

En el siglo XVI, Paracelso, alquimista y médico suizo, a  
firmó [ por su olor y sabor ], que en los aceites voláti -  
les o etéreos, se concentraba "La Quinta Esencia de las  
plantas", siendo precisamente él, quién tuvo a bien nom -  
brarlos "aceites esenciales".

Se usa el término de esencia en el lenguaje corriente, pa  
ra designar extractos vegetales líquidos y olorosos, pero  
la expresión "aceite esencial", prevalece actualmente pa -  
ra destacar a los productos generalmente olorosos obteni -



dos ya sea sometiendo al vapor de agua, vegetales o partes de vegetales, o bien al exprimir el pericarpo fresco de los frutos cítricos.

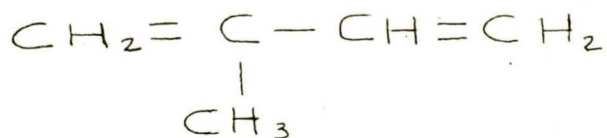
Los aceites esenciales poseen el característico olor de la planta de la cual provienen, pero debido a que normalmente son concentrados, su poder olfativo y gustativo es aproximadamente 100 veces mayor. Generalmente estables, y con un contenido bajo de antioxidantes naturales, se les encuentra levemente coloreados y con una gravedad específica cercana a 1.

Sus componentes químicos pueden ser divididos en dos grupos, terpenoides y no terpenoides.

Dentro de los constituyentes no terpenoides, se encuentran: hidrocarburos, alcoholes, aldehídos, ésteres, cetonas, fenoles, y muy ocasionalmente compuestos que contie-

nen nitrógeno y azufre.

Los terpenoides son compuestos que se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza, principalmente en el reino vegetal, y son considerados como derivados del isopreno :



Los hidrocarburos terpénicos, son clasificados de la siguiente manera :

Monoterpenos

Sesquiterpenos

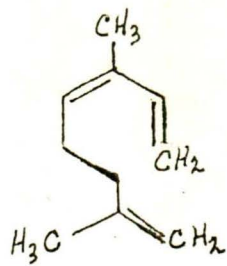
Diterpenos

Politerpenos

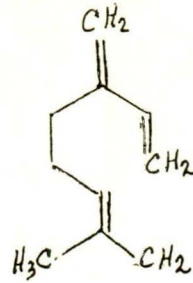
A continuación se muestran los terpenoides comunmente encontrados en los aceites esenciales :

I. Monoterpenos acíclicos :

(a) Hidrocarburos : ocimeno, mirceno.

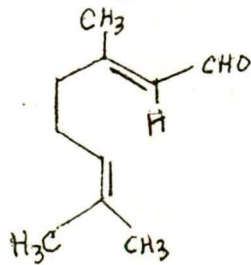


OCIMENO

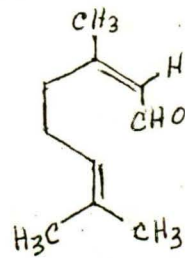


MIRCENO

(b) Aldehídos : geranial, neral.

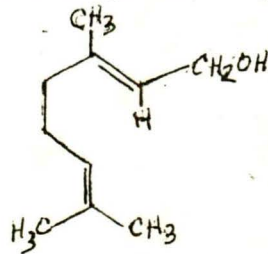


GERANIAL

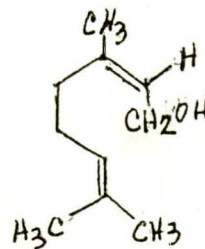


NERAL

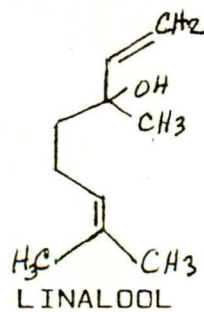
(c) Alcoholes : geraniol, nerol, linalool.



GERANIOL



NEROL

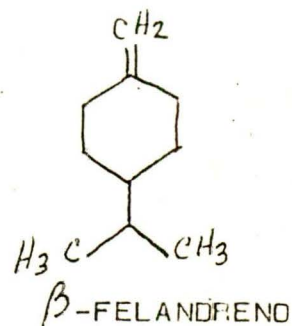
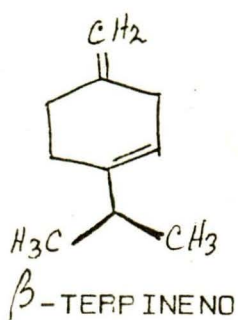
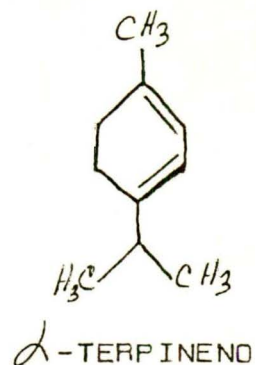
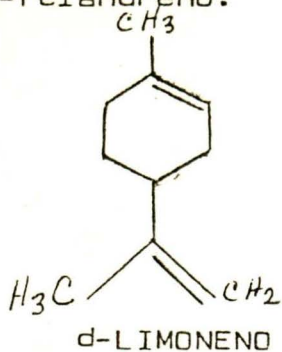


LINALOOL

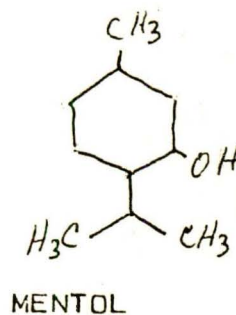
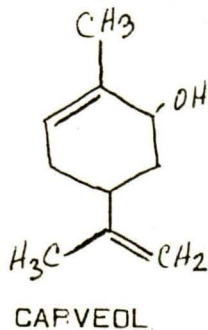
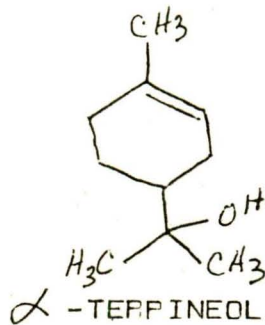
II. Monoterpenos monocíclicos :

[a] Hidrocarburos : d-limoneno,  $\alpha$ -terpineno,  $\beta$ -terpine

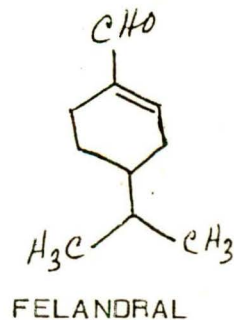
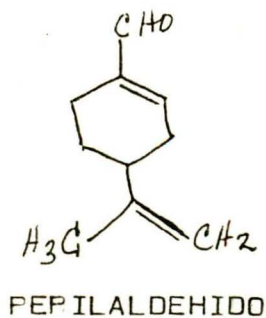
no,  $\beta$ -felandreno.



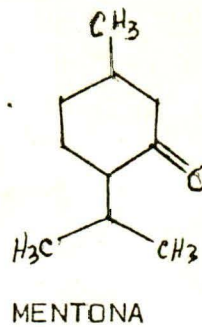
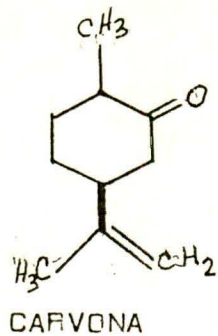
[b] Alcoholes :  $\alpha$ -terpineol, carveol, mentol.



[c] Aldehidos : perilaldehido, felandral.



(d) Cetonas : carvona, mentona.



El aceite esencial puede localizarse en un determinado órgano del vegetal : flores, hojas, frutos, y hasta raíces; o bien puede estar distribuído en toda la planta, y su -- composición puede verse afectada por ciertos factores, tales como la época de recolección, el lugar geográfico, el clima, o por pequeños cambios genéticos.

Los métodos más utilizados para su obtención, son:

- (i) Destilación con vapor
- (ii) Extracción
- (iii) Expresión

(i) La mayoría de las esencias son aisladas usando esta

técnica. El aceite contenido en el vegetal, es arrastrado con vapor de agua, seguido ésto de una extracción con el solvente adecuado, para en esta forma separarlo del agua.

[ii] Utilizada cuando el aceite puede ser afectado al someterse a destilación. Consiste en separar la esencia del material vegetal, mediante el uso de un solvente de bajo punto de ebullición, para así eliminarlo fácilmente.

[iii] Es empleada principalmente para obtener el aceite esencial contenido en los cítricos; al exprimir la corteza del fruto, formada por numerosas celdillas ovales, distribuidas irregularmente en su superficie, emana de ellas un líquido turbio, compuesto por la esencia y agua de las células y ditritos celulares. El aceite así obtenido, se separa y clarifica por decantación, centrifugación, u otro procedimiento.

A los aceites esenciales se les usa principalmente como saborizantes y agentes aromatizantes; algunos por sus propiedades terapéuticas, son de gran utilidad en la industria farmacéutica, y otros son empleados como intermediarios en la preparación de productos sintéticos.

Entre los que mayor popularidad han ganado en las últimas décadas, se encuentra el de yerbabuena, cuyo constituyente principal es la l-Carvona. Este es producido por la planta *Mhenta Spicata Huds var. tenuis*, encontrando su principal aplicación en el sabor de dulces, gomas de mascar, pastas y enjuagues bucales.

Respecto al papel biológico desempeñado por las esencias en los vegetales, se ha especulado mucho. Según algunos, intervienen como hormonas en la polenización, y sirven de atrayentes de insectos poleníferos; regulan la transpiración; otros las consideran productos de desecho metabóli-

co.

Los aceites esenciales son de un valor incalculable, tanto por su aportación a la industria, como por su trascendencia económica. Entre los que revisten mayor importancia se encuentran el aceite de naranja, siendo el de mayor aceptación, y los aceites de yerbabuena, cedro, nuez moscada y menta, correspondiéndole a éste último la más alta cotización.

En los últimos años, con el continuo crecimiento de la industria juguera, ( principalmente la del jugo de naranja ), se ha presentado la enorme oportunidad de incrementar la producción de su aceite esencial, aprovechando de este modo sus cáscaras al máximo, pues una vez extraído el aceite de ellas, son sometidas a deshidratación, para posteriormente ser empleadas como alimento para piensos.



El objetivo de este trabajo es el de extraer el d-Limone-  
no de la cáscara de la naranja dulce, ( Citrus Aurantium  
var. dulcis ) para utilizar dicha esencia como intermediari  
o en la producción de compuestos sintéticos.

No obstante que algunos los han considerado como produc -  
tos de desecho metabólico, los aceites esenciales, junto  
con otro gran número de productos procedentes de plantas,  
han sido uno de los grandes factores para el progreso de  
la humanidad, promoviendo relaciones internacionales, y -  
cambiando el curso histórico y geográfico.

## M A T E R I A L E S   Y   M E T O D O S

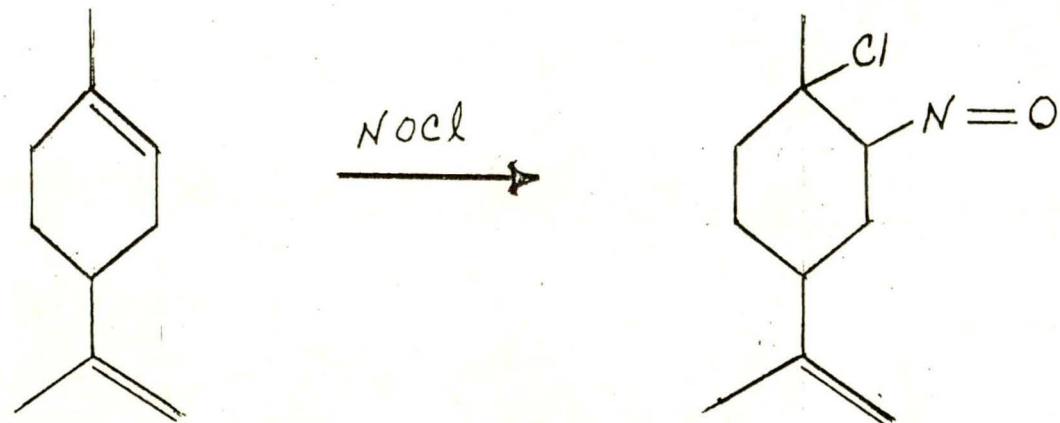
Como finalidad de este trabajo, se eligió obtener al d-Limoneno para su conversión en la l-Carvona, utilizando como materia prima la cáscara de naranja.

La síntesis consta de 4 pasos. Como paso inicial se aísla el aceite esencial [ d-Limoneno ]; mediante la generación del gas Etil nitrito, por una reacción de adición -

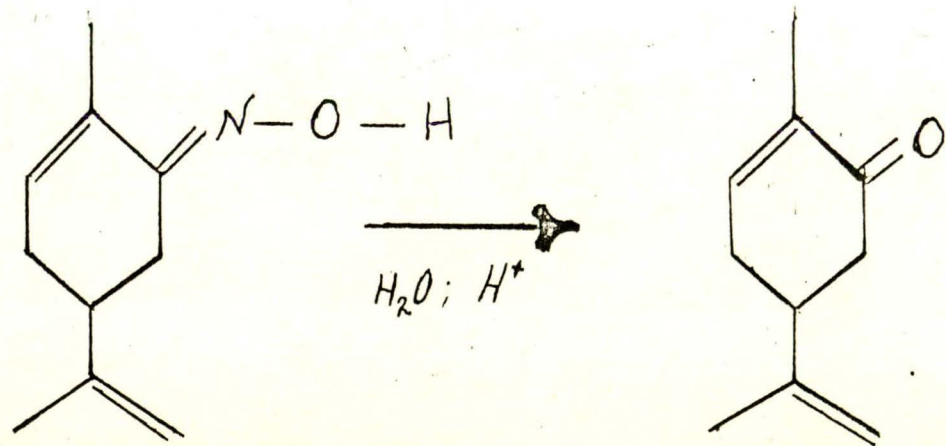
regioespecífica al doble enlace, se forma el Nitrosocloruro de limoneno, en el cual se verifica una reacción de eliminación al someterse a reflujo en presencia de Piridina y acetona, convirtiéndose en la Carvoxima. Mediante una hidrólisis, producida al reflujaarse en presencia de ácido oxálico, la l-Carvona es obtenida y por consiguiente la síntesis es finalizada.

La realización de este trabajo, se llevó a cabo durante los meses de agosto a noviembre de 1983, en el Laboratorio de Síntesis Orgánica, de la División de Ciencias Naturales y Exactas de la Universidad de Monterrey.

DIAGRAMA DE LAS REACCIONES



$-\text{HCl}$



## METODOS DE PREPARACION

### 1) Obtención del d-Limoneno.

1a) A 375 gr de cáscara de naranja cortada en pedazos pequeños, se le arrastra con vapor de agua hasta que el destilado de color turbio-blanquecino, no presente gotitas oleosas ( aprox 1.5 lt de mezcla agua-aceite esencial con fuerte aroma a naranja ). La esencia es extraída con

dicloro metano, observándose una marcada dificultad para recuperar el aceite del agua, razón por la cual después de varios tratamientos con el solvente, se ensayó con éter etílico, etanol y cloroformo, no lográndose buenos resultados.

Cada uno de los solventes anteriores, fué eliminado con destilación a presión reducida, y el aceite finalmente obtenido se secó sobre sulfato de sodio anhidro.

Debido a la baja eficiencia, presentada por el solvente recomendado en la literatura, se optó por seguir otro método.

1b) En un matraz Erlen Meyer de 500 ml, son colocados 250 gr de cáscara de naranja [ previamente triturada ]. Un volumen de 300 ml de cada uno de los solventes elegidos [ cloroformo, benceno y hexano ], es agregado al material vegetal, dejándose en reposo por espacio de 24 hr.

Después de este tiempo, el líquido naranja, es decantado y sometido a destilación con presión reducida, usando baño de aceite; obteniéndose de esta forma la esencia pura.

## 2) Preparación del Nitrosocloruro de limoneno.

El gas etil nitrito, es generado al hacer gotear una mezcla de 6.1 gr de etanol, 7.4 ml de ácido sulfúrico concentrado, y el agua suficiente para completar 80.0 ml, ( contenida en un embudo de separación graduado ), sobre una mezcla de 18.2 gr de Nitrito de Sodio, 6.1 gr de etanol, y el agua necesaria para completar un volumen de 80.0 ml, ( contenida en un matraz adaptado de un tubo para la salida del gas ).

Debido a lo fuertemente exotérmica que se desarrolla esta reacción, se recomienda hacer la adición de una manera muy lenta, e interrumpiéndolo en caso de una generación ex-

cesiva de gas.

El etil nitrito, de color pardo oscuro y olor sumamente p*ic*ante, es inducido a una mezcla formada por 13 gr de d-L*im*oneno y 16.2 ml de etanol, colocada en un matraz de 3 b*o*cas, adaptado con un termómetro en la boca central, y 2 - tubos, uno para la entrada del gas, el otro para su sali*da*, aparte de un agitador magnético. La temperatura de e*s*te matraz debe de ser mantenida a -5 grados Centigrados. Para lograrlo se utiliza un baño de hielo-sal-acetona.

Debido a la alta toxicidad del etil nitrito, al tubo de - salida se conecta un embudo de filtración rápida, el cual es sumergido en una solución de sosa al 20 %, con el fin de neutralizar al gas que se pudiera escapar.

Al cesar la producción de gas, lo cual puede ser observado al terminarse el burbujéo en el matraz generador, 22.1 ml



de HCl concentrado son agregados gota a gota a la mezcla color naranja, mientras se mantiene agitación vigorosa.

Una vez terminada la adición del HCl, se continúa agitando durante 30 min más, tiempo después del cual, la separación entre el sólido verde claro, y el líquido amarillo oscuro, es observada claramente.

Son corridas cromatografías en hexano, apareciendo 3 manchas, de las cuales ninguna correspondía a la del d-Limoneno. Habiendo sido comprobado el fin de la reacción, se prosigue a filtrar y lavar varias veces con etanol frío, hasta que el color verde desaparece, dejándose por último secar al medio ambiente.

Otra cromatografía es corrida al producto crudo, siendo observadas 2 manchas, razón por la cual se procedió a -recristalizarlo, usando como solvente éter, y recogién-dose de esta forma cristales blancos. Su cromatografía en

nexano mostró una sola mancha.

### 3) Preparación de la Carvoxima.

En un matraz bola de 250 ml, se mezclan 8.0 gr de Nitroso cloruro de limoneno, 3.4 ml de piridina y 66.6 ml de acetona. La mezcla blanquecina es sometida a reflujo durante 10 min. Después de este tiempo que es el recomendado en la literatura para dar por terminada la reacción, se observaba aún precipitado blanco en el fondo del matraz.

Cromatografías corridas en hexano, mostrarón 2 manchas, debido a lo cual se continuó el reflujo. Veinticinco minutos adicionales fueron requeridos para la disolución del precipitado, quedando la mezcla reaccionante reducida a un aceite color amarillo transparente. Esta solución es cristalizada con etanol, resultando sumamente problemática, habiéndolo tenido que concentrar y enfriar 4 veces.

Una vez que aparecen los primeros cristales. [ por mínimos que éstos sean ], mediante siembra y raspado en las paredes del recipiente, la cristalización del resto del producto es inmediata.

La recristalización del sólido blanco, usando de nuevo etanol como solvente, dá como resultado agujas con un penetrante olor a pescado.

#### 4) Preparación de la l-Carvona.

Una mezcla compuesta de 5.2 gr de Carvoxima, y 52 ml de ácido oxálico al 5 %, es calentada en b.a. y bajo reflujo, durante 30 min. Después de este tiempo, el sólido fué disuelto por completo, y la mezcla tomó un tono pardo tenue.

Una vez terminado el calentamiento y estando ya la mezcla a temperatura ambiente, aparecieron tanto en el fondo co-

mo en la superficie, largas agujas de color amarillo intenso. Esta mezcla es arrastrada con vapor, hasta que el destilado completamente transparente, indique que ya no hay esencia en el matraz. Se hacen extracciones con dicloro metano, eliminándolo por destilacion, usando b.a.

El producto finalmente obtenido, mezclado aún con agua, es secado con unos cristales de sulfato de sodio anhidro y extraído con eter etílico.

El característico aroma de la yerbabuena, fué notable en la l-Carvona obtenida.

## METODOS DE PURIFICACION Y CARACTERIZACION

Para la purificación de los compuestos obtenidos en la se  
rie de reacciones llevadas a cabo en esta síntesis, se u-  
tilizaron fundamentalmente lavados, extracciones y recri  
talizaciones.

1) d-Limoneno. Su purificación fué llevada a cabo, exclu-  
sivamente mediante extracciones con dicloro metano, clorou

formo, hexano y benceno. Las cromatografías corridas en hexano, y usando fluoresceína como revelador, mostraron a la luz U.V. una sola mancha de color café. Se le corrió su espectro al I.R., y su punto de ebullición e índice de refracción fueron determinados.

2) Nitrosocloruro de limoneno. Fué purificado, mediante una serie de lavados con etanol frío, seguidos de recristalizaciones con éter etílico. Su cromatografía en hexano, revelada con fluoresceína, mostró una sola mancha de color morado, al ser vista a la luz U.V.

3) Carvoxima. El líquido inicialmente obtenido, fué cristalizado en etanol después de una serie de concentraciones; la recristalización, usando también etanol, dió como resultado cristales blancos. Su punto de fusión fué determinado.

4) 1-Carvona. El producto final de ésta síntesis, fué purificado mediante varias extracciones con Dicloro metano, aplicando al agua, la prueba de la 2,4-D N F H, después de cada extracción, para decidir si una nueva extracción era necesaria. El aceite con trazas de agua, fué extraído con éter etílico. Cromatografías corridas en benceno, y usando 2,4-D N F H como revelador, mostraron a la luz Visible una sola mancha de color naranja.

Para la determinación de puntos de fusión se utilizó un aparato MELT-TEMP, 50/60 cycles, 110-120 volts.

El índice de refracción fué determinado en un Refractómetro ABBE. C A R L Z E I S S

Para la caracterización por medio de espectros al I.R., se utilizó un Aparato IR-33 B E C K M A N

Se corrieron cromatografías en capa fina con el fin de ve  
rificar la pureza de los compuestos. Fueron utilizadas pa  
ra este fin, placas para Cromatografía en Capa Fina Kies-  
gel G 60, y se observaron al U.V.

Los reveladores usados fueron, Fluoresceína y 2,4- D N F H.

Preparación de Fluoresceína. Cincuenta mg de Fluoresceí-  
na de sodio, son disueltos en 100 ml de metanol al 50 %.



## R E S U L T A D O S

Los resultados de los compuestos implicados en la síntesis de la l-Carvona son descritos a continuación.

### RENDIMIENTOS OBTENIDOS

PORCIENTO

GRAMOS

1) d-Limoneno

11.2

		PORCIENTO	GRAMOS
2) Nitrosocloruro de limoneno	E	100.00	18.09
	B	56.00	10.13
	EXP	44.20	8.00
3) Carvoxima	E	100.00	6.51
	D	90.00	5.80
	EXP	79.80	5.20
4) 1-Carvona	E	100.00	4.72
	B	44.00	2.08
	EXP	27.50	1.30

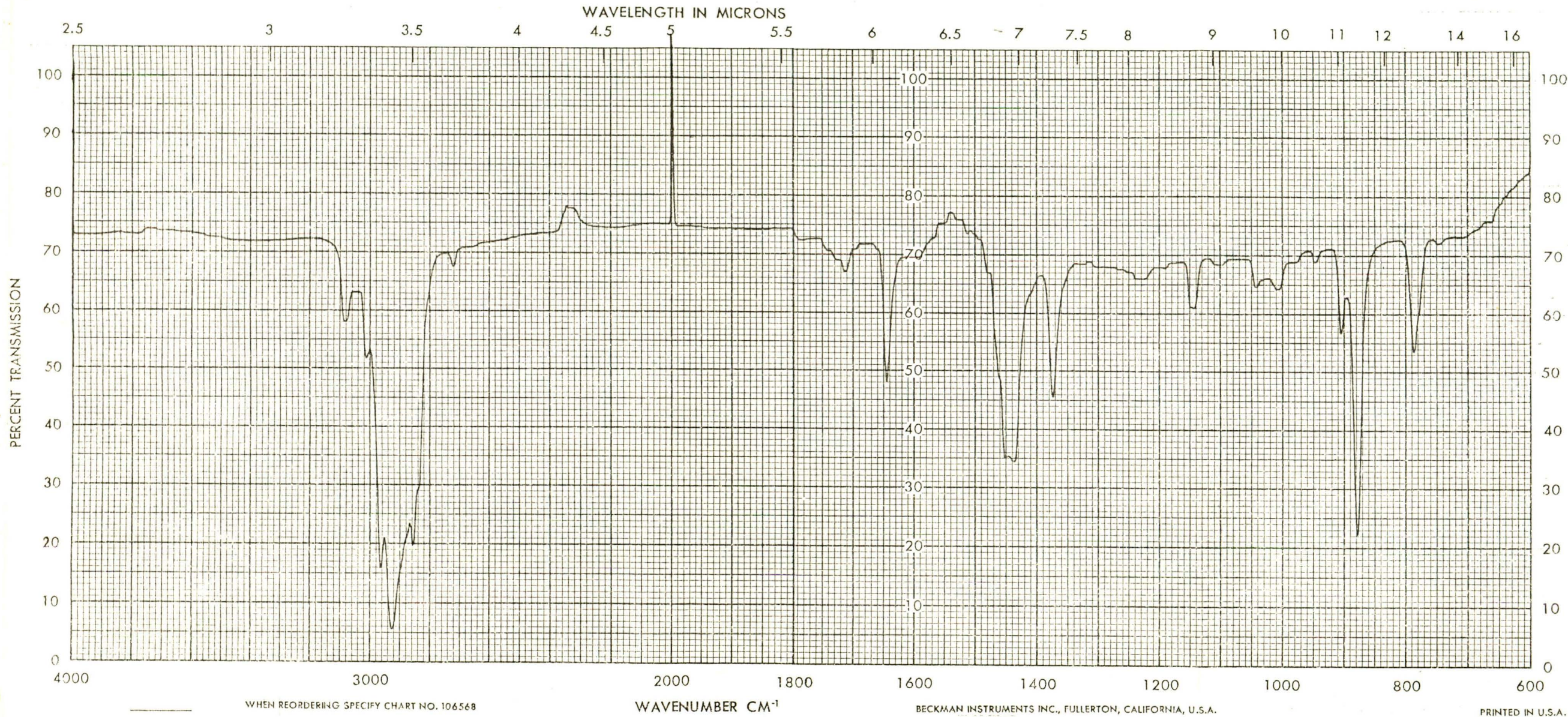
En la Tabla anexa, se presentan las propiedades de los compuestos caracterizados en este trabajo, entre ellas, --- puntos de fusión y ebullición, P.F., solubilidad, índice de refracción, forma y color del compuesto, así como también su fórmula y peso molecular.

El espectro I.R. perteneciente al d-Limonero, muestra los-

picos característicos a 3110, 2980, 1640, 1430, 1365 y  
880  $\text{cm}^{-1}$ .

TABLA DE PROPIEDADES Y RESULTADOS

NOMBRE	FORMULA	P.M.	FORMA Y COLOR	P <sub>o</sub> eb. (°C)	P <sub>o</sub> f. (°C)	n <sub>20</sub>	R.F.	S
d-Limoneno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136.24	ACEITE NARANJA	T:178 EXP:174	T:-74.35 EXP: -	T:1.4730 EXP:1.4728	0.6774 HX	al eth ac
Nitroso cloruro de limoneno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> NOCl	187.69	CRIST. BLANCOS	-	T:111-112 EXP:109-110	-	0.5172 HX	eth ac
Carvoxima	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> NO	165.24	AGUJAS BLANCAS	-	T:68-72 EXP:66-69	-	-	al eth ac
l-Carvona	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	150.22	ACEITE AMARILLO	T:231 EXP:220-228	-	T:1.4988 EXP:1.5018	0.6666 BZ	ag <sup>c</sup> al eth ac



## DISCUSIONES Y CONCLUSIONES

En el presente trabajo se logró sintetizar y caracterizar parcialmente la l-Carvona.

La primera vez que se obtuvo el d-Limoneno, siguiendo el procedimiento reportado [ 2 ], el rendimiento fué muy bajo. Esto se debió a que el solvente recomendado en la bibliografía, no resultó eficiente para extraer el aceite del a

gua. Se obtuvo puro, no obstante el bajo rendimiento, -  
pues así lo mostrarón el punto de ebullición, índice de  
refracción, cromatografía y espectro I.R.

El segundo método ensayado, proporcionó altos rendimientos  
y un aceite de alta pureza, además de haber resultado más  
fácil y rápida su realización.

En la obtención del Nitrosocloruro de limoneno, el rendi-  
miento fué mucho muy bajo, debido a que la generación de  
el gas Etil nitrito, se llevó a cabo en forma deficiente.  
Por esta razón fué necesario utilizar d-Limoneno comer-  
cial para repetir este paso, obteniéndose esta vez una -  
cantidad aceptable de producto puro.

La Carvoxima, aunque presentó numerosos problemas en su  
cristalización y recristalización, fué obtenida finalme-  
te con buen rendimiento.

Como no se pudo encontrar el eluente adecuado, no fué po-  
sible verificar su pureza mediante cromatografía, y uni-  
camente en base a sus propiedades físicas, que coincidie-  
ron con las reportadas en la literatura, se concluyó que  
estaba pura.

En la preparación del producto final de esta síntesis, -  
la l-Carvona, el rendimiento fué bueno y dió positiva la  
prueba de caracterización; aunque la cromatografía mos-  
tró una sola mancha, el índice de refracción y el punto-  
de ebullición indicaron que se obtuvo impuro, y debido a  
falta del tiempo no fue posible su purificación.



## F. E S U M E N

Se aisló el d-Limoneno de la cáscara de naranja, y se -  
convirtió en la l-Carvona, constituyente del aceite de-  
yerbabuena, obteniéndose buenos rendimientos.

## B I B L I O G R A F I A

- 1.- Kirk, Othmer, " Encyclopedia of Chemical Technology "  
Vol. 16, 3era. Edición, E.U.A., John Wiley and Sons,  
1981, pp. 307-332
- 2.- Rothenberger O.S., Krasnoff S.B, Rollins F.B.  
" Conversion of d-Limonene to l-Carvone ", J.Chemi  
cal Education, Vol. 57, No. 10, pp. 741 [1980].

3.- Chemical technology

Vol. 5, New York, Barnes and Noble Books, 1972,

pp. 1-26

4.- Handbook of food Additives

2nd. Edition, E.U.A., CFC Press, 1975, pp. 457-512

5.- Johnson, Arnold h. y Peterson M.S., " Encyclopedia of

Food Science ", Vol. 3, E.U.A., the Avi Publishing

Co. Inc., 1978, pp. 239-243

6.- Johnson, Arnold y Peterson M.S., " Encyclopedia of

Food technology ", Vol. 2, E.U.A., the Avi Publi-

shing Co. Inc., 1979, pp. 373-374

7.- Handbook of Physics and Chemistry.

60ava. Edición, E.U.A., CFC Press, 1979-80 .

- 8.- Domínguez X.A., " Métodos de Investigación Fitoquímica ". México, Ed. Limusa, 1977.
- 9.- Domínguez X.A., " Cromatografía en Papel y en Capa Delgada ", EUA., Departamento de Asuntos Científicos O.E.A., 1975.
- 10.- Shriner P.L., Fuson F.C. y Curtin D.Y., " Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos ", 1era. Edición, México, Ed. Limusa, 1982
- 11.- Cheronis M.D. y Entrikin J.B., " Semimicro Qualitative Organic Analysis ", 3rd. Edition, E.U.A, Interscience-Wiley, 1963
- 12.- Perrin W.L.F., Armarego y Dawn P. Ferrin, " Purification of Laboratory Chemical ", 2da. Edición, Gran Bretaña, Pergamon Press, 1980

- 13.- Kefford, J.F. and B.V. Chandler, " The Chemical Cons  
tituents of Citrus Fruits ", Academic Press, Inc.,  
E.U.A., 1970
- 14.- Grasselli, " Atlas of Spectral Data and Physical Cons  
tants for Organic Compounds ", E.U.A., C R C Press,  
1973.
- 15.- Bianchini, Francesco y F. Corbetta, " Frutos de la  
Tierra [ Atlas de las plantas alimenticias ] ".  
Barcelona, Ed. AEDOS, 1974, pp. 182-186
- 16.- Longman and J.H. DE BUSSY, " Materials and Technolo-  
gy ", Vol. V, London, 1972, pp. 1-26
- 17.- HandBook of Chromatography  
E.U.A, CRC Press, 1974, Vol. I y II

18.- Morrison, Robert y F. Boyd, " Química Orgánica ".

Tercera Edición. E.U.A., Fondo Educativo Interamericano, S.A., 1976

19.- Brioux, Jorge A., " Mecanismos de las Reacciones Orgánicas ".

E.U.A, Departamento de Asuntos Científicos, U.P. Sría. General, D.E.A., 1968.

20.- Sabel, William, " Basic techniques of Preparative Organic Chemistry ".

Gran Bretaña, Pergamon Press, 1967

900127