

18 JUN. 1982

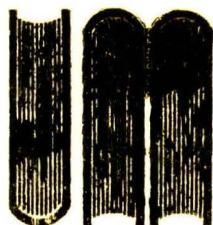
PCNE  
\$500.00

# UNIVERSIDAD DE MONTERREY

DIVISION DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS

*Clasificación*

040.54  
G898e  
1982  
c.1



UNIVERSIDAD  
DE MONTERREY

*Folio*  
801399

*Título*

ESTUDIO QUIMICO DE LA PARTE  
AREA DE LA *Schaefferia cuneifolia*

REPORTE DEL PROGRAMA DE  
EVALUACION FINAL  
QUE PRESENTA

*Autor*

MARICRUZ GUAJARDO MURILLO

EN OPCION AL TITULO DE  
LIC. EN QUIMICA CON ESPECIALIDAD EN  
QUIMICA INDUSTRIAL

MONTERREY, N. L.

MAYO DE 1982

A DIOS NUESTRO SEÑOR

Por su infinita bondad al darme  
la oportunidad de alcanzar ésta  
meta.

A MIS PADRES

Ing. Mario Guajardo Viera  
Sra. Cruz Ma. Murillo de Guajardo  
por su incansable ejemplo y sacri-  
ficios.

A MIS HERMANOS

Por el apoyo que siempre me  
han brindado.

A MIS COMPAÑEROS Y AMIGOS

Por su valiosa ayuda y amistad.  
A Francisco, con todo mi amor.

AGRADEZCO A MIS SINODALES

L.C.Q. Jesús A. Garza Gutiérrez

L.Q.I. Miriam Montante Leal

Q.F.B. Maricela Benavides Ramírez

Por el interés que me brindaron -  
para este trabajo.

Al Ing. Aureliano García Fernández  
A la Maestra Ma.de Lourdes Martínez M.  
y a todos mis maestros por sus enseñanz  
as y consejos.

INDICE.

INTRODUCCION .....	1
MATERIALES Y METODOS.....	13
RESULTADOS.....	21
DISCUSION Y CONCLUSIONES.....	35
RESUMEN .....	44
BIBLIOGRAFIA.....	46

INDICE DE TABLAS.

TABLA No.

I	Grupo de Desquiterpenalcoholes.....	7
II	Grupo de Sesquiterpenalcaloides .....	9
III	Cromatografía Flash del extracto Metanólico directo de la primer columna.....	23
IV	Cromatografía en capa delgada de la - primer columna.....	24
V	Cromatografía Flash del extracto metanólico de la segunda columna.....	27
VI	Cromatografía en capa delgada de la - segunda columna.....	28
VII	Cromatografía Flash del extracto metanólico de la tercer columna.....	33
VIII	Cromatografía en capa delgada de la tercer columna.....	34

INDICE DE FIGURAS

Figura No.

1	<u>Schaefferia cuneifolia</u> .....12
2	Espectro IR del Compuesto: SCAEEMD-1, SCAEEMD-2, SCAEPM-1.....39
3	Espectro IR del compuesto SCAEEMD-3 .....42
4	Espectro IR del compuesto SCAEEMD-4 .....43



## INDICE DE CLAVES Y ABREVIATURAS

S.c.	<u>Schaefferia cunneifolia</u>
AE	Aéreo
RA	Raíz
EH	Extracto hecánico
EM	Extracto metanólico
c.c.d.	Cromatografía en capa delgada
c.c.d.p.	Cromatografía en capa delgada pre_ parativa
V/V	Volúmen sobre volúmen
pf	Punto de fusión
I.R.	Infrarrojo
U.V.	Ultra violeta
nm	Nanómetros
cm	Centímetros
mm	Milímetros
lt	Litros
g ó gr	Gramos
ml	Mililitros
mg	Miligramos
Pulg	Pulgadas
min	Minutos
hr	Horas
H	Hexano
E	Etanol

## INTRODUCCION.

Desde la aparición del hombre sobre la faz de la tierra, éste ha estado íntimamente ligado a la vegetación que lo rodea, ya que las plantas desempeñan un papel importante en su existencia, tanto por los productos que de ellas obtiene, como por su contribución a la conservación de la vida. La utilidad de las plantas es muy variada, así tenemos las que proporcionan alimento, las que ofrecen substancias que se emplean en la medicina, aquéllas de las -- cuales se obtienen materias primas para la industria, las forrajeras para alimentar a los animales que sirven al -- hombre y por último las ornamentales que embellecen el ambiente en el que se convive. (1).

Por estas razones durante muchos años se han llevado a cabo investigaciones relativas a las plantas, estudiándolas en base a su forma y estructura general y de sus órganos, sus actividades y funciones, la naturaleza y mecánica de la herencia, las características de sus - células, las enfermedades que las afectan, sus relaciones con el medio en que viven y su naturaleza química.

Dichas investigaciones se han visto auxiliadas por desubrímientos realizados en el campo de otras ciencias y así tenemos por ejemplo que: La Fitoquímica es la - ciencia que estudia los diferentes compuestos que se - encuentran en las plantas y ésta se ayuda de la Quimiotaxonomía para clasificarlas de acuerdo a ciertos metabolitos presentes en ellas.

Para separar los componentes químicos de las plantas, - se utilizan entre otros, métodos cromatográficos, los - cuales se basan en procedimientos fisicoquímicos que -- permiten separar los componentes o sustancias integrantes de una mezcla por adsorción o separación diferen- - cial de estos componentes sobre una superficie estacionaria o inmóvil. (2).

Una variante en las técnicas cromatográficas es la - - Flash, la cual permite realizar separaciones en un tiempo menor con volúmenes reducidos de solvente.

Una vez separados los componentes químicos de la mezcla, estos se purifican mediante la cristalización, posteriormente se procede a la identificación de dichos compues--tos, por métodos espectroscópicos, físicos y químicos.

En el Norte de México se encuentran algunas especies de la familia Celastraceae, conocida como Agri-Dulce. (3). Los miembros de este grupo son en su mayoría árboles rectos, arbustos o enredaderas y están distribuidos en 53 - géneros y 500 especies. Algunas de estas han llamado la atención de los investigadores pues a través de su estudio se han logrado aislar alcaloides y triterpenquinonas con acción citotóxica, (4), (5), (6), (7).

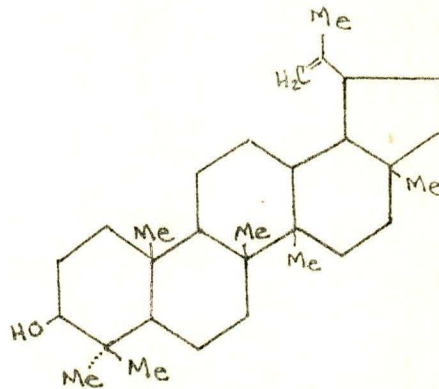
Algunos de los compuestos químicos que se han encontrado en los distintos géneros son los siguientes: (8), (9), - (10).

#### Terpenos y Terpenoides:

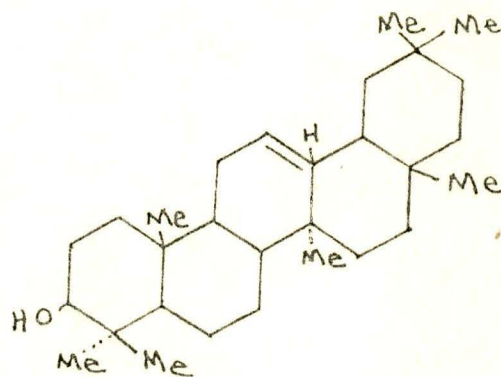
Terpenos pentacíclicos en los que podemos encontrar los

los siguientes grupos:

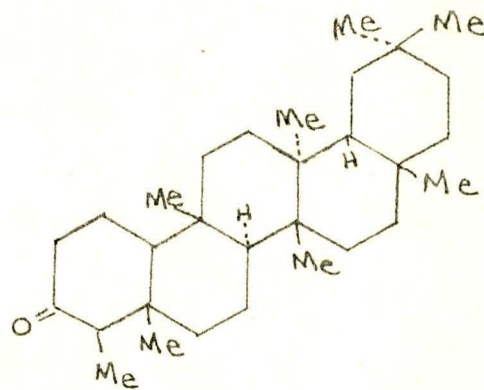
1.- Grupo lupano



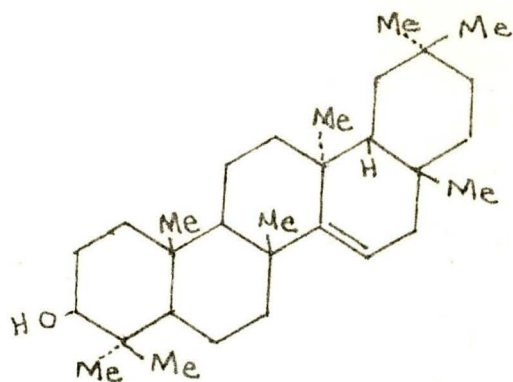
2.- Grupo oleanano



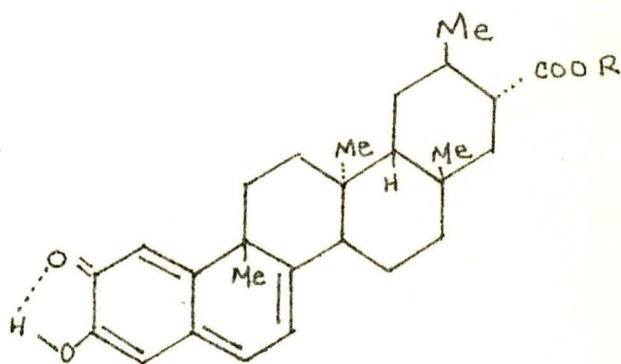
3.- Grupo friedelano



4.- Grupo taraxerano



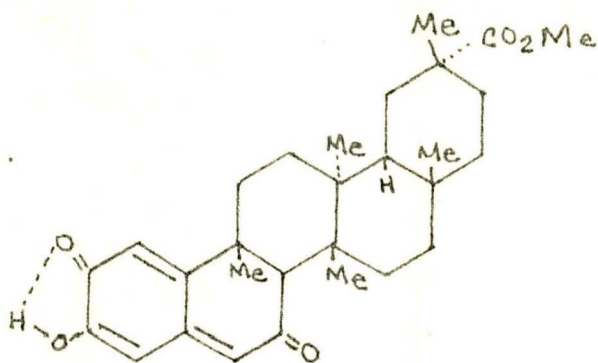
Celastroides



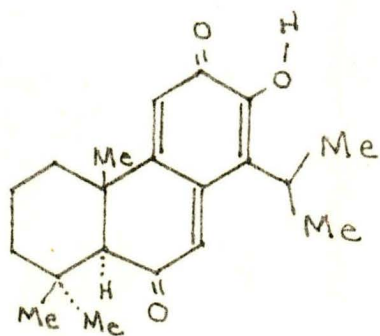
R = H Celastrol pf = 205°C

R = Me Pristimerina pf = 219-220°C

Dispermoquinona pf = 225-257°C



Maytenoquinona pf = 158-160°C



Sesquiterpenos

1.- Grupo sesquiterpenalcoholes. TABLA I

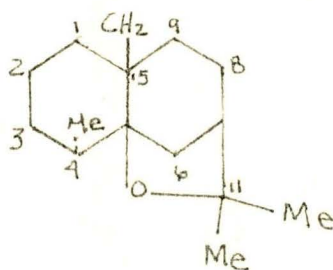


TABLA I  
GRUPO DE SESQUITERPENALCOHOLES

	C-1	C-2	C-3	C-4	C-6	C-8	C-9	C-15	C-15
Celorbicol pf = 222-223°C	-OH	2H	2H	H	-OH	H	-OH	H	H
Maytol pf = 229-237°C	-OH	--OH	-OH	-OH	-OH	2H	-OH	H	-OH
Euonyminol of = 250°C	--OH	--OH	-OH	-OH	-OH	--OH	---OH	-OH	-OH
Maytina Amorfo	---OAc	---OAc	2H	-OH	-OAc	2H	-ONic	-OAc	
Maytolina Amorfo	---OAc	---OAc	-OH	-OH	-OAc	2H	-ONic	-OAc	
Maytolidina pf = 128-132°C	---OAc	---OAc	-OAc	-OH	-OBz	2H	-ONic	-OAc	



Alcaloides

1.- Grupo de sesquiterpenalcaloides. TABLA II.

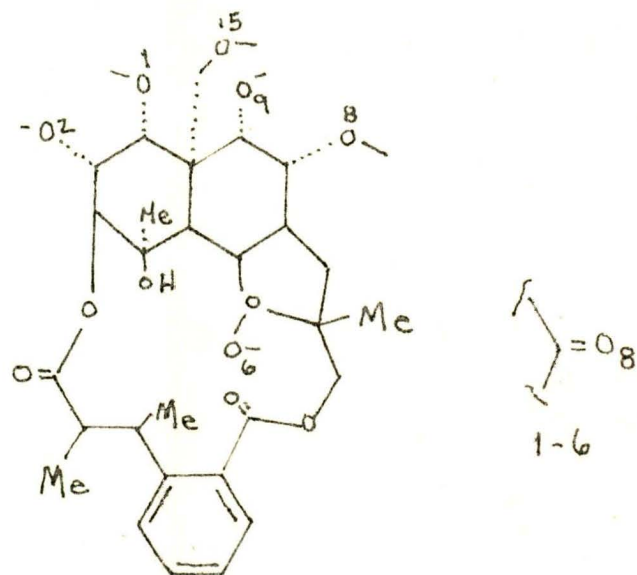


TABLA II

GRUPO DE SESQUITERPENALCALOIDES

0-1	0-1	0-6	0-9	0-8	0-15	
Ac	Ac	H	H		Ac	Euozin pf = 288-289°C
Ac	H	H	Ac		Ac	2,6 Bisdesacetileuonin pf= 141°C
Ac	H	Ac	Ac		Ac	2-Desacetileuonin pf = 135°C
Ac	Ac	H	Ac		Ac	Neo-Euonin pf = 264-265°C
Ac	Ac	Ac	Ac		Ac	Euonilin pf = 150-158°C
Ac	Ac	Ac	Ac		Ac	Euonin pf = 184-190°C
Ac	Ac	H	Ac	Ac	Ac	Neo-Euonymin pf = 259-262°C
Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Euonymin pf = 140-146°C

Una de las especies de esta familia es la Schaefferia - cuneifolia cuya clasificación botánica es la siguiente:

Reino: Vegetal

División: Pterophyta

Subdivisión: Angiosperma

Clase: Dicotiledónea

Familia: Celastraceae

Subfamilia: Celastrus

Género: Schaefferia

Especie: S. cuneifolia

Esta planta es un arbusto generalmente de medio metro - de alto, con ramas rígidas enmarañadas, con ramificaciones estriadas y espinosas; la corteza es de color gris luminoso, las hojas son sésiles, alternas y fascicula-- das de forma ovoide, con ápice redondeado de 5-25 mm de largo y 2-15 mm de ancho, lisas coriáceas, de color verclaro.

Las flores son estaminadas, pistiladas y olorosas, se presentan solitarias o agrupadas, tienen cuatro péta-- los sésiles con pediceles de 2 mm de largo; se obser-- van los estambres rectos y más cortos que los pétalos

el ovario es abortivo y su estilo corto sostiene dos estigmas oblongo-lineales, largos divergentes, generalmente agrietados y desiguales.

El cáliz es lobulado, recortado-ciliolado, ovulado-redondeado de 6-8 mm de largo con sépalos verdosos oblongos. Su fruto es una drupa globosa con glóbulos ligeramente comprimidos que tienen 2 semillas de 3-5 mm de largo, de color anaranjado a rojo translúcido y brillante.

Esta planta se encuentra fácilmente en los cerros rocosos, en las quebradas y cañones, en los planos del Río Grande y Valle Trans-Pecos, en el Norte de México y Baja California, excepto en regiones con clima frío. Se le conoce por nombres según el lugar en que se localiza: "Capul", "Desert Yaupon", y "Panalero". (3), (11), (12), (13).

Considerando el tipo de compuestos aislados en la Familia Celastraceas y en base a un estudio anterior de la planta Schaefferia cuneifolia, el objetivo de éste trabajo es el aislamiento e identificación de sus metabolitos secundarios localizados en la parte aérea.

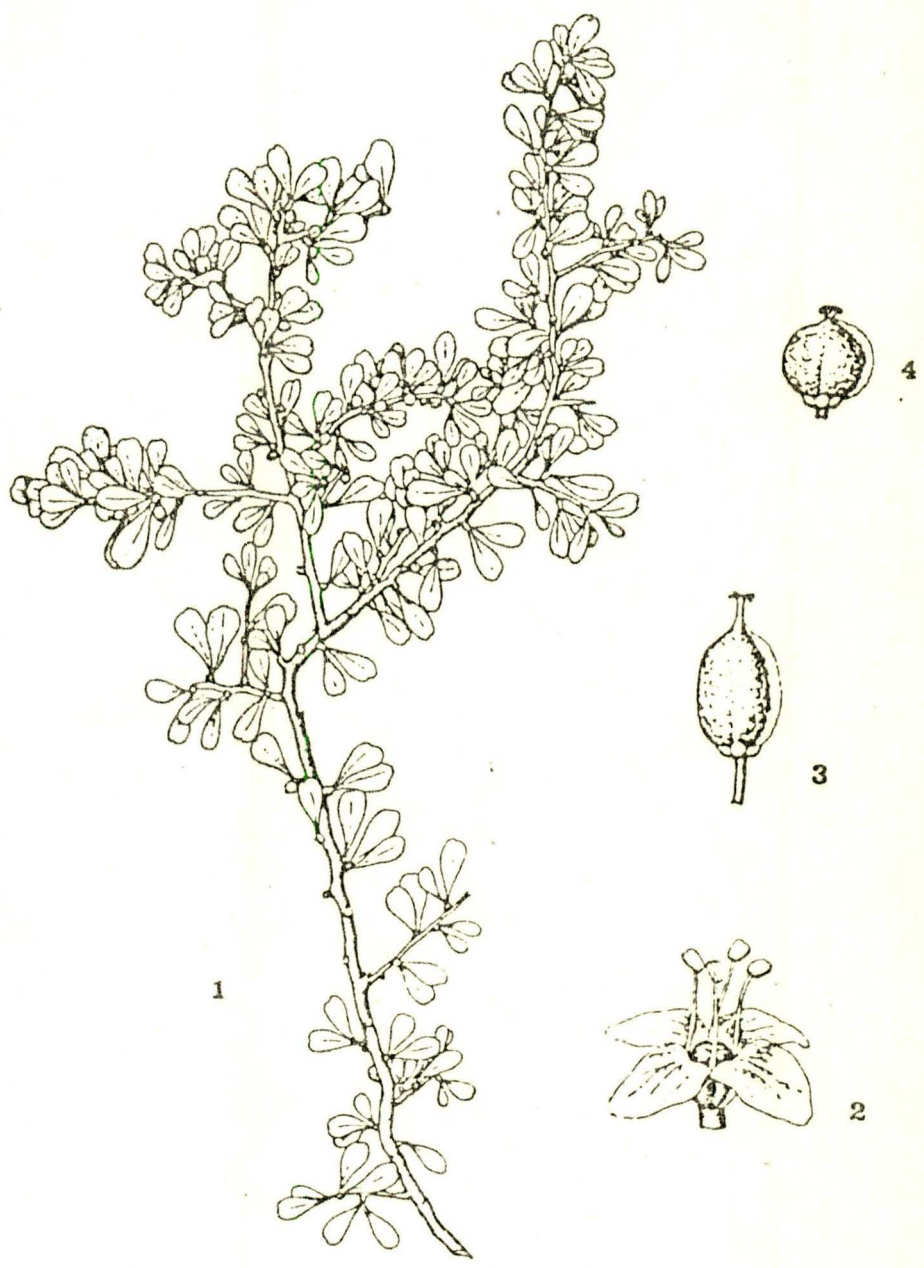


Fig. 1 Schaefferia cuneifolia

## MATERIALES Y METODOS

Para la realización de éste trabajo, el material que se empleó fué la planta Schaefferia cuneifolia, la cual se recolectó en el mes de Septiembre de 1981, sobre el camino a las Grutas de García en el Municipio de Garza García en el estado de Nuevo León.

El estudio de la planta se llevó a cabo durante los meses de Marzo a Mayo del año 1982, en el laboratorio de Investigación Fitoquímica de la División de Ciencias Naturales y Exactas de la Universidad de Monterrey.

## MÉTODOS:

- 1) Preparación del Material y Separación de los Principios Activos. La parte aérea de la planta se secó y molió en un molino tipo Wiley, el producto seco se extrajo con metanol durante 7 días, en un aparato tipo Soxhlet y se concentró en un rotavapor tipo Flash, obteniéndose de esta forma el extracto metanólico directo y un residuo.

Esta alternativa de extracción se hizo con el propósito de tratar de acrecentar el rendimiento en el aislamiento de los metabolitos secundarios.

Del extracto obtenido se separaron los principios activos por métodos cromatográficos y por cristalización.

### 1.1 Métodos Cromatográficos:

#### A) Cromatografía en Capa Delgada (CCD).

El método que se utilizó para la CCD fué el desarrollo unidimensional ascendente.

- a) Se utilizaron placas de vidrio rectangulares de 2 por 10 cm, se cubrieron con Sílica

Gel (Merck) malla 60 (R-1), con un aparato - Desaga-Heidelberg, dejándose secar por una - hora a temperatura ambiente y por 2 horas a 110°C.

- b) La muestra se aplicó a 10 mm del extremo inferior y se colocaron las placas en cubas de vidrio con fondo plano, recubiertas con papel filtro impregnando con el eluente para asegurar una rápida y adecuada saturación de la cámara con el vapor de éste.
- c) El eluente utilizado fué hexano-etanol en las siguientes proporciones (V,V) : hexano, 9:1, 8:2, 7:3, 1:1, y etanol.
- d) Como agentes cromógenos se utilizaron:
  - 1) Luz ultravioleta
  - 2) Cloruro de Cobalto (R-2)

Este último se roció sobre la placa con un dispersor y se calentó durante 5 minutos a 100-120°C.

#### B) Cromatografía Flash (CF)

La cromatografía flash es un método que permite la separación de componentes con un Rf 0.05 en



CCD analítica obteniéndose una buena resolución -  
en un tiempo máximo de 1 a 3 horas.

a) Se utilizaron columnas de vidrio de 18 pulgadas de largo por 1 pulgada de diámetro, provista de válvulas controladoras, una situada en la parte inferior para la salida del eluente y otra en la parte superior para controlar la presión - - ejercida por el gas.

b) El eluente usado fué hexano-etanol, principian-  
do con hexano puro, variando la polaridad con -  
etanol en relación 9:1, 8:2, 7:3, 1:1, y final-  
mente etanol puro.

c) Se introdujo en la parte baja de la columna un trozo pequeño de fibra de vidrio, que cubrió - el fondo de la misma por las paredes y el cen-  
tro.

d) Enseguida se colocó una capa de 3 mm de núcleos de ebullición.

e) Se empacó la columna de 15 a 20 cm con Sílica Gel G malla 60. Para evitar los espacios va-  
cíos la columna se golpeó ligeramente.

- f) Una vez preparada la columna se agregó el hexano y la presión  $N_2$  se utilizó para desalojar rápidamente todo el aire atrapado en la Sílica Gel.
- g) Se agregó el extracto previamente mezclado con una cantidad suficiente de Sílica Gel hasta la formación de un sólido homogéneo.
- h) Se eluyó la columna con el eluyente.
- i) Las eluciones se llevaron a cabo mediante una presión de nitrógeno a una velocidad de flujo de 2 pulg/min.
- j) Se recolectó en fracciones de 20 ml, y se monitorearon por CCD.

## 1.2. Método de Cristalización.

Los solventes usados en la cristalización de cada compuesto se determinaron experimentalmente, dependiendo de la polaridad de estos, los solventes fueron: éter de petróleo, éter disopropílico, benceno, acetona, etanol, metanol y agua.

## 2) Purificación de los principios activos.

Para la purificación de los principios activos se utilizó el método de purificación con carbón activado y el método de recristalización.

#### 2.1. Método de Purificación con Carbón Activado.

Los compuestos se disolvieron y se les agregó carbón activado, se calentó por 2-5 min. y se filtró. El carbón activado tiene la propiedad de atraer impurezas, clarificando la solución.

#### 2.2. Método de recristalización.

Se dejaron evaporar lentamente las soluciones, formándose de este modo cristales de gran tamaño.

#### 3) Identificación de los Principios Activos.

Para la identificación de los compuestos obtenidos se utilizaron:

##### 3.1. Métodos espectros de rayos infrarrojos.

##### 3.2. Métodos físicos tales como punto de fusión y peso molecular.

Aparatos empleados:

##### a) Espectros de absorción en el infrarrojo.

Se utilizó un Espectrómetro Beckman IR-33.

b) Punto de fusión.

Se utilizó un aparato Mert- Temp para determinación -  
en capilares cerrados.

## REACTIVOS

### R-1 Silica Gel.

Silica Gel malla 60 40 Gr.

Agua Destilada 80 Ml.

Se añade el Agua a la Silica Gel y se agita constantemente hasta desaparición de grumos.

### R-2 Solución de Cloruro de Cobalto.

Co Cl<sub>2</sub> 20 Gr.

Agua Destilada 400-500 Ml.

Se le añaden poco a poco 100 ml. de H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> concentrado, -  
agitando continuamente; se termina aforando a 1 Lt. con -  
Agua Destilada.

## RESULTADOS

### Schaefferia cuneifolia.

En un extractor tipo Soxhlet de reflujo la parte aérea seca y molida, en Metanol (punto de ebullición 65°C), durante 7 días.

En el transcurso de la extracción se formó un precipitado, el cual se separó de la solución, pesando 19,8 g. La solución se concentró en un rotavapor tipo Flash, - en baño María y a presión reducida. Se obtuvieron 65.5 g. del extracto puro, los cuales se refluaron con 200 ml. de Cloroformo por espacio de una hora. Haciendo - una extracción con agua, separando las porciones soluble e insoluble en cloroformo.

Al extracto metanólico soluble en cloroformo, se le - -  
montaron tres columnas cromatográficas tipo Flash, uti-  
lizando hexano-etanol como eluente y cuyos resultados -  
se muestran en las tablas III, V, VII.

El extracto metanólico acuoso, insoluble en cloroformo,  
se dejó reposar, formándose un precipitado café, se --  
filtró, y la solución se reflujo una hora con 150 ml.  
de acetato de etilo, siendo totalmente insoluble. Se  
le añadió metanol y se obtuvieron unos cristales blancos  
a los que se les denominó SCAEEMD-1.

La solución color miel, se concentró y se filtró, resultan  
do unos cristales blancos denominados SCAEEMD-2.

Los 19.8 g. del precipitado resultante de la extracción  
se lavaron con alcohol. Al precipitado final que pesó  
5.1212 g. se le asignó SCAEPM-1.

Cada una de las cromatografías Flash, fueron monitoreadas  
con cromatografías en capa delgada, y cuyos resul-  
tados se muestran en las tablas IV, VI, VII.

TABLA III

PRIMER COLUMNA FLASH DEL EXTRACTO METANOLICO

RESIDUO	FRACCION	ELUENTE	OBSERVACIONES
1	1 - 25	Hexano	Solución incolora
2	26 - 29	Hexano-etanol 9:1	Solución verde claro
3	30 - 33	Hexano-etanol 9:1; 8:2	Solución verde obscura
4	34-45	Hexano-etanol 9:1,8:2,73	Solución crema
5	46-100	Hexano-etanol 1:1 etanol	Solución amarilla



TABLA IV

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA DE LA PRIMER COLUMNA

RESIDUO	VISIBLE	U.V.	CoCl <sub>2</sub>	R <sub>f</sub>
1	No aparece	No aparece	No aparece	—
2	rosa	amarillo	ocre	0,22
		naranja	ocre	0,31
		celeste	ocre	0,39
3	rosa	amarillo	amarillo	0,25
	verde	naranja	ocre	0,38
	verde	celeste	amarillo	0,43
4	naranja	no aparece	amarillo	0,18
5	amarillo	no aparece	ocre	0,11

### 3.1. Tratamiento de los Residuos de la Primer Columna.

#### Residuo 1.

Solución incolora transparente que al añadir Metanol - precipita un sólido blanco de consistencia cerosa. El sólido se lavó con acetona y fundió a 58-60°C. A éste precipitado que pesó 19.8 mg. se le denominó SCAEEMD-3.

#### Residuo 2.

Solución de color verde claro. Se concentró y añadió metanol. La solución se evaporó precipitando un sólido que fundió a 68-70°C. De éste precipitado se obtuvieron 169.8 mg. y se le asignó la clave de SCAEEMD-6.

#### Residuo 3.

Solución verde obscuro que al añadir metanol se aprecia la formación de un precipitado verde obscuro. Se filtró y la solución se concentró quedando un residuo gomoso. Del precipitado se obtuvieron 49.8mg. el cual fundió a 63-65°C. y se le asignó la clave de SCAEEMD-4.

Residuo 4.

Solución de color crema que con hexano precipita de color verde naranja, el cual fundió a 65-67°C. De éste precipitado se obtuvieron 66.2 mg. y se le denominó SCAEEMD-21.

Residuo 5.

Solución de color amarillo que se evaporó y añadió hexano. Al evaporar el solvente precipitó un sólido que fundió a 107-109°C. De éste residuo se obtuvieron 16.1 mg. y se le asignó la clave SCAEEMD-22.

### 3.2. Tratamiento de los residuos de la segunda columna.

Residuo 1.

Líquido incoloro transparente que al añadir metanol se ve la formación de precipitados de color blanco. Se evaporó la solución quedando un sólido de consistencia cerosa, el cual se lavó con acetona y fundió a 60-62°C. De éste residuo se obtuvieron 160.3 mg. y se le asignó la clave SCAEEMD-3.

Residuo 2.

Solución de color verde oscuro que al adicionar me--

TABLA V

## CROMATOGRAFIA FLASH DE LA SEGUNDA COLUMNA

RESIDUO	FRACCION	ELUENTE	OBSERVACIONES	PESO
1	1 - 24	Hexano Hexano - etanol 9:1 v/v	Solución incolora	160.3 mg.
2	25 - 30	Hexano - etanol 9:1 v/v	Solución verde	314.6 mg.
3	31 - 36	Hexano - etanol 8:2 v/v	Solución verde-naranja	99.7 mg.
4	37 - 53	Hexano - etanol 8:2, 7:3 v/v	Solución verde	14.2 mg.
5	54 - 106	Hexano - etanol 1:1 v/v etanol	Solución amarilla	135.3 mg.

TABLA VI  
CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA DE LA SEGUNDA COLUMNA

RESIDUO	VISIBLE	U.V.	CoCl <sub>2</sub>	Rf
1	No aparece	No aparece	No ap.	-
2	rosa	rosa	verde	0.23
	naranja	naranja	naranja	0.31
	verde	celeste	ocre	0.39
3	verde	Naranja	rosa	0.25
	rosa	rosa	café	0.27
4	naranja	naranja	café	0.22
	amarillo	rosa	ocre	0.30
5	naranja	rosa	café	0.42

tanol de un precipitado verde, el cual se filtró y lavó con acetona. El peso de éste sólido fué de 314.6 mg. y su punto de fusión fué de 63-65°C.

Al sólido se le denominó SCAEEMD-4. La solución filtrada se concentró y quedó un residuo gomoso denominado SCEEEMD-5.

Residuo 3.

Solución de color verde amarillenta. Se concentró a la mitad de su volúmen y se agregó hexano, precipitando un sólido verde naranja, el cual pesó 99.7 mg. y se le denominó SCAEEMD-23. Este precipitado se descompone antes de fundir.

Residuo 4.

Solución amarillo intenso. Al añadir hexano se formó un precipitado verde claro, el cual pesó 317.2 mg. A éste residuo se le denominó SCAEEMD-24.

Residuo 5.

Solución amarilla que se dejó reposar y se evaporó a temperatura ambiente, obteniéndose un sólido de color café oscuro que fundió a 108-112°C. y pesó 135.3 mg. A éste residuo se le asignó la clave SCAEEMD-16.

### 3.3. Tratamiento de los residuos de la tercer columna.

#### Residuo 1.

Líquido incoloro al que se añadió metanol formándose un precipitado blanco de consistencia cerosa.

Este residuo funde a 60-62°C y se obtuvieron 201.5 mg. al que se le asignó la clave SCAEEMD-3.

#### Residuo 2.

Solución amarillo claro. Se añadió metanol y se observó la aparición de un precipitado blanco el cual se -- filtró y lavó con acetona, seco funde a 58-60°C. De -- éste residuo se obtuvieron 158.5 mg al que se le denominó SCAEEMD 3.

La solución se concentró apareciendo un aceite rojo - al que se le asignó la clave de SCAEEMD-12.

#### Residuo 3.

Solución amarillo claro que con metanol se formó un - precipitado verde-café que fundió a 66-68°C. De éste precipitado se obtuvieron 272.7 mg. y se denominó - - SCAEEMD-25.

#### Residuo 4.

Solución amarilla que se concentró a la mitad de su -

volúmen y se añadió metanol, apareciendo la formación de un precipitado verde, el cual se lavó con acetona, a éste residuo se le asignó SCAEEMD-26, se obtuvieron 754.5 mg. se funde a 95-99°C.

Residuo 5.

Solución de color verde. Al añadir hexano se ve la -- formación de un precipitado de color verde, que funde a 106-110°C. De éste residuo se obtuvieron 396.7 mg. y se denominó SCAEEMD-27.

Residuo 6.

Solución de color verde, se concentró a la mitad de - su volumen y se añadió hexano, precipitando de color verde. Se evaporó el solvente y se secó el sólido, fundiendo a 124-126°C y obteniéndose de éste 257.2 mg. a éste residuo se le asignó la clave SCAEEMD-28.

Residuo 7.

Líquido de color verde claro que al añadir hexano, -- precipitó. De éste precipitado se obtuvieron 248.2 - mg. el cual fundió a 96-100 C y se denominó SCAEEMD-29.



Residuo 8.

Solución amarilla que al dejar evaporar el solvente, precipitan sólidos de color verdes cafés que funden a 135-137 y de los cuales se obtuvieron 95.2 mg. (SCAEE MD-30).

TABLA VII  
CROMATOGRAFIA FLASH DE LA TERCER COLUMNA

RESIDUO	FRACCION	ELUENTE	OBSERVACIONES	PESO
1	1 - 13	Hexano	Solución incolora	201.5 mg.
2	14 - 31	Hexano-etanol 9:1 v/v	Solución amarilla	158.5 mg.
3	32 - 38	Hexano - etanol 8: 2 v/v	Solución amarilla	727.7 mg.
4	39 - 51	Hexano - etanol 8:2, v/v	Solución amarilla	754.5 mg.
5	52 - 64	Hexano - etanol 7:3 v/v	Solución verde	396.7 mg.
6	65 - 70	Hexano - etanol 7:3 v/v	Solución verde	257.2 mg.
7	71 -127	Hexano - etanol 1:1	Solución verde claro	248.2
8	127 -150	Hexano -etanol 1:1 etanol	Solución amarilla	95.2 mg.

TABLA VIII  
CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA DE LA TERCER COLUMNA

RESIDUO	VISIBLE	U.V.	CoCl <sub>2</sub>	Rf.
1	No aparece	No aparece	No aparece	-
2	Rosa	No aparece	Naranja	0.11
3	Verde	Celeste	Ocre	0.12
	Verde	Naranja	Morado	0.21
		Verde	Rosa	0.34
4	Verde	Rosa	Café	0.13
5	Naranja	Celeste	Ocre	0.11
		Verde	Café	0.19
6	Amarillo	Verde	Ocre	0.16
7	Amarillo	Celeste	Rosa	0.29
8	No aparece	Celeste	No aparece	0.34

#### DISCUSION Y CONCLUSIONES.

El presente trabajo concluye con un mejor rendimiento - en el aislamiento de algunos materiales en relación a un trabajo anterior (14).

De los residuos aislados, en algunos se pudieron determinar pruebas físicas cuya interpretación se muestra a continuación.

SCAEEMD-1 (178-190), SCEEMD-2 (166-168), SCAEPM-1 - -  
(176-178).

Los espectros IR de estos residuos presentaron una ban  
da intensa característica de alcoholes a  $3400=3200$  - -  
 $\text{cm}^{-1}$ . Presentó además múltiples bandas a  $1110-1020$  - -  
 $\text{cm}^{-1}$  región característica para alcoholes primarios y  
una a  $1200 \text{ cm}^{-1}$  señal de un alcohol secundario. Tam--  
bién presentaron las bandas en 2920, 1480, 1375, 920,  
850,  $720 \text{ cm}^{-1}$  que son señales de Metilos y Metilenos --  
(15).

Por los datos anteriores se pensó en un compuesto ali-  
fático lineal con grupos OH en carbonos primarios y -  
secundarios.

Por la información del Infrarrojo se puede suponer que  
se trata del mismo residuo. Tomando en cuenta que --  
tienen puntos de fusión diferentes se llega a la con-  
clusión de que requieren una purificación.

Estos espectros son similares al espectro reportado pa-  
ra el Dulcitol (16) aislado en un trabajo anterior - -  
(14), lo que hizo suponer que se tratara del mismo com-  
puesto pero no se pudo asegurar por falta de pruebas

físicas y químicas.

SCAEEMD-3 (58-60).

Su espectro IR muestra bandas a 3020-2860, característica de metilos y de metilenos. Presenta además una a 2400  $\text{cm}^{-1}$  característica de un grupo PH.

También a 1460, 920, 775, 715 y 650  $\text{cm}^{-1}$  característica de metilos y metilenos.

Por la información antes mencionada se pensó en un com puesto alifático lineal.

SCAEEMD-11 (63-65).

El espectro de IR mostró una banda ancha en 2840, que es señal de estiramientos C-H de alcanos.

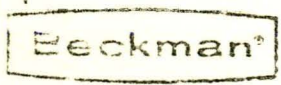
Además de 2900 y 1450 para alquenos y 1375 y 720  $\text{cm}^{-1}$  - bandas típicas para metilos y metilenos.

Por esta información se sugirió un compuesto alifático lineal saturado.

Por falta de información fué muy difícil proponer una estructura para éstos residuos. Pruebas Físicas y --

Químicas podrán brindar la información para llegar a una conclusión más aceptable; a falta de tiempo éstas no pudieron realizarse.

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_  
 DATE \_\_\_\_\_  
 SAMPLE \_\_\_\_\_  
 SOURCE \_\_\_\_\_  
 STRUCTURE \_\_\_\_\_  
 PATH \_\_\_\_\_ cm \_\_\_\_\_  
 SOLVENT \_\_\_\_\_  
 CONCENTRATION \_\_\_\_\_  
 PHASE \_\_\_\_\_  
 CELL THICKNESS \_\_\_\_\_  
 ANALYST \_\_\_\_\_



INFRARED SPECTROSCOPY

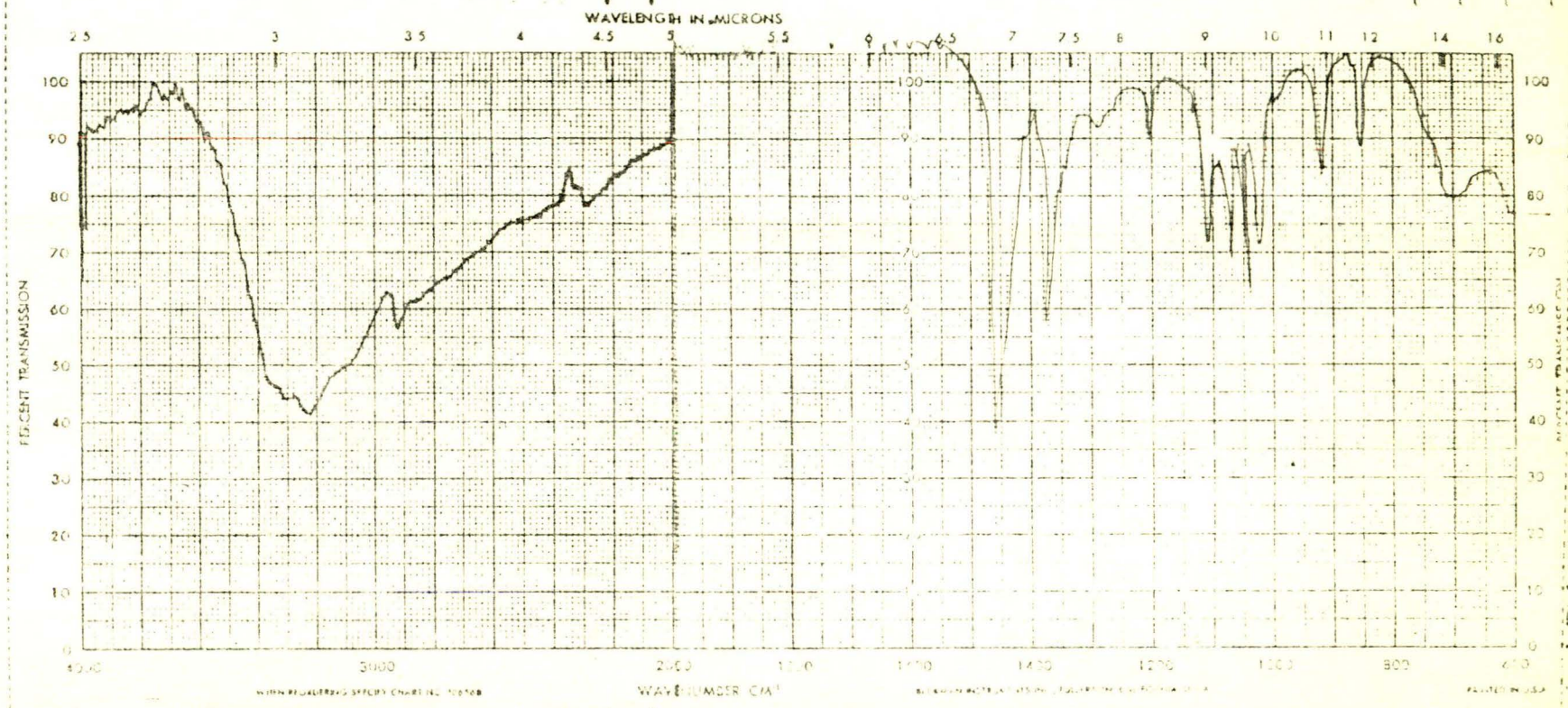
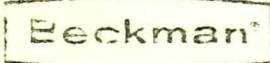


Fig. 2a. Espectro IR del compuesto SCAEEMD-1.



SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_  
 DATE \_\_\_\_\_  
 SAMPLE \_\_\_\_\_  
 SOURCE \_\_\_\_\_  
 STRUCTURE \_\_\_\_\_  
 PATH \_\_\_\_\_ mm \_\_\_\_\_  
 SOLVENT \_\_\_\_\_  
 CONCENTRATION \_\_\_\_\_  
 PHASE \_\_\_\_\_  
 COMMENTS \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 ANALY. YES \_\_\_\_\_



INFRARED  
 DISC DIFFRACTOMETER

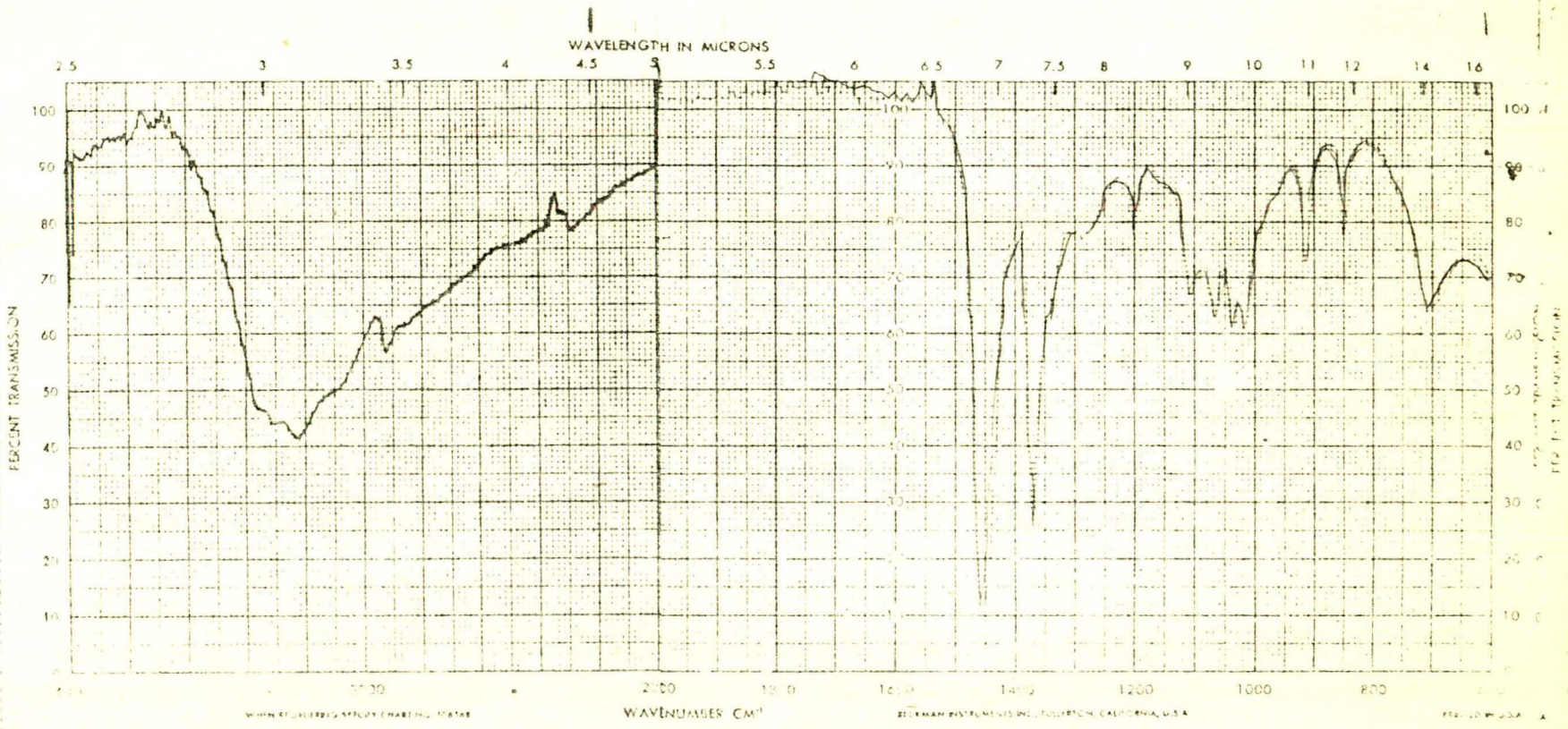


Fig. 2b. Espectro IR. del compuesto SCAEEMD-2.

RIRIITEPA INVIVOSIAIN DE MIAITRIRIVIV

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_  
DATE \_\_\_\_\_  
SAMPLE \_\_\_\_\_  
SOURCE \_\_\_\_\_  
STRUCTURE \_\_\_\_\_  
PATH \_\_\_\_\_ mm  
SOLVENT \_\_\_\_\_  
CONCENTRATION \_\_\_\_\_  
PHASE \_\_\_\_\_  
COMMENTS \_\_\_\_\_  
ANALYST \_\_\_\_\_

**Beckman®**  
INFRARED  
SPECTROPHOTOMETER

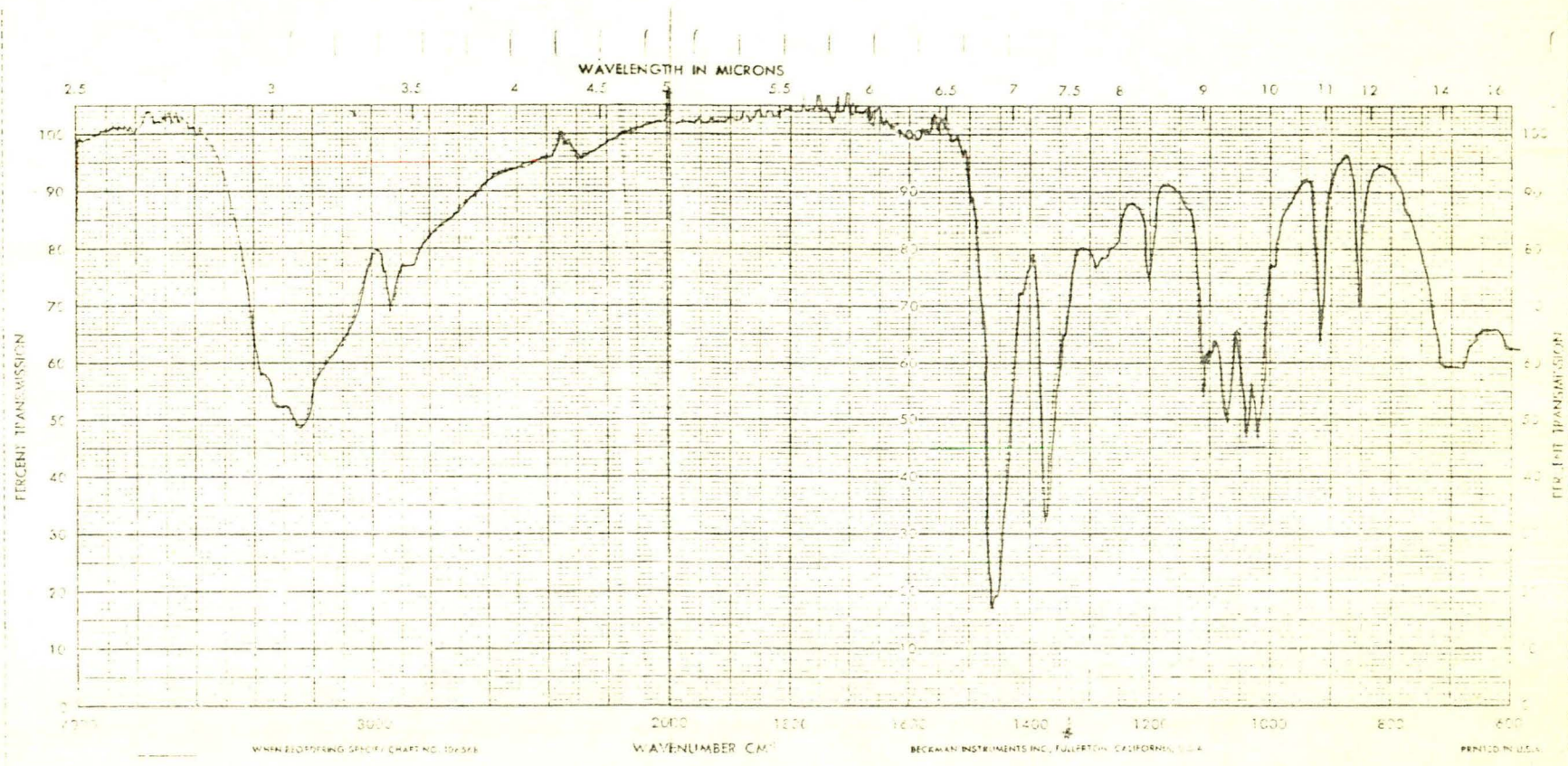


Fig. 2c. Espectro IR del compuesto SCAEPM-1.

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_  
 DATE \_\_\_\_\_  
 SAMPLE \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 SOURCE \_\_\_\_\_  
 STRUCTURE \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 PATH \_\_\_\_\_ mm  
 SOLVENT \_\_\_\_\_  
 CONCENTRATION \_\_\_\_\_  
 PHASE \_\_\_\_\_  
 COMMENTS \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 ANALYST \_\_\_\_\_

**Beckman**  
 INFRARED  
 SPECTROPHOTOMETER

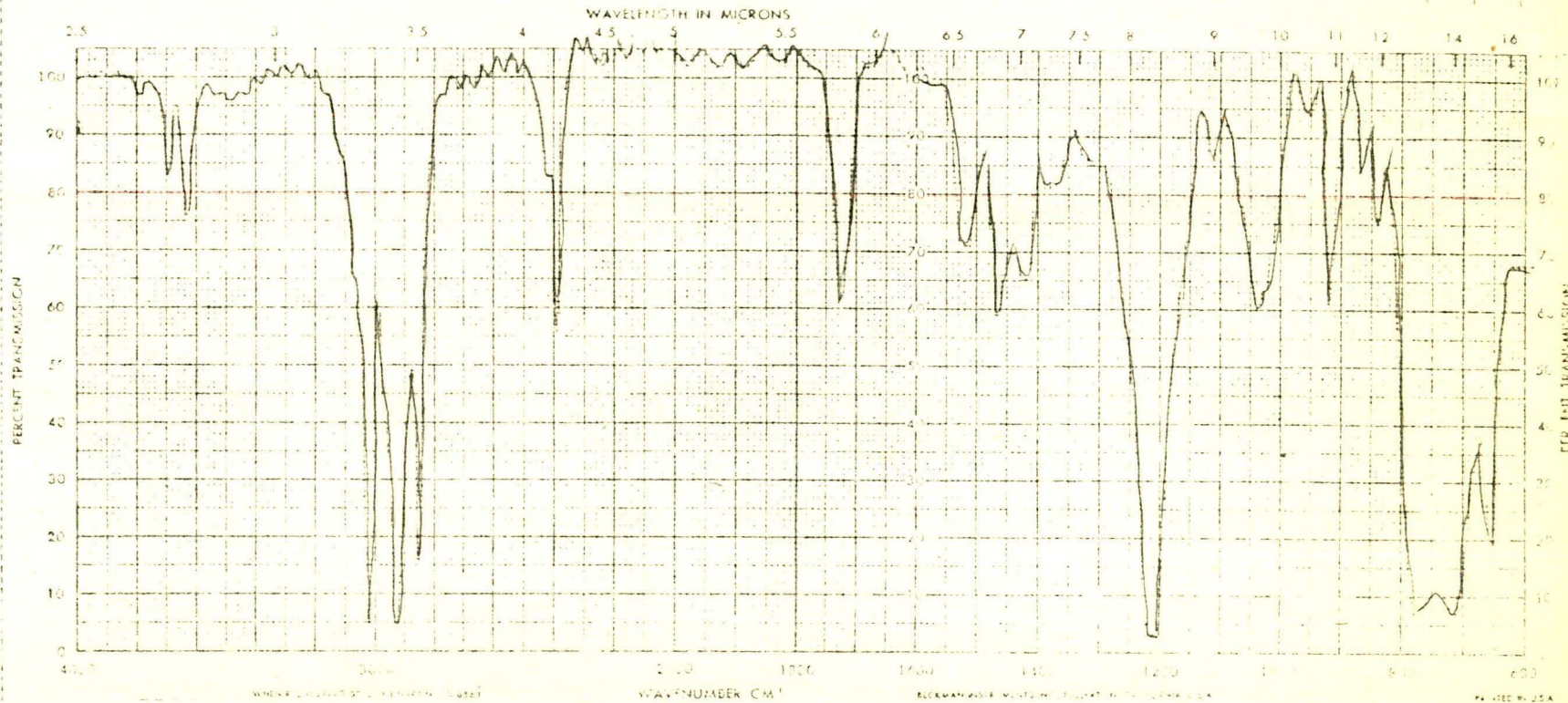


Fig. 3 Espectro IR del compuesto SCAEEMD-3.

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_

DATE \_\_\_\_\_

SAMPLE \_\_\_\_\_

SOURCE \_\_\_\_\_

STRUCTURE \_\_\_\_\_

PATH \_\_\_\_\_ mm

SOLVENT \_\_\_\_\_

CONCENTRATION \_\_\_\_\_

PHASE \_\_\_\_\_

COMMENTS \_\_\_\_\_

ANALYST \_\_\_\_\_

**Beckman**

INFRARED  
SPECTROPHOTOMETER

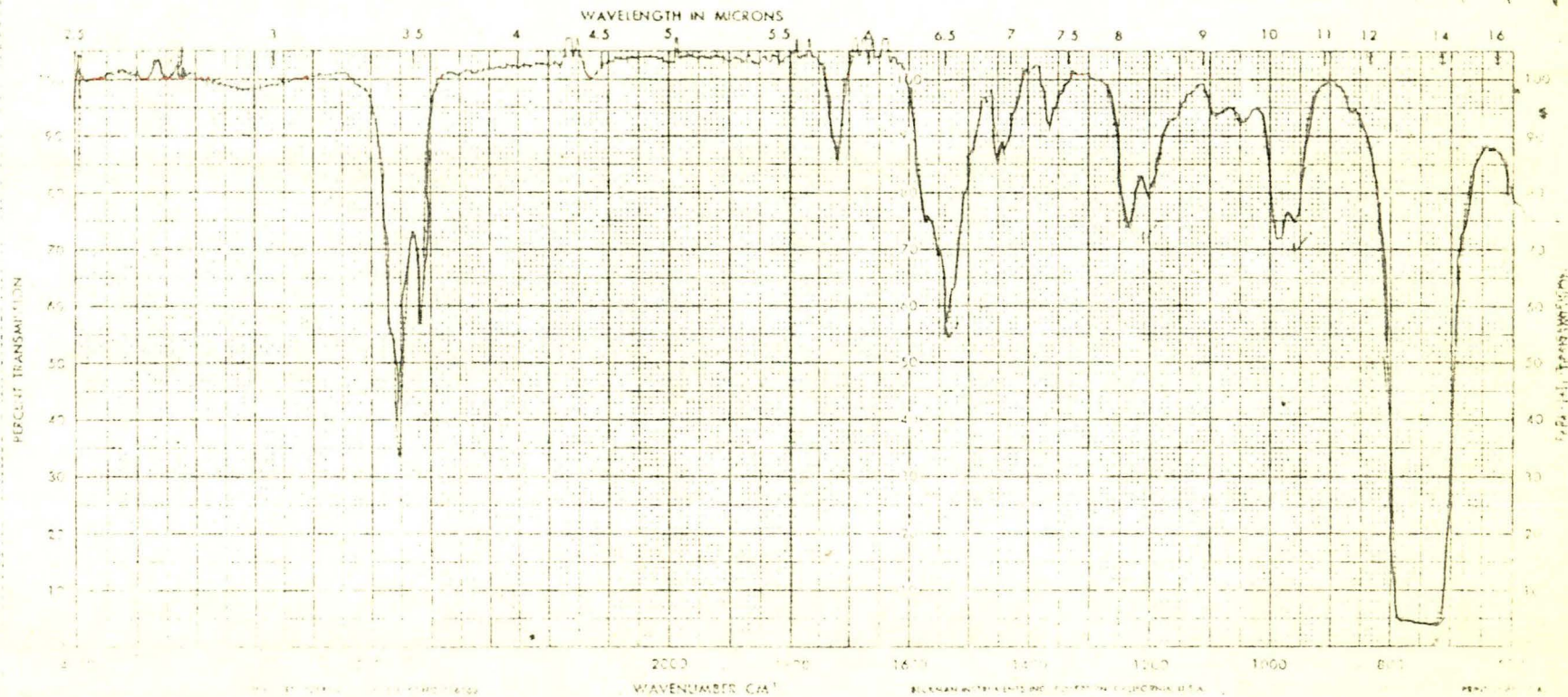


Fig. 4. Espectro IR del compuesto SCAEEMD-11.

## RESUMEN

El presente trabajo tuvo por objetivo la separación y purificación de los principios activos de la Schaefferia Cuneifolia, aplicando la cromatografía en columna Flash.

Se logró la separación de los precipitados.

SCAEEMD - 3

SCAEEMD - 4

SCAEEMD - 5

SCAEEMD - 6

SCAEEMD -12

SCAEEMD -16

SCAEEMD -21

SCAEEMD -22

SCAEEMD -23

SCAEEMD - 24  
SCAEEMD - 25  
SCAEEMD - 26  
SCAEEMD - 27  
SCAEEMD - 28  
SCAEEMD - 29  
SCAEEMD - 30

La purificación de

SCAEEMD 3  
SCAEEMD 11

cuya total identificación podrá realizarse en futuras investigaciones.

Los residuos

SCAEEMD - 1  
" - 2  
SCAEMP - 1

Presentan características del Dulcitol.

## BIBLIOGRAFIA

- 1.- Enciclopedia de Ciencias Naturales, Ed. Bruguera S.A., España, Vol. IV, 1970.
- 2.- Domínguez, X.A., Cromotografía en Papel y Capa - Delgada, Programa Nacional de Desarrollo Científico y Tecnológico, (1975).
- 3.- Pool, Ed. Flower and Flowering Plants. New York, Mc. Graw-Hill, 2a. Ed. (1941).
- 4.- Hegnauer, R., Chemotaxonomie der Pflazen. Vol. III. pp 395-405.
- 5.- E. Schwenk, Arzneimittel-Forsch, 12,1143 (1962)
- 6.- Marini, G.B. - Bettolo, "Chemestry of the active Principles of Celastraceae". Li Farmaco, Ed. Sci, 29,-50 (1974).
- 7.- S. Morris Kupchan and R.M. Smith, J. Org. Chem. 42, 115 (1977).
- 8.- Bruning, Reimar, Hilderbert Wagner, "Ubersicht Uber die Celastraceae-Inhaltsstoffe: Chemie, -- Chemataxonomie, Biosynthese, Pharmacologie". Phytochemistry, 17, '1821 (1978).
- 9.- Kupchan, S.M., Y. Komoda, W.A. Court, et al, "Maytansine a Novel Antileukemic Ansa Macrolide from Maytenus ovatus". J. Am. Chem. Soc. 94, 1353. (1972)
- 10.- Nakanishi, K., H. Kasikawa, Y. Hirata, "Structure of Prisitmerin an Celastrol". J. Am. Chem. Soc., 77, 3169 (1964).
- 11.- Cronell, D.S., M.C. Jonhston, Manual of Vascular Plants of Texas. The Texas Research Foundation, Renner, Tex. pp 1000. (1970).
- 12.- Lundell, Cyrus, Flora of Texas. Ed. Research Foundation, 2, U.S.A., 339-350 (1969)

- 13.- Standley, P., S. Carpenter, Trees and Shrubs of Mexico.
- 14.- Sierra Benavides, Cristina G., "Aplicación de la Cromatografía Flash al estudio químico de la Schaeferia cuneifolia. Monterrey, N.L. (1981).
- 15.- Skoog, Douglas A., West, Donald M., Análisis Instrumental, Ed. Interamericana, México, 1975.
- 16.- Grasselli, J.C., Ritchey, W.M. "Atlas of Spectral Data and Physical constants for Organic Compounds CRS PRESS inc., Cleveland Ohio, Vol. I-V 1975.
- 17.- Domínguez, X.A., Métodos de Investigación Fotoquímica. Ed. Limusa (1973).
- 18.- Vines, R.A., Trees, Shrubs and woody vines of the southwest. University of Texas Press, Austin, Tex. (1960).
- 19.- Morrison, George H., Solvent Extraction in Analytical Chemistry.
- 20.- Shriner, R., R. Furson, Curtis, Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. Ed. Limusa-Wilet, S.A. México (1966).
- 21.- Morrison and Boyd, Química Orgánica. Fondo Educativo Interamericano, S.A., México, (1976).
- 22.- Silverstein, Robert M., C.G. Bussler, T.C. Morrill, Spectrometric Identification of Organic Compounds
- 23.- Bouchert, C.J., "The Aldrich Library of Infrared Spectra".



801399