METODO PARA DETERMINACION DE BENZALDEHIDO EN ALMENDRAS DULCES

J. SCHMIDT DE GIL y A. CATALINI DE FALCONI

SUMMARY

It has been stablished a method of determination of benzaldehide in sweet almonds.

It was compared with the potencionemtric method.

The purpose of this work was to find a more sensitive method that these usually used the literature.

INTRODUCCION

El presente trabajo, se hizo con el objeto de encontrar un método más esnsible, para la determinación de benzaldehido en almendras dulces: fruto, raíz y hoja; utilizando menor cantidad de muestra que la exigida por los métodos gravimétricos y potenciométricos.

Además mediante el empleo de cromatografía en capa fina, se eliminan posibles interferencias.

MATERIAL Y METODO

Para las determinaciones se usaron frutos, raíces y hojas de almendras dulces (Texas y Languedoc).

Hidrólisis

Se muelen en un mortero 10 gramos de material; se colocan en un erlenmeyer con tapa, agregandole 15 a 20 ml de agua destilada e incubar 2 hs. 30 min. a 37 - 40º C., para hidrolizar la amigdalina.

Extracción

Se separa el benzaldehido liberado mediante destilación por arrastre con vapor de agua; el destilado se recibe en un matraz de 100 ml. que contiene 5 ml. de reactivo de 2,4 dinitrofenilhidracina (100 mg. de 2,4 dinitrofenilhidracina se muelen en un mortero, añadiendo poco a poco 100 ml. de ácido clorhídrico 2 N, conservar en refrigerador).

Cuando se completa el matraz a 100 ml con el destilado, agitar bien, dejar en reposo 5 min. Pasar el contenido a una probeta graduada y con tapa, agregar 3 ml. de acetato de etilo y agitar bien hasta que la capa acuosa quede incolora, completar nuevamente el acetato de tilo a 3 ml.

Cromatografía

Sembrar en placas de silica gel G, para determinaciones cuantitativas, activadas 30 min. a 100º C.; se siembra con micropipeta 30 microlitros en forma de línea de 5 cm. de longitud aproximadamente.

Como solvente de desarrollo se usa éter de petróleo-acetato de etilo (85-15). Se deja correr aproximadamente hasta la mitad de la placa. Se retira, dejar secar unos minutos al aire.

Elución

Extraer la mancha superior con una pequeña espátula, volcando el material en un tubo de centrífuga.

Agregar al tubo 6 ml. de acetato de etilo, agitar y centrifugar.

Se lee al espectrofotómetro en 420 milimicras, llevando al aparato a 0 con acetato de etilo. Se lee dentro de los 30 min. después de eluido.

Cálculo

El valor obtenido se compara con una serie de testigos de benzaldehido, preparados a partir de una solución de benzaldehido 1/100 en alcohol al 60%. Se precipitan con el reactivo, se extraen con acetato de etilo y se continúa como la muestra.

Con los datos se construye una curva y por transpolación se obtiene la concentración de benzaldehido que contiene la muestra. Los resultados se pueden expresar en gramos por mil.

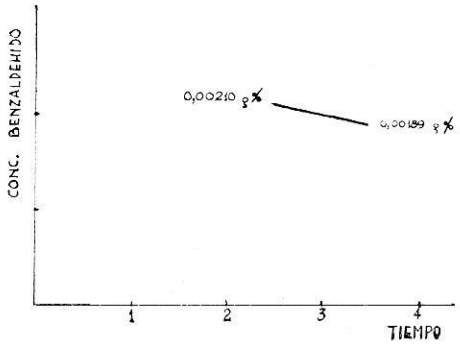
EXPERIMENTOS Y RESULTADOS

Se trabajó con muestras de almendras dulces (Texas y Languedoc); 10 g. se hidrolizaron durante 2 hs. 30 min., paralelamente se hicieron muestras hidrolizadas 3 hs. 30 min. comprobándose que varía el contenido de benzaldehido con el tiempo de hidrólisis, ya observado por AKAZAWA, MILJANICH y CONN[4]. Disminuyendo aproximadamente en un 10% el contenido de benzaldehido, según se puede apreciar en la curva.

También se realizaron ensayos de recuperación, con una eficiencia del 99,5%. Todos los ensayos se realizaron por duplicado o triplicado. Se probó la extracción del benzaldehido del hidrolizado

con solventes orgánicos como éter etílico, acetato de etilo, con resultados poco satisfactorios, por extracción deficiente recurriéndose entonces a la extracción por arrastre con vapor de agua [10].

Según el método potenciométrico se recogen 45 ml. del destilado; se comprobó que este volumen es insuficiente para completar la extracción, por lo que se trabajó destilando 95 ml.



Para el desarrollo cromatográfico se probó con otras mezclas de solventes como hexano-acetato de etilo (85-15), éter de petróleo-acetato de etilo (2-1) y ses obtuvo mejor resolución con éter de petróleo-acetato de etilo (85-15).

Las lecturas en el espectrofotómetro se hicieron a diferentes longitudes de onda, seleccionándose como más conveniente 420 milimicras.

DISCUSION

Los métodos gravimétricos propuestos por la literatura resultan difíciles de aplicar por la gran cantidad de muestra exigida para la determinación, con las que a veces no se cuenta y además por la laboriosidad del método. En cuanto al método potenciométrico fue comparado con el método que se describe en el presente trabajo y los valores son comparables, siendo algo más elevados con el potenciómetro (1%).

Para almendras amargas es muy práctico el método potenciométrico, pues la cantidad de muestra empleada no es grande, en cambio con almendras dulces se debe trabajar con 100 g. de muestra, lo que a veces imposibilita el trabajo.

Los métodos fotocolorimétricos con 2,4 dinitrofenilhidracina son más sensibles y por lo tanto se trabaja con menor cantidad de muestra.

Con la destilación por arrastre con vapor de agua aseguramos que la extracción es completa del benzaldehido obtenido por hidrólisis de la amigdalina. La posterior cromatografía en capa fina nos asegura la eliminación de posibles interferencias.

RESUMEN

Se ha elaborado un método de determinación de benzaldehido para almendras dulces.

Se ha comparado con el método potenciométrico.

El método es conveniente para aplicarlo en estos casos, dado que el contenido de benzaldehido es del orden de 10^{-3}, lo que exigiría por otros métodos trabajar con muestras superiores a los 10 g.

AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen a la Cátedra de Fruticultura, el material suministrado para el trabajo.

BIBLIOGRAFIA

1. D. Scharples and J. R. Stoker, 1969. Identificación y Biosíntesis de dos glucósidos cianogenéticos en Thalictrum Aquilegifolium. Paytochemistry 8 (3).
2. Friedemann and Hanger, 1943. Determinación de oocompuestos con 2,4 dinitrofenilhidracina. J. Biologycal Chemestry 147 (415).
3. G. Ruffini, 1965. Thin - Layer Chromatography of 2,4 dinitrophenylidrazones of aromatic aldehydes and ketones. J. of Chromaphy, 17, 483.
4. Akazawa, Miljanich y Conn, 1960. Estudio sobre glucósidos cianogenéticos en Sorghum Vulgare. Plant Physiology, 35, 535.
5. Hudson and Pollock, 1957. Determinación de cianuros. The Analyst 82, 374.
6. Butler and Conn, 1964. Biosynthesis of the cyanogenic glucosides Linamarin and Lotaustralin. J. Biologycal Chemestry, 269 (6) 1974.
7. J. H. Dhont and C. de Rooy, 1961. Chromatography of 2, 4 dinitrophenylhidrazone on chromatoplates. The Analyst 86, 74.
8. Gerda Urbach, 1963. Thin - Layer chromathography of aliphatic 2, 4 dinitrophenylhydrazones. J. Chromatography 12, 196.
9. Kirchner, Miller and Keller, 1951. Separation and identification of some Terpenes by a New Chromatographic. Analytical Chemestry, 23 (3) 422.
10. Mc. Carty, 1952. Bitterness (benzaldehyde content) of kernels of almond-peach F_1 hibrids and their parents. Proc. of Amer. Soc. for Hort. Sci., 59, 254.