



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

BIBLIOTECA DE QUIMICA

ESTUDIO QUIMICO DEL PARHENIUM INCANUM
Y ESTRUCTURA DE LA INCANILINA

TESIS PROFESIONAL

GASPAR GILBERTO WITTGREEN ANTINORI



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas

Tesis Digitales

Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©

PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

**ESTUDIO QUIMICO DEL PARHENIUM INCANUM
Y ESTRUCTURA DE LA INCANILINA**

GASPAR GILBERTO WITTGREEN ANTINORI

Q U I M I C O

Presidente	Dr. Julio Terán
Vocal	Dr. Alfonso Romo de Vivar
Secretario	Qco. Luis Maldonado
1er Suplente	Qco. Alfredo Ortega
2do Suplente	Qco. José Juan Morales

Este trabajo fue realizado en el Instituto de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México, bajo la dirección del Dr. Alfonso Romo de Vivar.

Sustentante	Gaspar Gilberto Wittgreen Antinori
Asesor del Tema	Dr. Alfonso Romo de Vivar

A

Mis Padres

AL

Dr. Alfonso Razo de Vivar

A

México

C A P I T U L O S

I.- INTRODUCCION

II.- PARTE TEORICA

III.- PARTE EXPERIMENTAL

IV.- BIBLIOGRAFIA

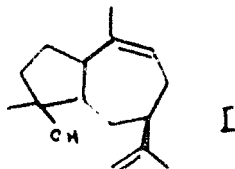
V.- ESPECTROSCOPIA

C A P Í T U L O I

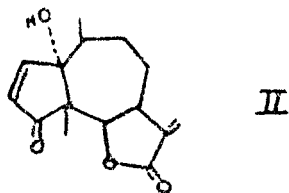
Introducción

El género *Parthenium* perteneciente a la familia de las compuestas contiene sesquiterpenos de gran interés.

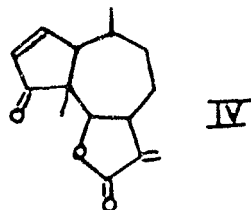
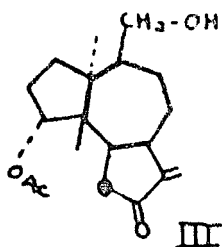
La primera especie que se estudió en este género fue el P. Argentatum, o mejor conocido como el Guayule del cual se obtiene como producto principal: hule, y de los desechos de éste, se logró aislar con rendimiento de 0.3% al alcohol sesquiterpénico: Partheniol¹(I).



De una muestra del P. Hysterophorus L., recolectada en Florida, E.E.U.U.² se logró aislar la Parthenina (II), que pertenece a una clase de sesquiterpenos, con esqueleto anormal, ya que el metilo ha emigrado de la posición C-4 a C-5; estos compuestos reciben el nombre de: Pseudoguayanólidos:



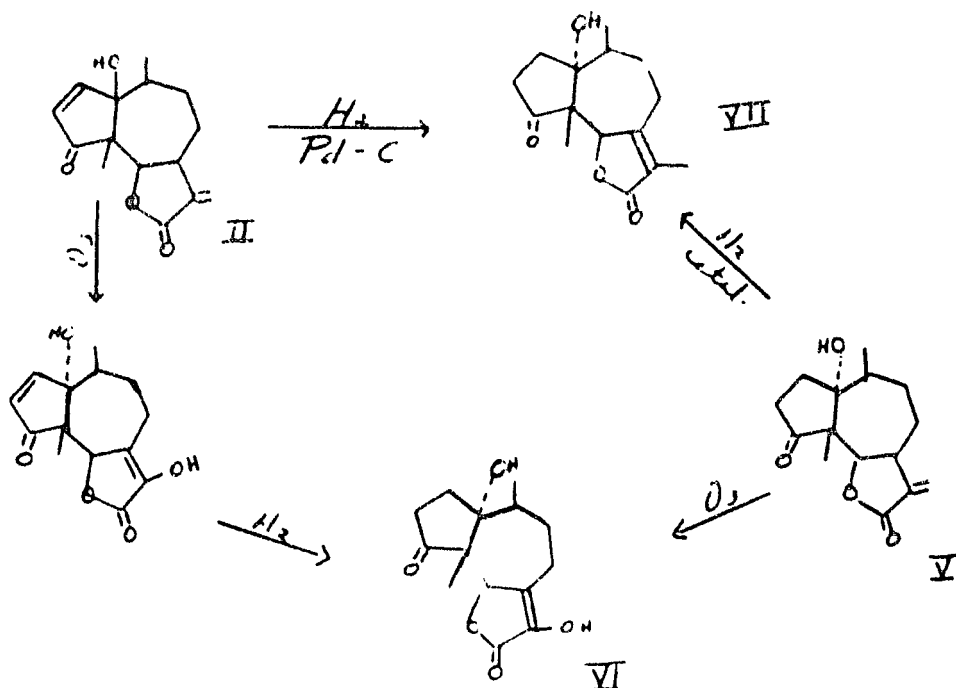
De una planta recolectada en el Valle de México y clasificada como P. Hysterophorus³ se aisló un Pseudoguayanólido diferente, que se le denominó Hysterina (III) y pequeñas cantidades de Ambrosina (IV).



El P. Incanum ha sido estudiado por Herz⁴, quien aisló un nuevo pseudoguayanólido: la Coronopilina (V). De otra muestra de este mismo Parthenium, se obtuvo Ambrosina (IV) en muy bajo rendimiento y con ausencia total de la Coronopilina.

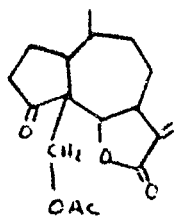
Para determinar la estructura de la Coronopilina, Herz llevó a cabo dos reacciones: la ozonólisis de la Coronopilina

de la cual se obtiene formaldehído y dehidronorparthenona⁵ (VI), sustancia obtenida previamente por una ozonólisis, seguida de una hidrogenación, de la Parthenina (II). Llevando a cabo una hidrogenación catalítica de la Coronopilina se obtiene la dihidroisoparthenina (VII), por isomerización de la doble ligadura exocíclica a la posición endocíclica. La Coronopilina se puede considerar también como (2,3) dihidro-parthenina.

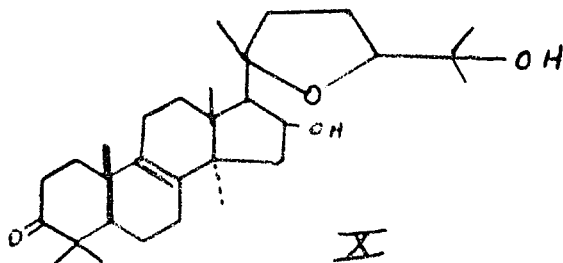


En el presente estudio de una muestra de Parthenium In-
canum, recolectado en la región sur cercana a Saltillo,
Coahuila, se logró aislar además de la Ambrosina y la Coronop-

pilina; la Anhidro Coropilina (VIII), la Incanina (IX) y la Incanilina (X).



IX



X

C A P I T U L O I I

Parte Teórica

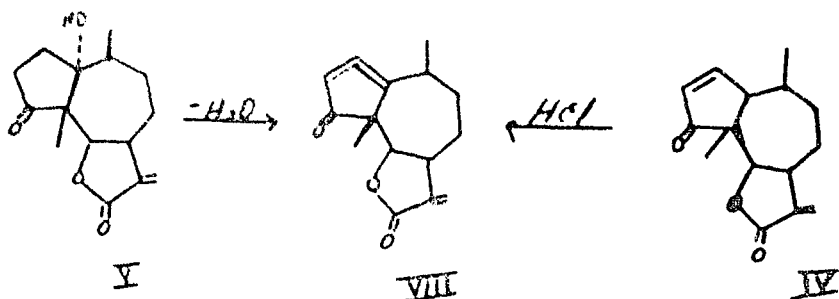
El objetivo de este trabajo es el estudio químico del Parthenium Incanum, recolectado en la parte sur del estado de Coahuila.

Aún cuando ya el P. Incanum había sido estudiado⁴; y se había aislado Ambrosina (IV) y Coronopilina (V), que pertenecen al grupo de lactones mesquiterpénicos; se decidió hacer un nuevo estudio de la planta ya que se ha comprobado que la composición química de las plantas varía de acuerdo con el lugar y el tiempo de recolección. En el presente trabajo se aisló, además de los componentes ya mencionados, la anhídrido Coronopilina (VIII), la Incanilina (X) y la Incanina (IX).

La Coronopilina y la Ambrosina fueron identificadas por comparación directa con muestras auténticas; y por comparación con espectros de resonancia magnética nuclear de muestras auténticas (H.M.R.)¹, (H.M.R.)², respectivamente.

La anhídrido Coronopilina (VIII), que por primera vez se aisló como producto natural; ya se había sintetizado por deshidratación de la Coronopilina con cloruro de tionilo en Piridina⁶; o por un tratamiento con ácido clorhídrico en cloroformo de la Ambrosina⁷, llevándose a cabo una emigración

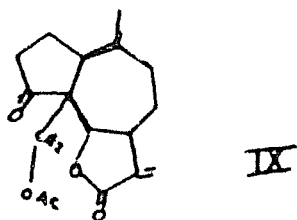
de la doble ligadura que se observa en la Ambrosina (IV) entre los átomos de C-2 y C-3, a la posición C-1, C-2; desapareciendo, por lo tanto la conjugación. El compuesto aislado del P. Incanum, tiene un p.f. de 130°C y fue identificado por un p.f. de mezcla y por cromatoplaça.



En el espectro en el infrarrojo (I.R.)¹ se observa una banda fuerte en 1760 cm^{-1} que corresponde a la suma de los carbonilos de la δ lactona y el de la ciclopentanona; una banda débil en 1660 cm^{-1} que nos indica la presencia de dobles ligaduras; además en este espectro no aparece la banda en 1580 cm^{-1} , que aparece en el espectro de la Ambrosina (IV) y que nos indica la presencia de una doble ligadura conjugada con un grupo cetónico.

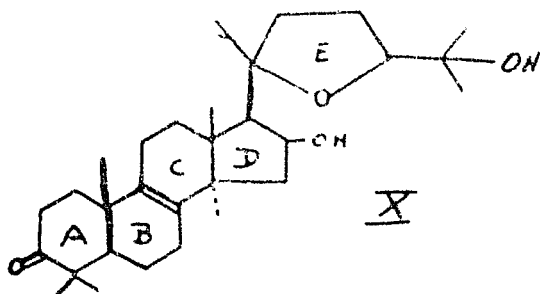
La incanina que es una lactona sesquiterpénica, cuyo análisis elemental corresponde a $C_{17}H_{22}O_5$, se aisló en pequeñas cantidades, por lo que su estructura se determinó principalmente sobre bases espectroscópicas. La incanina tiene un

p.f. $\approx 175^{\circ}$; su espectro en el infrarrojo (I.R.)² nos muestra dos bandas fuertes; una en 1765 cm^{-1} que se atribuye a una lactona y otra en 1740 cm^{-1} que nos indica la presencia de una cilopentanona; aparece también una banda débil en 1660 cm^{-1} que nos hace pensar en un metileno exocíclico.



En su espectro de resonancia magnética nuclear (R.M.N.)³ se observa un par de señales dobles ($J = 3\text{ c/s}$) en 6.25 y 5.55 p.p.m. que corresponde a los protones de un metileno exocíclico conjugado con una lactona; en 2.0 p.p.m. aparece una señal sencilla equivalente a tres hidrógenos que se atribuyen a un grupo acetoxi-; en 4.6 p.p.m. aparece una señal doble ($J = 1\text{ c/s}$) equivalente a dos hidrógenos que nos señalan la base de un acetato primario que debe estar localizado en la posición C-5, ya que no se observa el singulete que produciría un metilo en dicha posición; sin embargo, el metilo sobre el átomo C-10 nos proporciona una señal en forma de doblete ($J = 7\text{ c/s}$) que nos da mayor base para señalar la posición C-5 como la más indicada para sostener el grupo $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Ac}$. Basándonos en los datos anteriores deducimos para la Incanina la estructura (IX).

También se logró aislar un triterpeno, la Incanilina (X) cuyo análisis elemental concuerda para $C_{30}H_{50}O_4$ y tiene un p.f. = $184^{\circ}C$; $(\alpha)_D + 43.3$. En su espectro en el infrarrojo (I.R.)³ se observa una banda en 3425 cm^{-1} que corresponde a un grupo OH; presenta una banda fuerte en 1700 cm^{-1} que se atribuye al grupo carbonilo de la cetona.



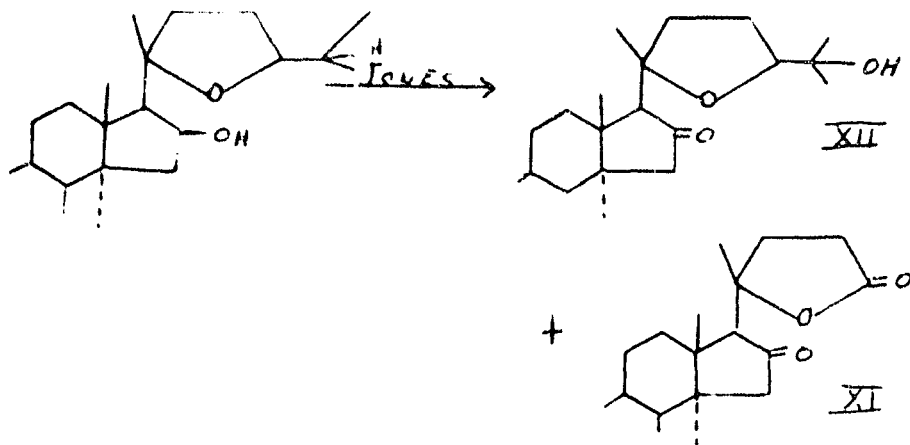
En su espectro de resonancia magnética nuclear (R.M.N.)⁴ se observa en 0.55 p.p.m. una señal doble que corresponde a una banda lateral^{T.M.S}; en 3.8 p.p.m. aparece una señal múltiple que corresponde a la base del grupo OH; de 4.3 a 4.83 p.p.m. se observa una señal múltiple que nos indica la base de un eter; también aparecen las señales características de los metilos y metilenos presentes.

Basándonos en los datos antes mencionados se deduce que la Incanilina es un triterpeno, para el cual se propone la fórmula (X). El siguiente paso a seguir es el comprobar, por medio de reacciones químicas, la estructura propuesta. Teniendo en cuenta de que existen otros triterpeno que poseen *dobles* ligaduras entre los

anillos C y el anillo B de su molécula y recurriendo a los datos espectroscópicos; le dimos esa misma posición al doble enlace de nuestra molécula. En realidad lo que se trata de comprobar en este trabajo es el anillo tetrahidrofuránico en la cadena lateral y la posición del grupo OH que se encuentra en el anillo D; para ésto se hicieron las siguientes reacciones:

1) Oxidación de la Incanilina.

La oxidación de este triterpeno, con el reactivo de Jones, produjo la di-ceto lactona (XI), ya que el reactivo Jones, en su oxidación, degradó la cadena lateral del anillo tetrahidrofuránico, sustituyéndola por un grupo carbonilo con pérdida de tres átomos de carbono y sus respectivos hidrógenos; el grupo OH del anillo D, también sufrió oxidación hasta formar una cetona.



En esta oxidación se obtuvo además de la diceto lactona (XI), la diceto Incanilina (XII).

La di-ceto Incanilina (XII), cuya fórmula de $C_{30}H_{46}O_4$ concuerda con su análisis elemental, tiene un p.f. = 1518-1520°C. En su espectro en el infrarrojo (I.R.)⁴ se observa en 3500 cm^{-1} la banda del grupo OH; en 1705 cm^{-1} se observa una banda fuerte que corresponde al carbonilo de la cetona que se encuentra en el anillo de seis miembros (Anillo A); en 1740 cm^{-1} aparece otra banda fuerte que corresponde al carbonilo de la cetona que soporta el anillo de cinco miembros (anillo D).

En su espectro de resonancia magnética nuclear (R.M.N.)⁵ se observa en la región entre 1 y 1.3 p.p.m. varios picos que corresponden a los metilos. Todos estos datos concuerdan con la estructura (XII) propuesta en este trabajo para la di-ceto Incanilina que puede considerarse como un intermediario de la reacción; ya que al someterse a una nueva oxidación, con el reactivo de Jones, se obtiene la di-ceto lactona (XI).

La lactona (XI), cuyo análisis elemental corresponde a $C_{27}H_{36}O_4$; pierde tres átomos de carbono con respecto a la Incanilina y a la di-ceto-Incanilina ; lo que nos indica que si se llevó a cabo la ruptura de la cadena lateral al anillo E, siendo sustituido por un nuevo átomo de oxígeno; por la pérdida de 10 átomos de hidrógeno nos damos cuenta de que

también se llevó a cabo la oxidación el grupo OH, a grupo cetónico, que se encuentra en el anillo D. Este compuesto tuvo un p.f. = 250°C; y en su espectro en el infrarrojo (I.R.)⁵ se observa una banda fuerte en 1770 cm^{-1} que corresponde al carbonilo de la cetona en el anillo D, una banda fuerte en 1765 cm^{-1} que corresponde al carbonilo de la lactona; en 1710 cm^{-1} se encuentra una banda un poco débil que corresponde al carbonilo de la cetona en el anillo A.

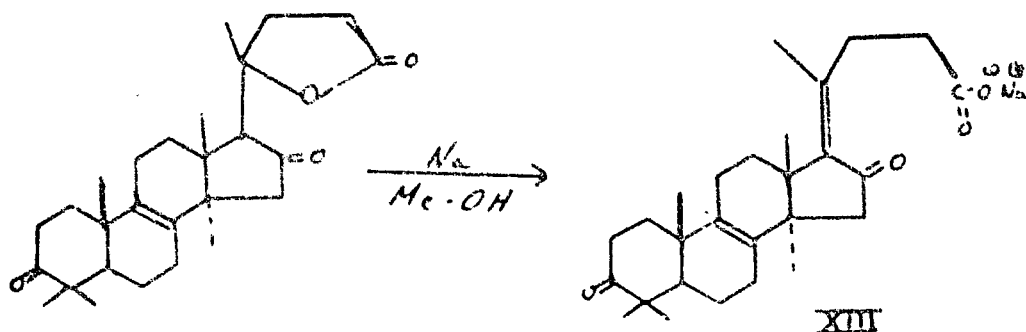
Su espectro de resonancia magnética nuclear (R.M.N.)⁶ nos presenta una señal doble en la región de 0.64 a 0.75 p.p.m. y que corresponde a los protones del ciclopropano; en la región de 1 p.p.m. a 1.2 p.p.m. aparecen cuatro señales simples que corresponden a los cuatro metilos; en 1.5 p.p.m. aparece una señal simple que corresponde al metilo que se encuentra sobre el oxígeno de la lactona.

2) Formación del Ácido.

Para encontrar la posición relativa del carbonilo de la cetona en el anillo D con respecto al cierre de la lactona se trató la Dicotolactona (X) con MeONa.

En estas condiciones era de esperar la apertura del anillo de la lactona sólo si el cierre de ésta se encontraba en C - 16; cualquier otra posición que estuviera no se llevaría a cabo

esta reacción.



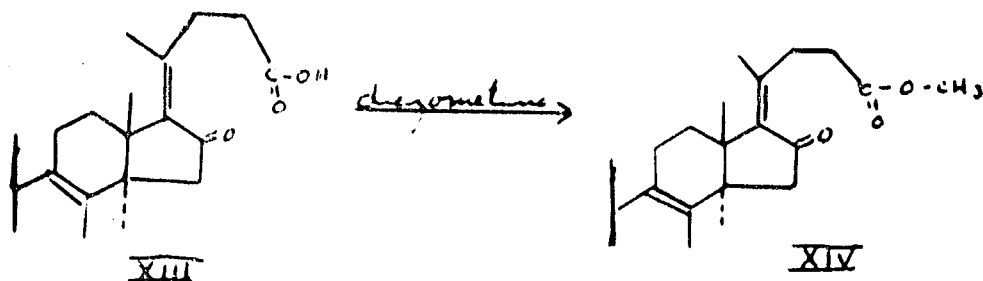
De esta reacción se obtuvo con muy buen rendimiento el Ácido (XIII) con p.f. = 197° - 198°C. Su espectro en el ultravioleta (U.V.)¹ presenta un λ_{max} en 255 m μ ; E = 9468; que concuerda con el calculado para una cetona α - β no saturada con un sustituyente en α y dos en β , su P.M. = 426. En su espectro en el infrarrojo (I.R.)⁶ se observa una señal débil en 3525 cm⁻¹ que corresponde al grupo OH del ácido; una banda muy fuerte en 1715 cm⁻¹ en donde concuerdan los carbonilos de las cetonas con el del ácido, en 1640 cm⁻¹ una banda que corresponde a la doble ligadura olefínica.

Su espectro de resonancia magnética nuclear (R.M.N.)⁷ nos presenta una señal simple en 1.9 p.p.m. que corresponde

al metilo sobre la doble ligadura; en la región de 1 a 1.1 p.p.m. aparecen cuatro señales simples que corresponden a los protones de los cuatro metilos restantes.

3) Formación del Ester

Con el objeto de obtener un derivado del ácido, se llevó a cabo un tratamiento con diazometano del Acido (XIII); obteniéndose el Ester (XIV) con p.f. = 154.8°C. Su espectro en el infrarrojo (U.V.)² nos presenta un λ_{max} en 255 m μ ; E = 8489, correspondiente al cromóforo formado por la cetona α/β no saturada y con un sustituyente en α y dos en β . Al determinar su P.M. por espectrometría de masas, P.M. = 440, se observa que sí se llevó a cabo la formación del ester ya que su peso molecular sobrepasa en 14 unidades al del ácido y dichas unidades corresponden a un grupo $-\text{CH}_2$ presente ahora en la molécula. Su análisis elemental nos indica que su fórmula mínima corresponde a $\text{C}_{26}\text{H}_{40}\text{O}_4$.



En su espectro en el infrarrojo (I.R.)⁷ se observa una banda muy fuerte en 1700 cm^{-1} que corresponde a la cetona que se encuentra en el anillo de cinco miembros, sobrepuesta con la banda que da la cetona en el anillo de seis miembros; en 1730 cm^{-1} aparece una banda que corresponde al carbonilo del éster; en 1625 cm^{-1} aparece otra banda que corresponde a la doble ligadura olefínica.

En su espectro de resonancia magnética nuclear (R.M.N.)⁸ se observa en la región de 1 p.p.m. a 1.2 p.p.m. cuatro señales simples que corresponden a los cuatro metilos; en 1.9 p.p.m. aparece la señal simple correspondiente al metilo vinílico; en 3.6 p.p.m. aparece otra señal simple que corresponde al metilo del éster metílico.

Del análisis de los datos obtenidos y discutidos en el presente trabajo concluimos que la estructura propuesta por nosotros para el treterperno "Incanilina" es acertada; y nos permite proponer para la lactona sequiterpónica "Incanina" la estructura (IX).

C A P I T U L O I I I

Parte Experimental

Estudio Químico del Parthonium Incanum

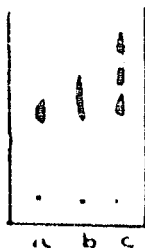
Tres Kg. de planta seca, recolectada en julio de 1968 en Puerto México, Coahuila, (Km. 810 de la carretera México - Saltillo); se sometieron a reflujo con 10 lt. de etanol durante 8 horas. El proceso se repitió dos veces más; se combinaron los extractos etanólicos y se concentró al menor volumen posible. Se agregó una solución de 40 g de acetato de plomo en 3 lt. de agua destilada con el fin de eliminar los componentes poco polares tales como: ceras, clorofila, etc. Se dejó enfriar hasta temperatura ambiente y se extrajo con 2 lt. de cloroformo, repitiéndose la extracción dos veces más. Dicho extracto se secó con sulfato de sodio anhidro, se filtró y se eliminó el cloroformo por destilación. El peso del residuo obtenido fue de 79.5g; el cual se sometió a una cromatografía en columna empleando 1.6kg. de alúmina y disolviendo nuestro residuo en una mezcla de 60% de Hexano 40% Benceno, empezando a eluir la columna con la misma mezcla.

De las fracciones 41 a 61, eluidas con Benceno 80% -Acetato de Etilo 20% se cristalizaron 940 mg. de una sustancia con p.f. 130°C y que fue identificada por p.f. mixto con una muestra auténtica como Anhidro Coronopilina (VIII); además

su espectro en el infrarrojo presenta una banda en 1760 cm^{-1} (γ Lactona); 1665 cm^{-1} (doble ligadura olefinica).

De las fracciones 84 a 89, eluidas con 100% Acetato de Etilo se obtuvo 4.66 g de una sustancia con p.f. 186°C que fue identificada como Coronopilina (V) por p.f. mixto con una muestra auténtica; se le hizo una placa comparativa y se observó la igualdad de sus R.f.; sus espectros de resonancia magnética nuclear resultaron idénticos.

Se le hizo una placa comparativa a las aguas madres de la cristalización de la Anhídrido Coronopilina y se observó:



- a) Sustancias cristalizadas
- b) Aguas madres 1
- c) Aguas madres 2

Se juntaron dichas aguas madres con las fracciones 62 a 64, obteniéndose un residuo total de 3.6 g. que se sometió a una cromatografía en columna, montada con 70 g. de alúmina lavada y se empezó a eluir con una mezcla 1:1 de Hexano-Benceno.

De las fracciones aluidas con 50% Hexano - 50% Benceno y con 100% Benceno se obtuvo 205 mg. de una sustancia con p.f. $-183-84^{\circ}\text{C}$; γ max 3410 cm^{-1} (OH), 1695 cm^{-1} (

Ciclohexanona); que al complementarse con los datos espectroscópicos de la resonancia magnética nuclear, se llegó a la conclusión de que es la Incanilina (I).

Análisis calculado	C = 75.90%	Análisis	C = 76.10%
para $C_{30}H_{50}O_4$	H = 10.62%	Encontrado	H = 10.76%
	O = 13.48%		O = 13.56%

De las fracciones eluidas con Benceno 80% - Acetato de Etilo 20% y 50% Benceno - 50% Acetato de Etilo se obtuvo 210 mg. de una sustancia con p.f. = 146°C; que fue identificada por p.f. mixto con una muestra auténtica como la Ambrosina (IV); se hizo también una placa comparativa y sus R.f. resultaron iguales; su espectro de resonancia magnética nuclear resultó idéntico al de una muestra auténtica.

Se hizo una cromatografía del residuo de 6.2 g. que se obtuvo al juntar las fracciones 12 a 40 de la primera cromatografía; para ésto se montó una columna con 125 g. de alúmina levada y se empezó a eluir con 80% Hexano - 20% Benceno.

De las fracciones eluidas con 80% Hexano - 20% Benceno y 50% Hexano - 50% Benceno se obtuvo 1.2 g. de Anhidro Coronopilina (VIII), lo cual se comprobó por p.f. mixto con una muestra auténtica.

De las fracciones obtenidas al eluir con 1:1 Benceno - Acetato de Etilo se obtuvo 50 mg. de una sustancia con p.f. = 175°C $\checkmark$ max 1765 cm^{-1} (γ -lactona); 1740 cm^{-1} (carbonilo de acetato), 1655 cm^{-1} (metileno exocíclico) y con los

datos del espectro de resonancia magnética nuclear, se propone su estructura como la Incanina (IX).

Análisis calculado	C = 66.65%	Análisis	C = 66.68%
para $C_{17}H_{22}O_5$	H = 7.24%	Encontrado	H = 6.95%
	O = 26.11%		O = 26.34%

Se juntaron las fracciones eluidas con 100% Acetato de Etilo de la primera cromatografía de este Parthenium, obteniéndose un residuo de 2.2 g., el cual se eluyó con una mezcla de 80% Hexano 20% Benceno, sobre una columna montada con 44 g. de alúmina lavada.

De las fracciones eluidas con 100% Acetato de Etilo se obtuvieron 450 mg. de una sustancia con p.f. = 173-180°C que por cristalización subió a 182°C, y que se identificó por p.f. mixto con una muestra auténtica como Coronopilina (V).

Estructura de la Incanilina —

A.- Oxidación de la Incanilina

Se disolvieron 4.5 g. de la Incanilina (I) en 25 ml. de acetona, se enfrió en hielo y luego a temperatura ambiente, se agregó, gota a gota y con agitación, el reactivo de Jones hasta que perduró la coloración café; entonces se le agregaron 5 gotas en exceso del mencionado reactivo; se dejó

reaccionar a temperatura ambiente, durante 20 minutos; luego se evaporó con aire hasta casi sequedad, se le agregó agua y se cristalizó enfriando en hielo. Se filtró y se obtuvieron 1.125 g. de la dicetolactona (XI) con p.f. = 220-21°C. Se cristalizaron las aguas madres y se obtuvo 1.2 g. de Dicetoincanilina (XII) con p.f. = 151-52°C; E-3712, P.M. 470.

Análisis calculado	C = 76.55%	Análisis	C = 76.39%
para $C_{30}H_{46}O_4$	H = 9.85%	Encontrado	H = 9.89%
	O = 13.60%		O = 13.76%

La diceto lactona (XI), se disolvió en cloroformo, se secó, se filtró y se cristalizó de acetona-eter-isopropílico obteniéndose 890 mg. con p.f. = 250°C; su espectro de resonancia magnética nuclear está de acuerdo con la fórmula propuesta por nosotros.

Análisis calculado	C = 76.02%	Análisis	C = 75.88%
para $C_{27}H_{38}O_4$	H = 8.98%	Encontrado	H = 8.86%
	O = 15.00%		O = 15.42%

B.- Formación del Acido

Se disolvieron 890 mg. de la diceto lactona (XI), en 90 ml. de metano y se mezcló con una solución de 900 mg. de sodio, lavada en Hexano, disueltos en 30 ml. de metanol.

La mezcla se puso a reflujo durante 1 hora; se aciduló, luego se concentró un poco, se diluyó con agua y se filtro el

el precipitado; éste se disolvió en cloroformo, se seco con sulfato de sodio anhidro, se filtró y se cristalizó de acetona-Hexano; obteniéndose 705 mg. del ácido (XIII) con p.f. = 195-196°C; $\checkmark$ max 3520 cm^{-1} (grupos OH), 1705 cm^{-1} (grupo carbonilo); 1630 cm^{-1} (doble ligadura olefínica); λ max = 275 $\text{m}\mu$; ϵ = 9968; P.M. = 426.

El espectro de resonancia magnética nuclear también concuerda con nuestra fórmula.

C.- Formación del Ester.

200 mg. del ácido (XIII); se disolvieron en el menor volumen posible de éter se lo agregó unas gotas de una solución de diazometano recién preparada, hasta que perdure la coloración amarilla; luego se deja reaccionar durante media hora y después se lo agregan unas gotas de ácido acético para eliminar el exceso de diazometano. Se concentra la solución y se cristaliza de acetona - Hexano; obteniéndose 185 mg. del Ester (XIV) con p.f. = 154°C; $\checkmark$ max 1740 cm^{-1} (grupo acetato); 1700 cm^{-1} (grupos carbonilos de las cetonas); 1620 cm^{-1} (doble ligadura olefínica); λ max 255 $\text{m}\mu$; ϵ = 8489; P.M. 440. Su espectro de resonancia magnética nuclear concuerda con nuestra fórmula.

Análisis calculado
para $C_{28}H_{40}O_4$

C = 76.32%
H = 9.15%
O = 14.53%

Análisis C = 76.57%
Encontrado H = 9.12%
 O = 14.57%

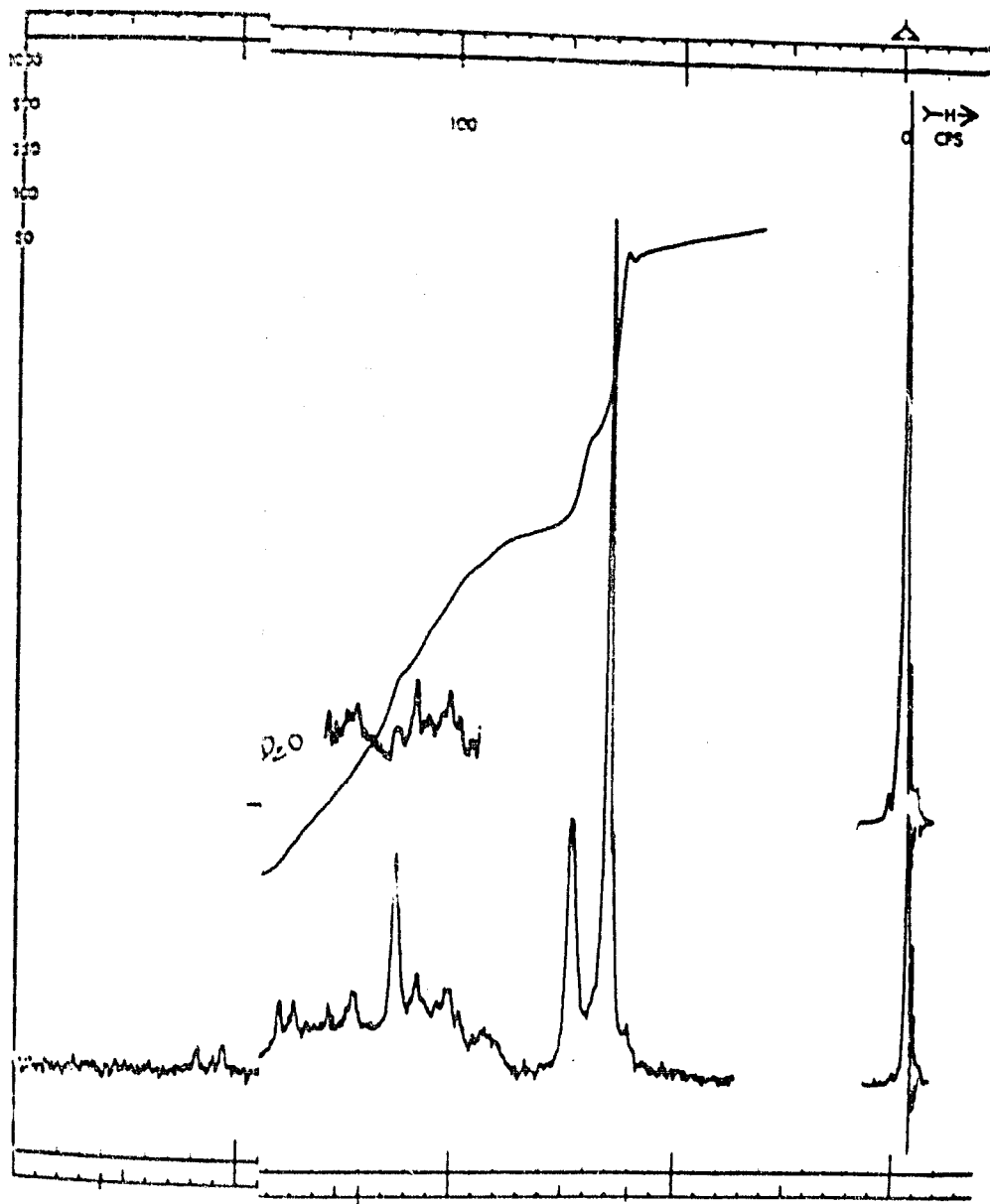
C A P Í T U L O IV

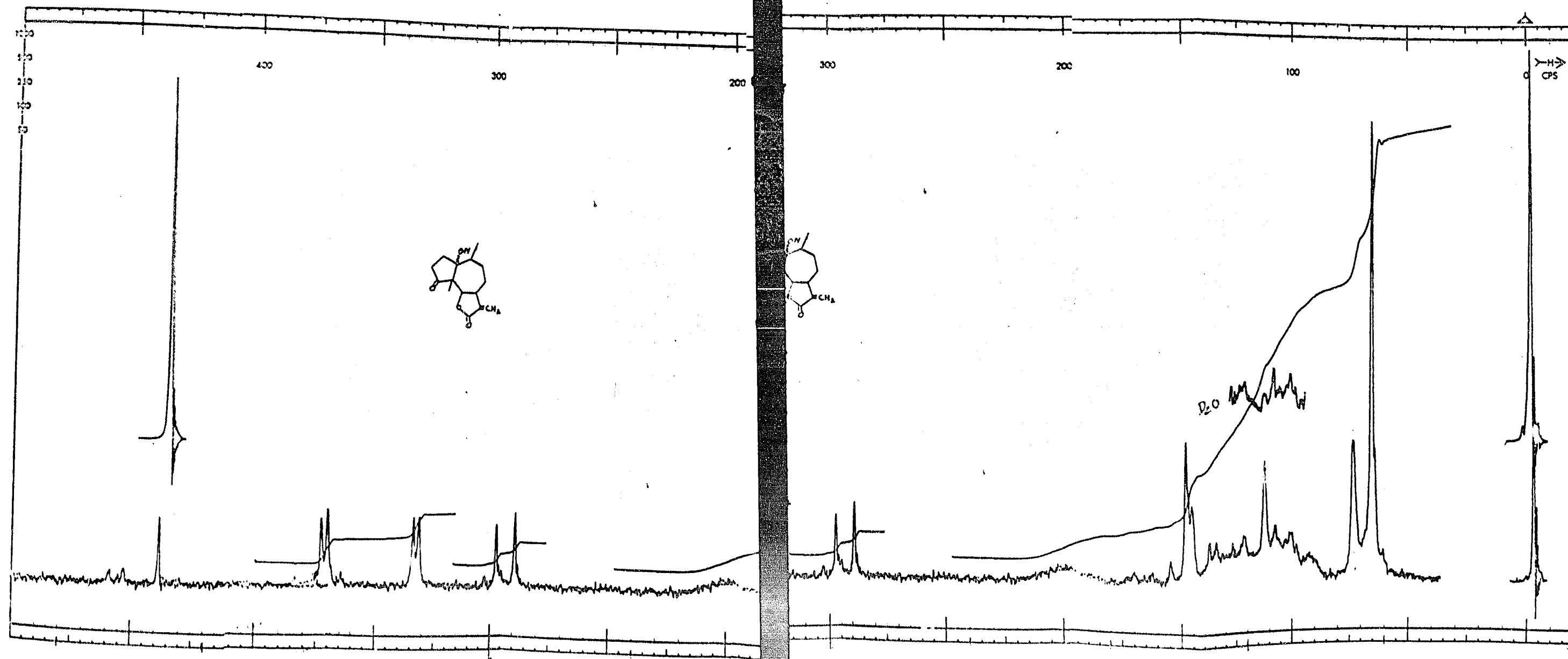
Bibliografía

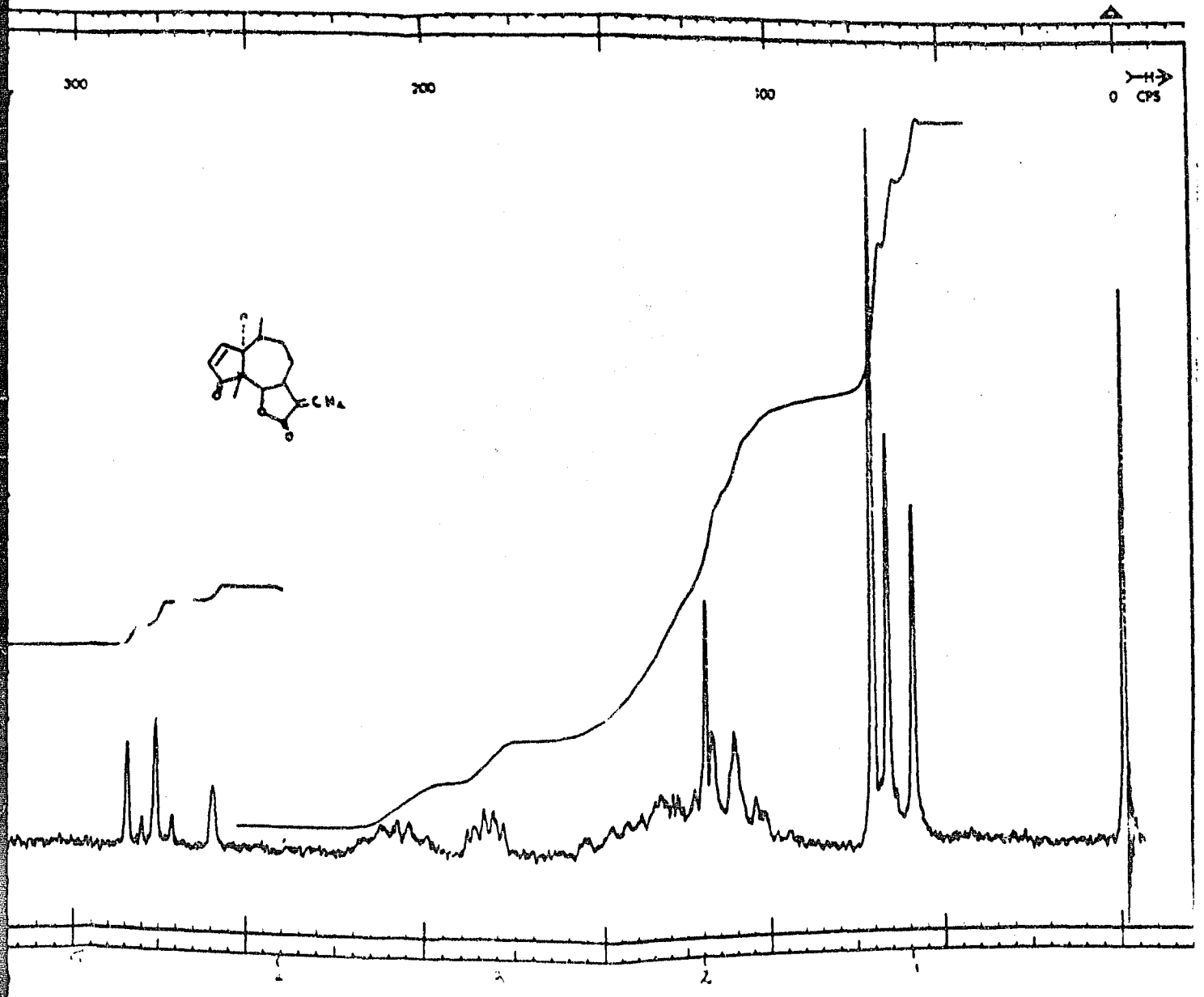
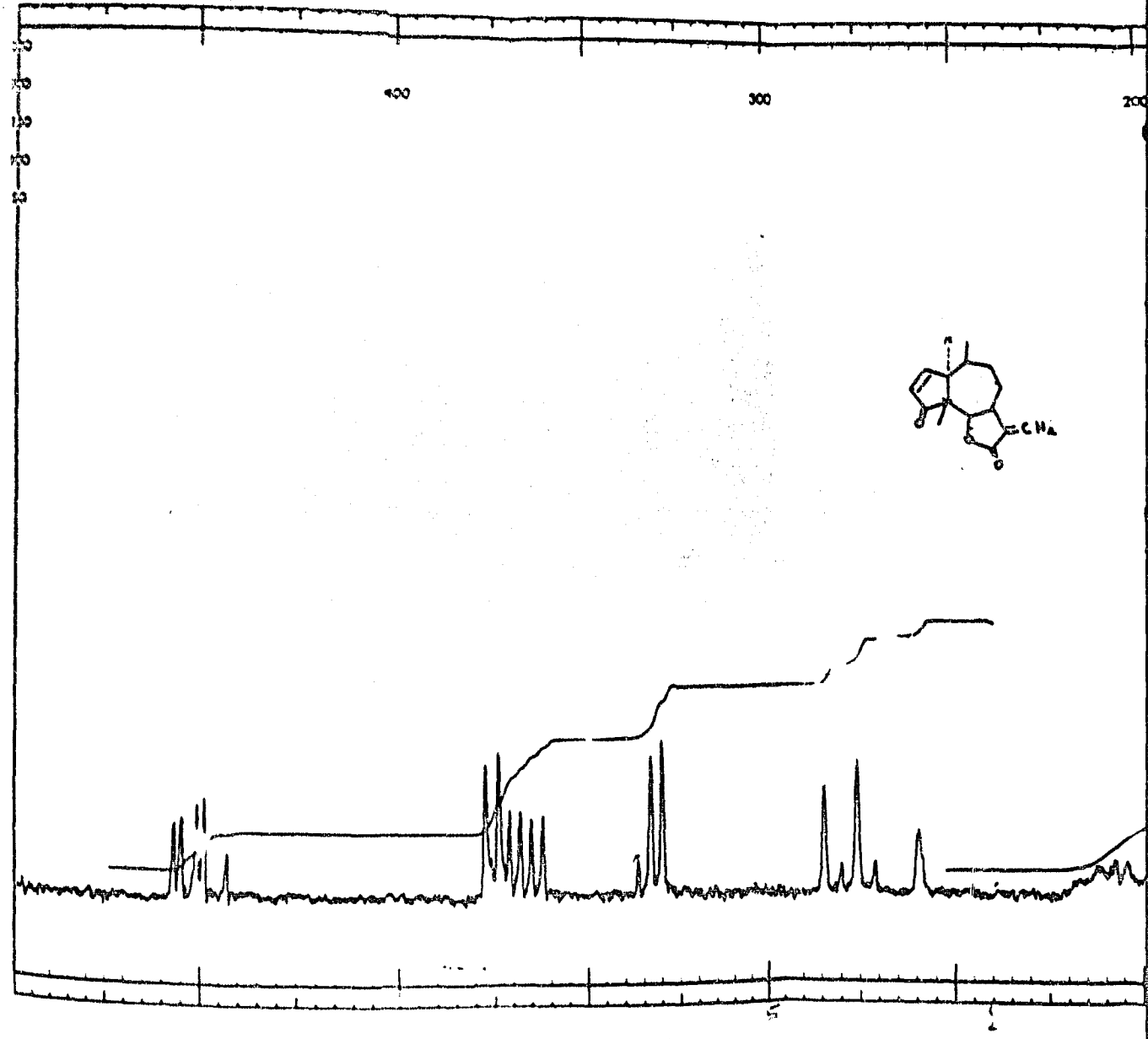
- 1.- A. J. Haegen Smith y C. T. O. Fong
J. Am. Chem. Soc. 70, 2075 (1948)
- 2.- W. Herz, H. Watanabe, M. Mibazaki e Y. Kishida
J. Am. Org. Chem. 84, 2601, (1962)
- 3.- A. Romo de Vivar, A. E. A. Bratoeff y T. Ríos
J. Org. Chem. 31, 673, (1966)
- 4.- W. Herz y G. Hagenauer
J. Org. Chem. 26, 5011, (1961)
- 5.- W. Herz y H. Watanabe
J. Am. Chem. Soc. 81, 6888, (1954)
- 6.- A. Romo de Vivar, L. Rodríguez-Hahn, J. Romo, M. LaMahnikanthan, R. Minigton, J. Kagan y W. Herz.
Tetrahedron, 22, 3279, (1966)
- 7.- A. Romo de Vivar y S. Figueroa
Rev. Soc. Quím. Mex., XI, 147, (1967)

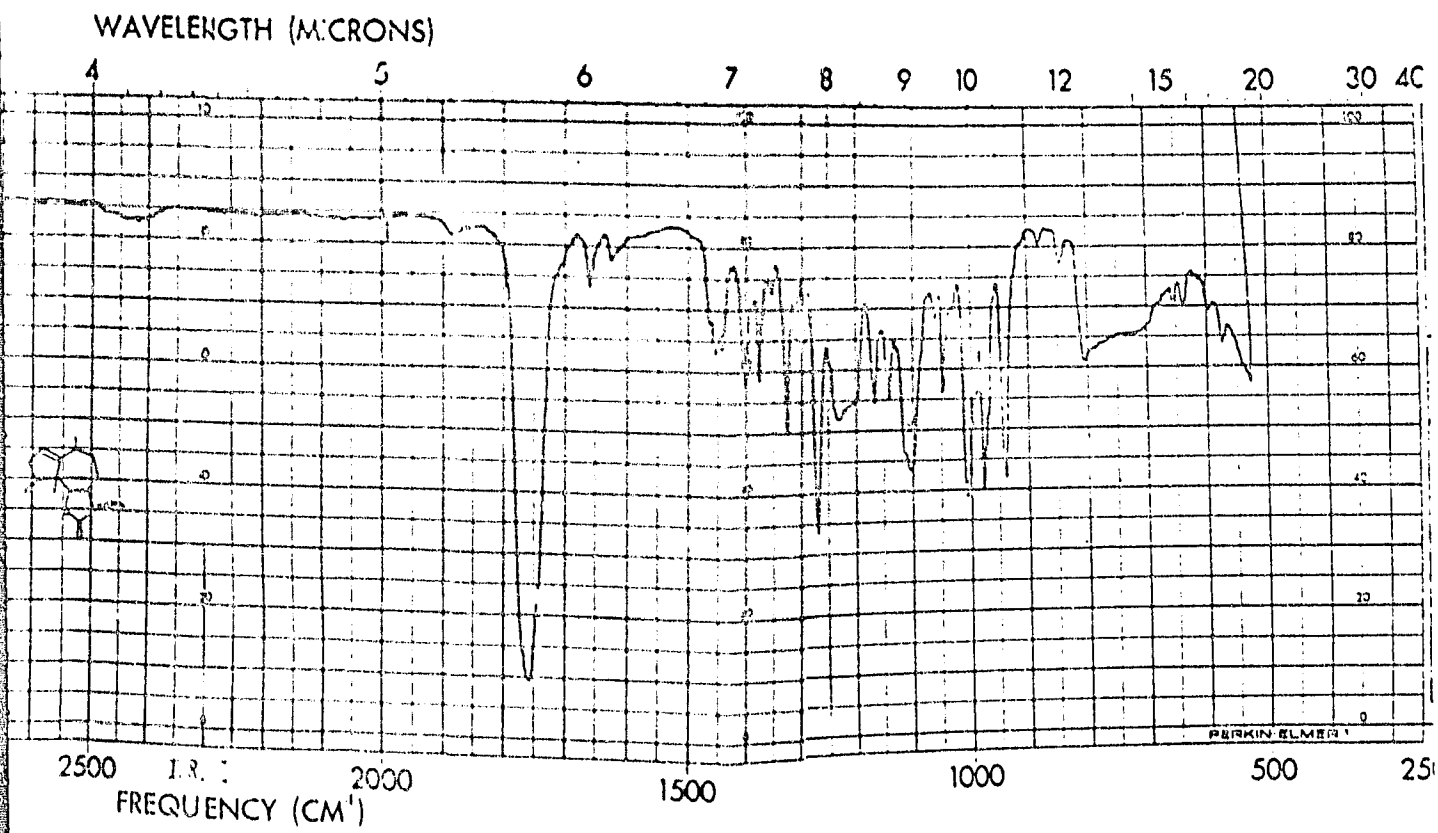
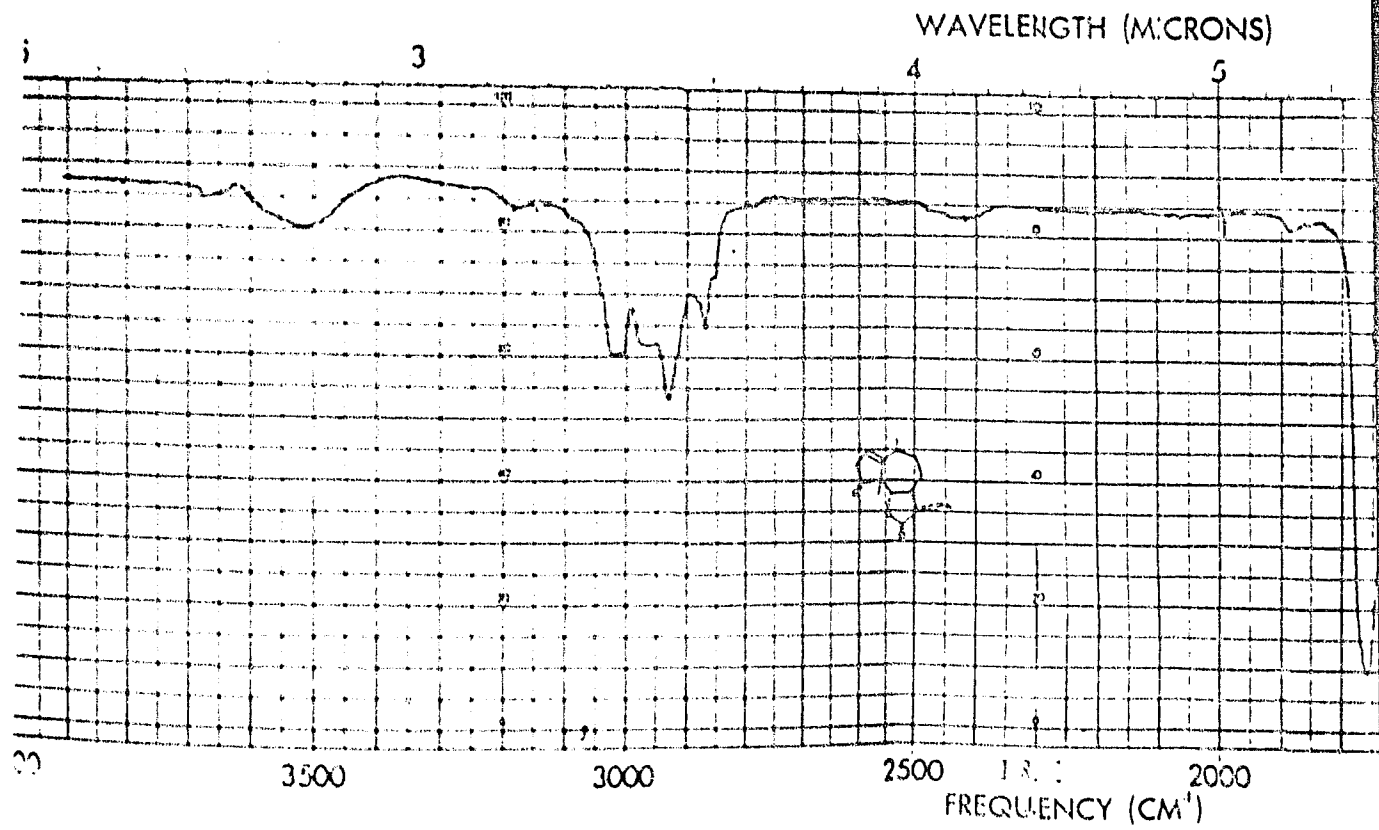
CAPITULO V

ESPECTROSCOPIA

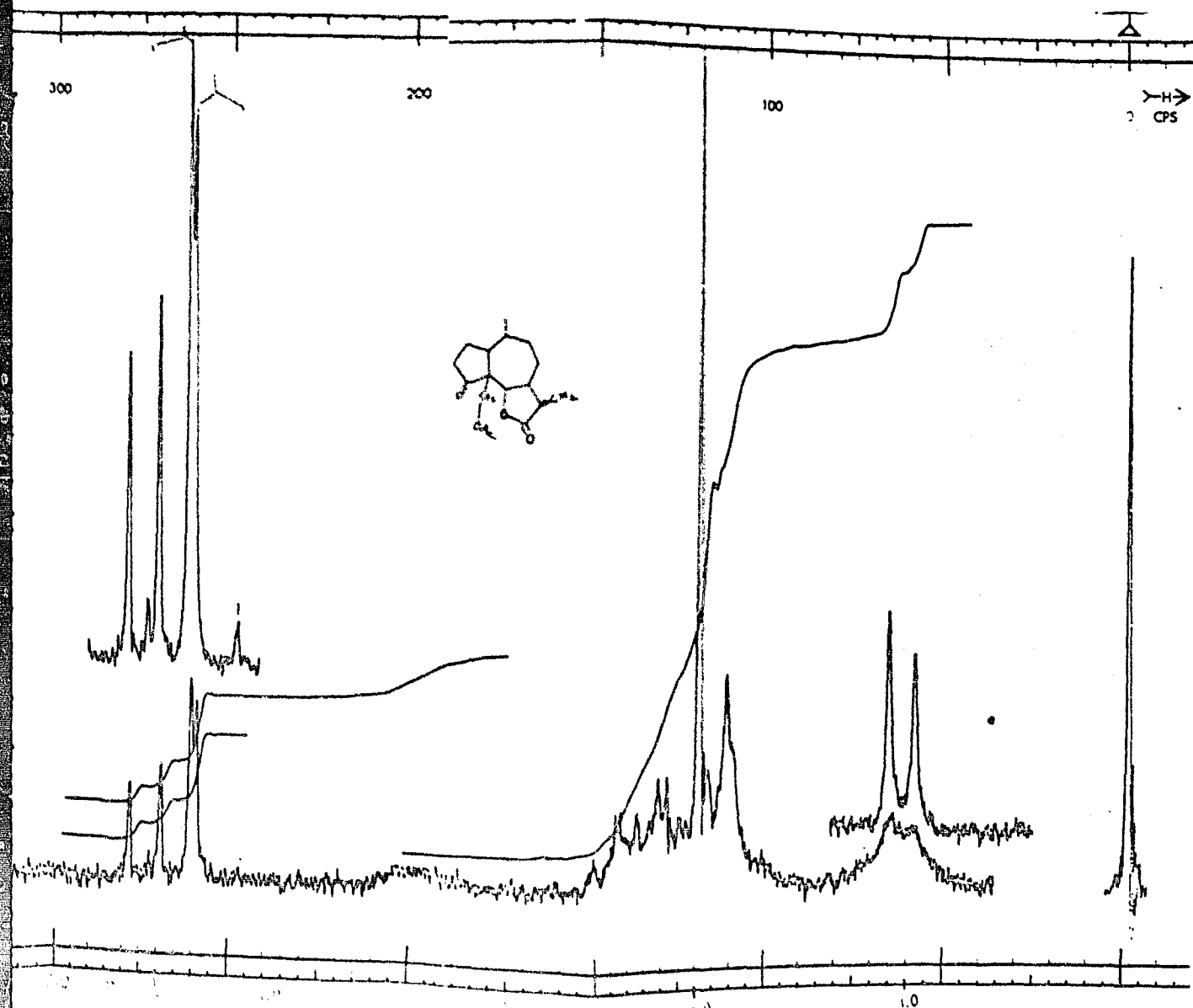
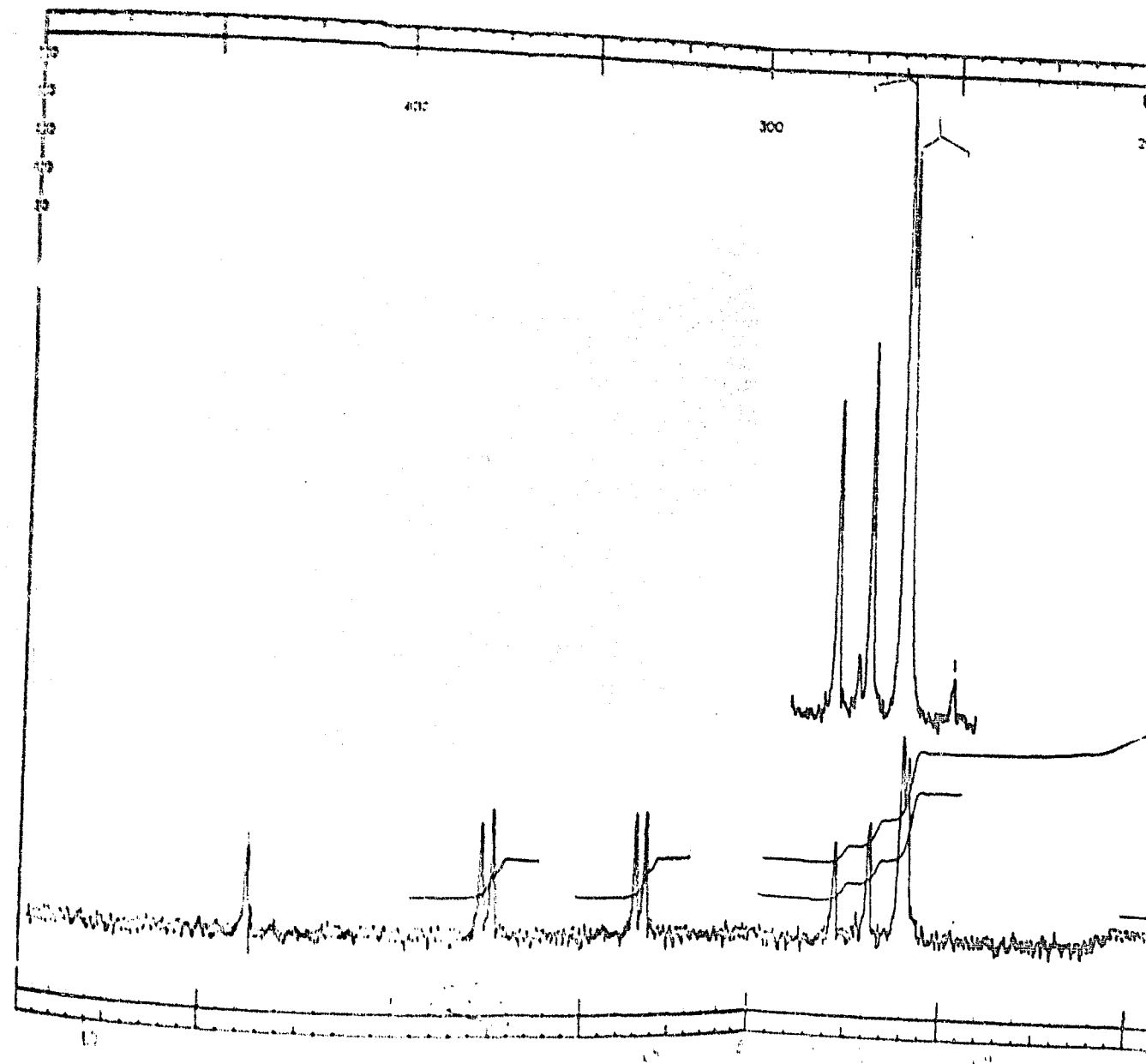


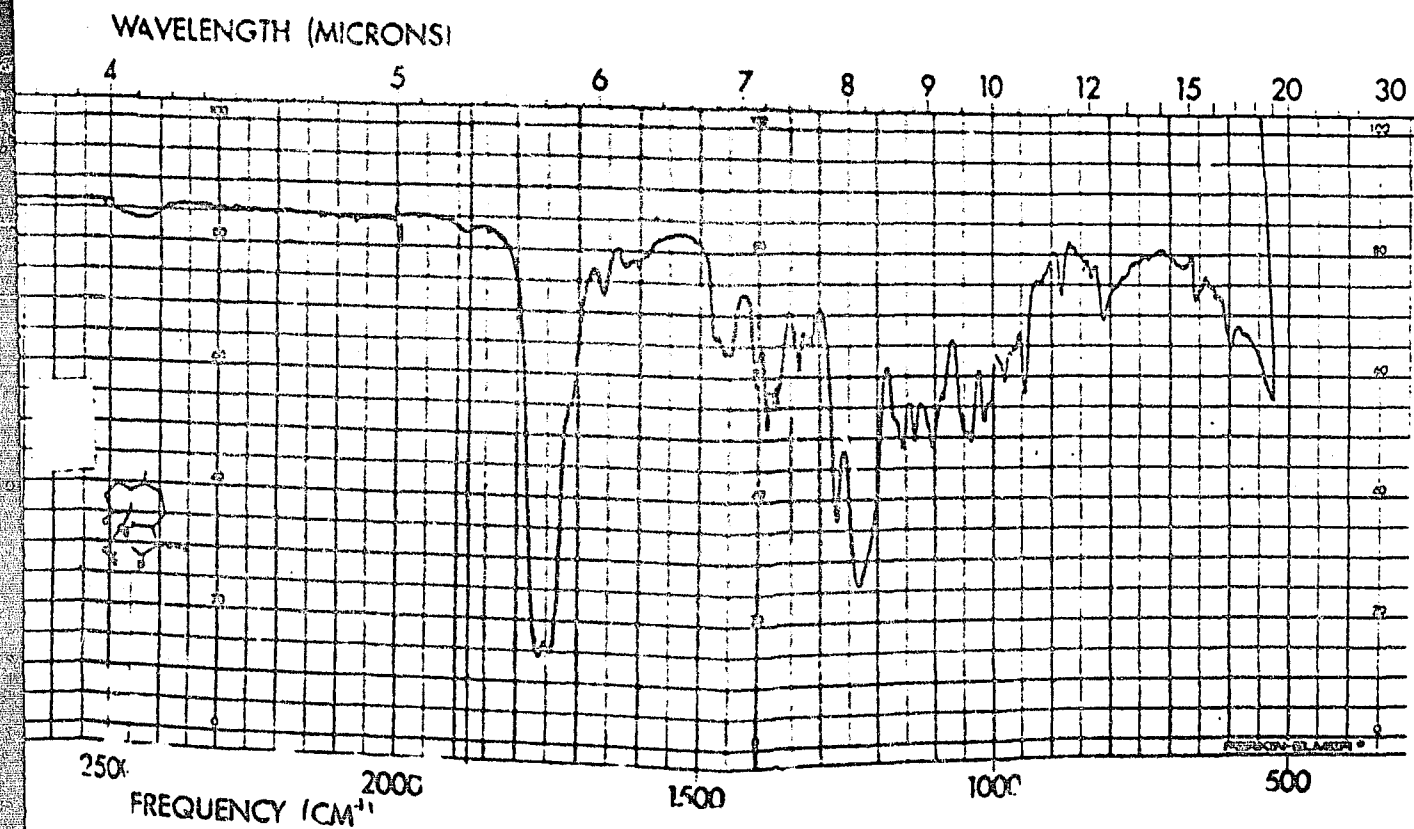
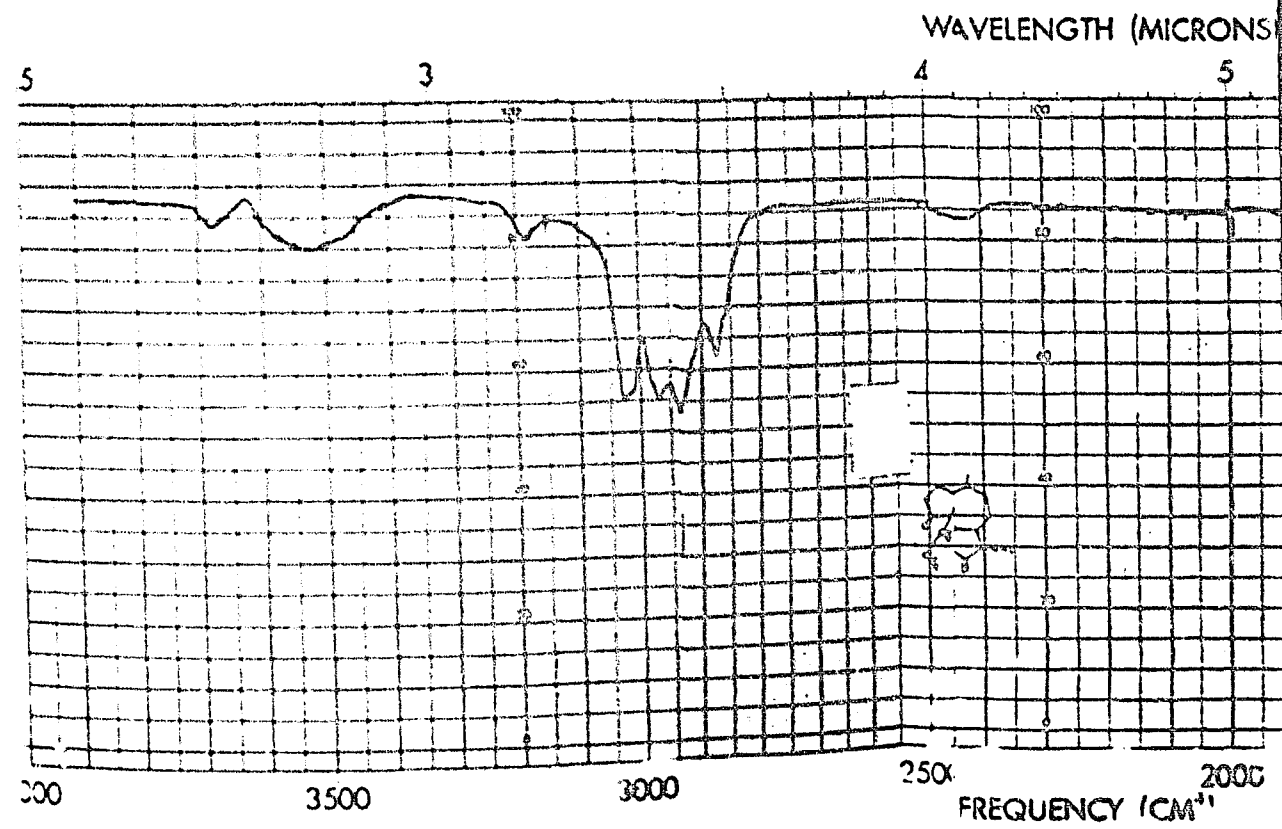


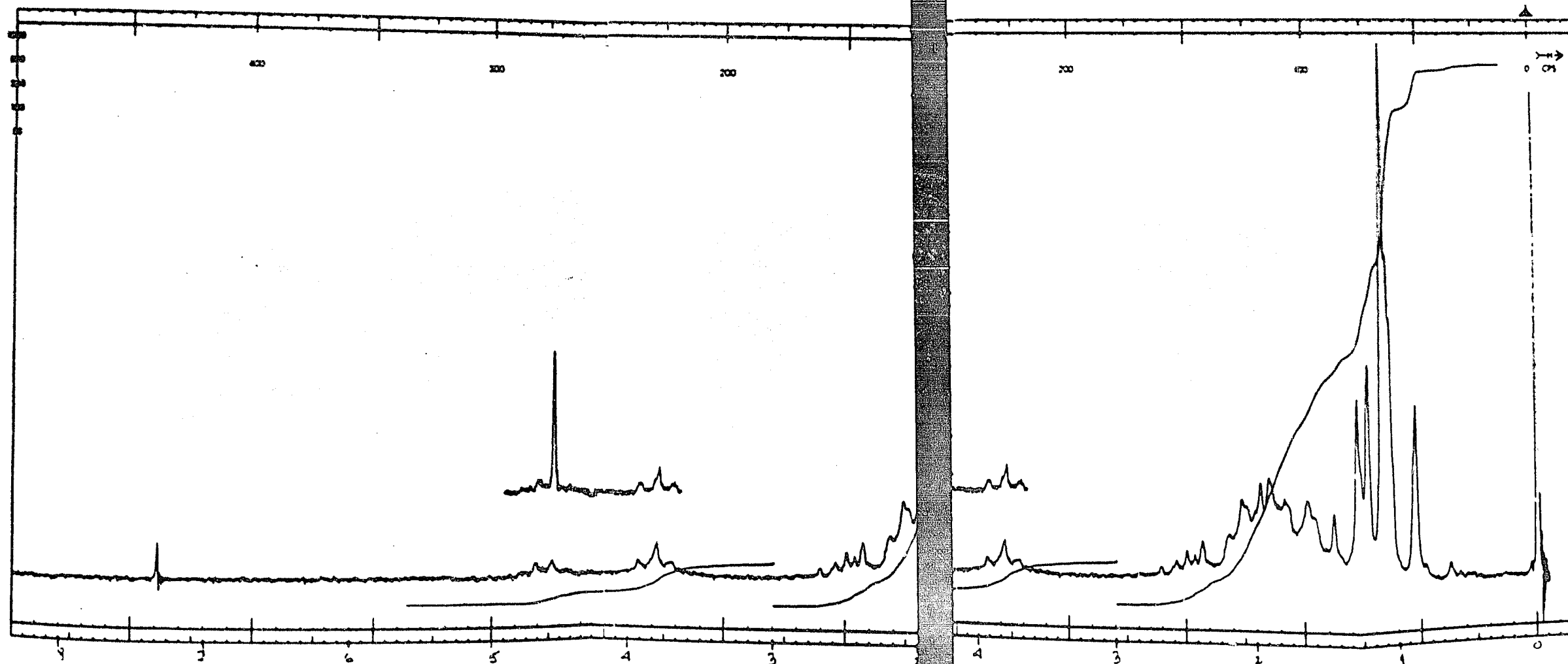




PARKIN-ELMER





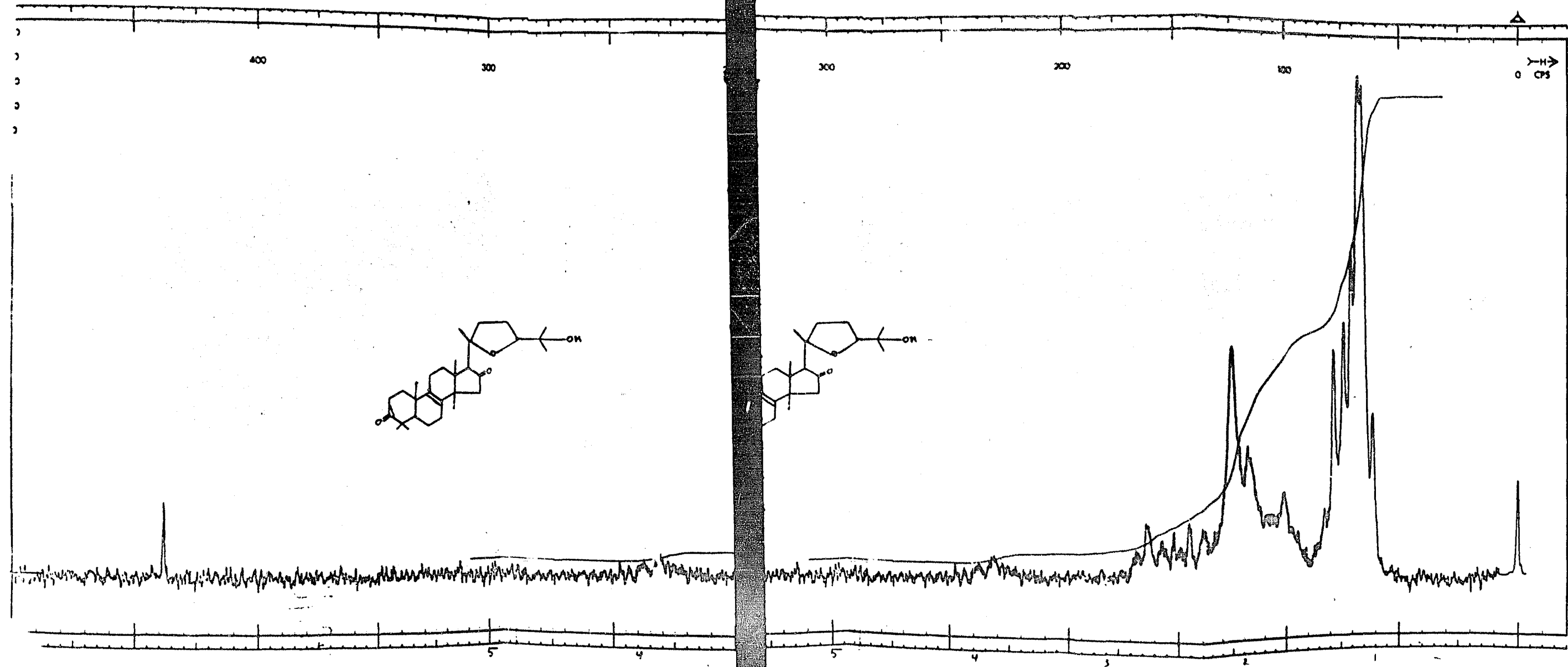


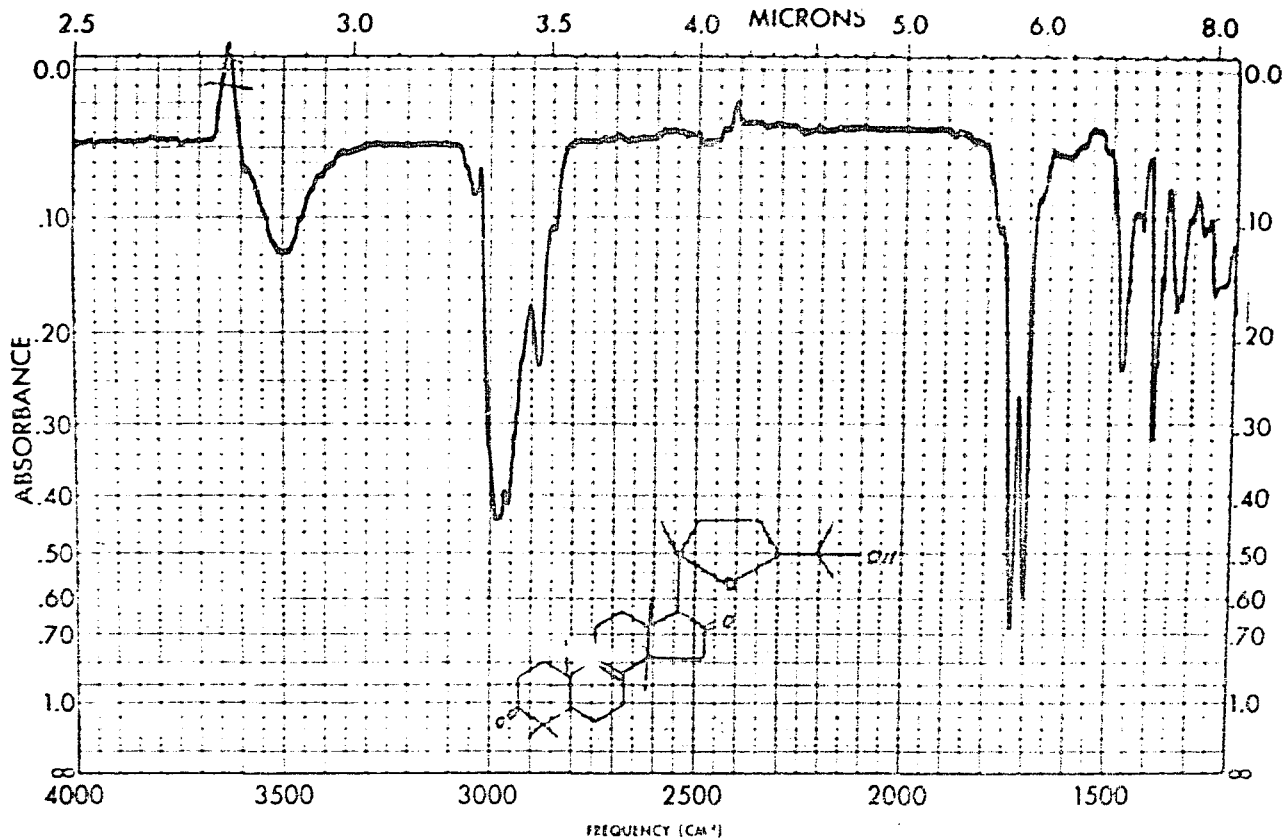
MA-600 SPECTRUM
 SOL. NAME _____
 SPECTRUM NO. 212
 OPERATOR _____ DATE 11/11/64
 SAMPLE _____

SOLVENT	CH ₂ Cl ₂	---	---	---	°C
TEMPERATURE	---	---	---	---	°C
FREQ. RESPONSE	---	---	---	---	cps
S.F. ATTENUATOR	---	---	---	---	dB
SWEEP TIME	---	---	---	---	sec
SWEEP WIDTH	---	---	---	---	cps
SWEEP OFFSET	---	---	---	---	cps
SPECTRUM AMP.	---	---	---	---	---
LOCK SIGNAL	---	---	---	---	---
FIELD MILLIGAUSS	---	---	---	---	gauss
(MAX. OSC. FREQ.)	---	---	---	---	gauss
FIELD MILLIGAUSS	---	---	---	---	gauss
(SWEEP FREQ.)	---	---	---	---	gauss
FIELD SWEEP	---	---	---	---	gauss

VARIAN INSTRUMENTS

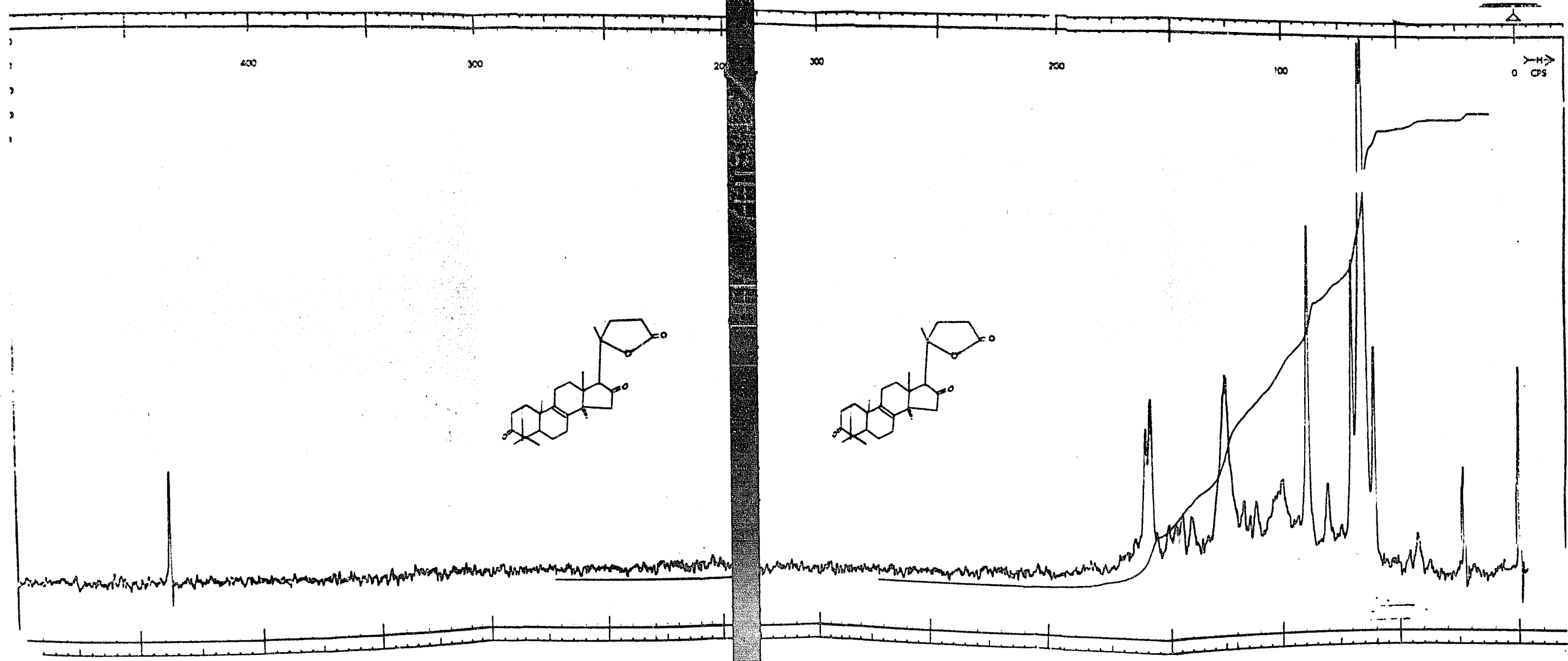
CHART 5-100A

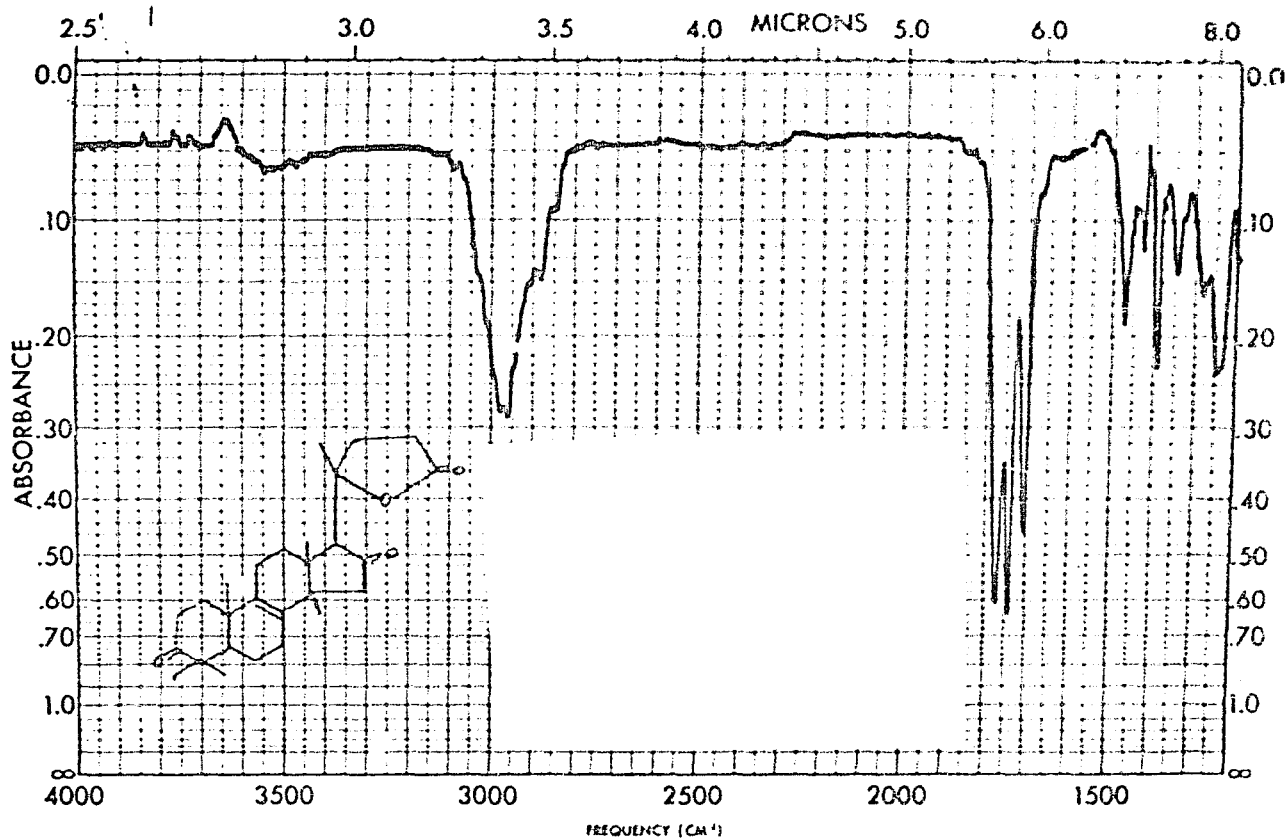




SAMPLE <i>Diethyl succinate</i>	CURVE NO. <i>2454</i>	SCAN SPEED <i>Fast</i>	OPERATOR <i>R. P. Jones</i>
	CONC	SUI <i>P</i>	DATE <i>12-11-57</i>
ORIGIN <i>Univ. of W.</i>	CELL PATH <i>1.0 cm</i>	REMARKS	
SOLVENT <i>CHCl₃</i>	REFERENCE <i>CHCl₃</i>		

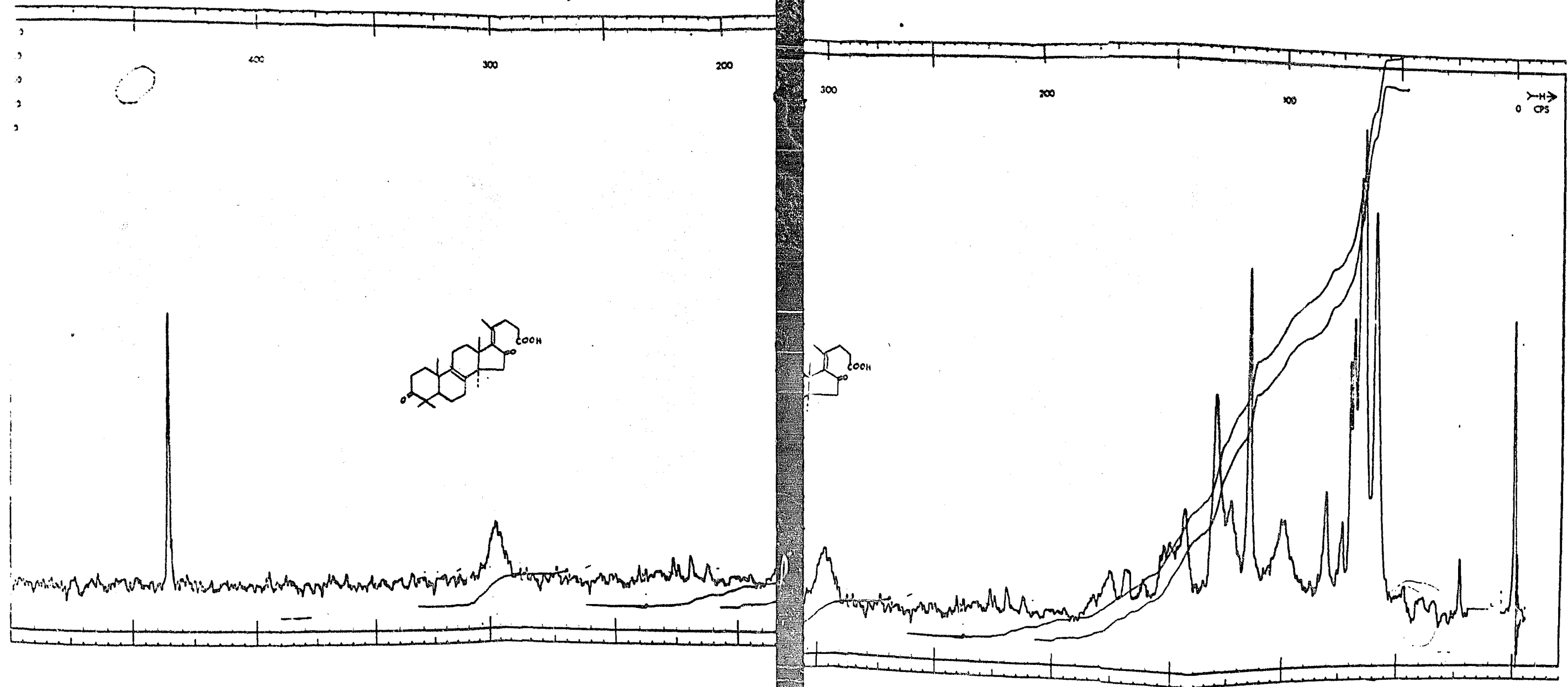
PERKIN-ELMER®

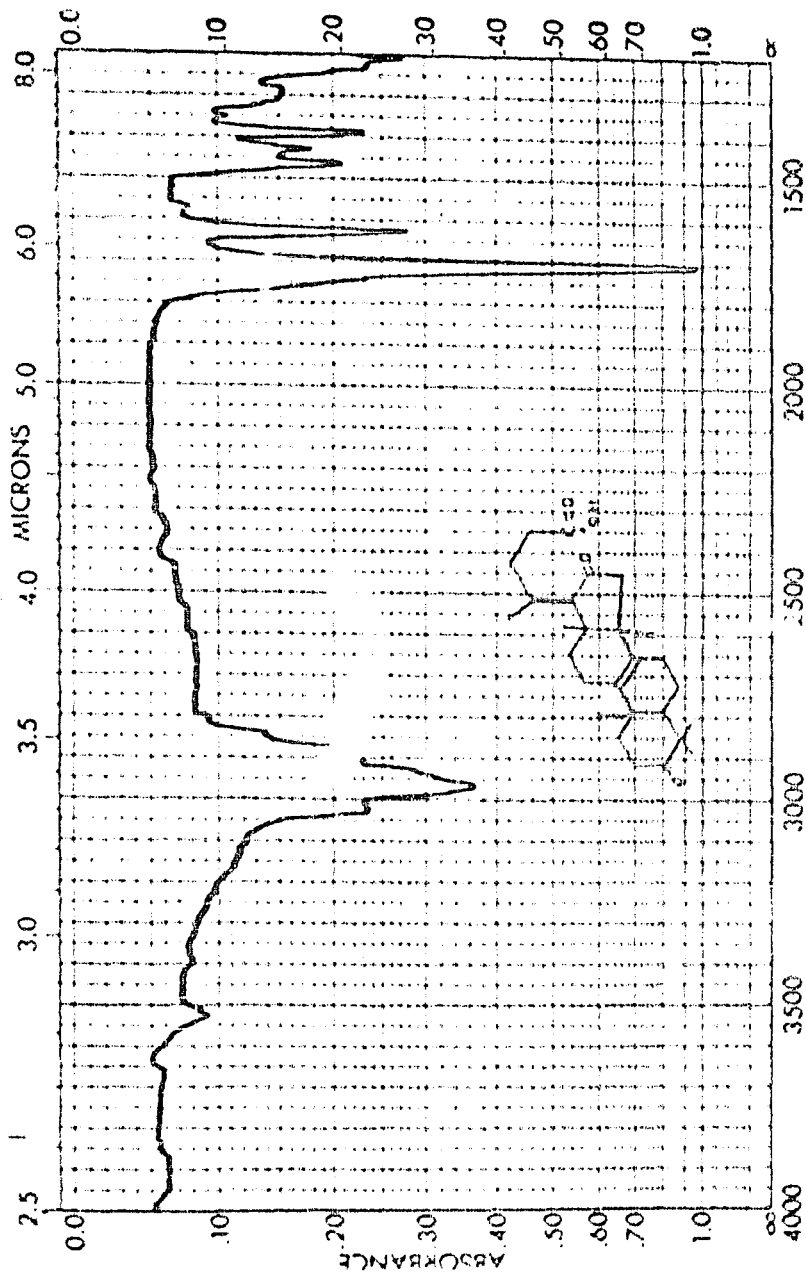




SAMPLE <u>steroid</u>	CURVE NO. <u>5744</u>	SCAN SPEED <u>1000</u>	OPERATOR <u>W. L.</u>
ORIGIN <u>W. L.</u>	CONC _____	SIT <u>1</u>	DATE <u>11-1-60</u>
SOLVENT <u>CCl₄</u>	CELL PATH _____	REMARKS _____	
REFERENCE <u>W. L.</u>			

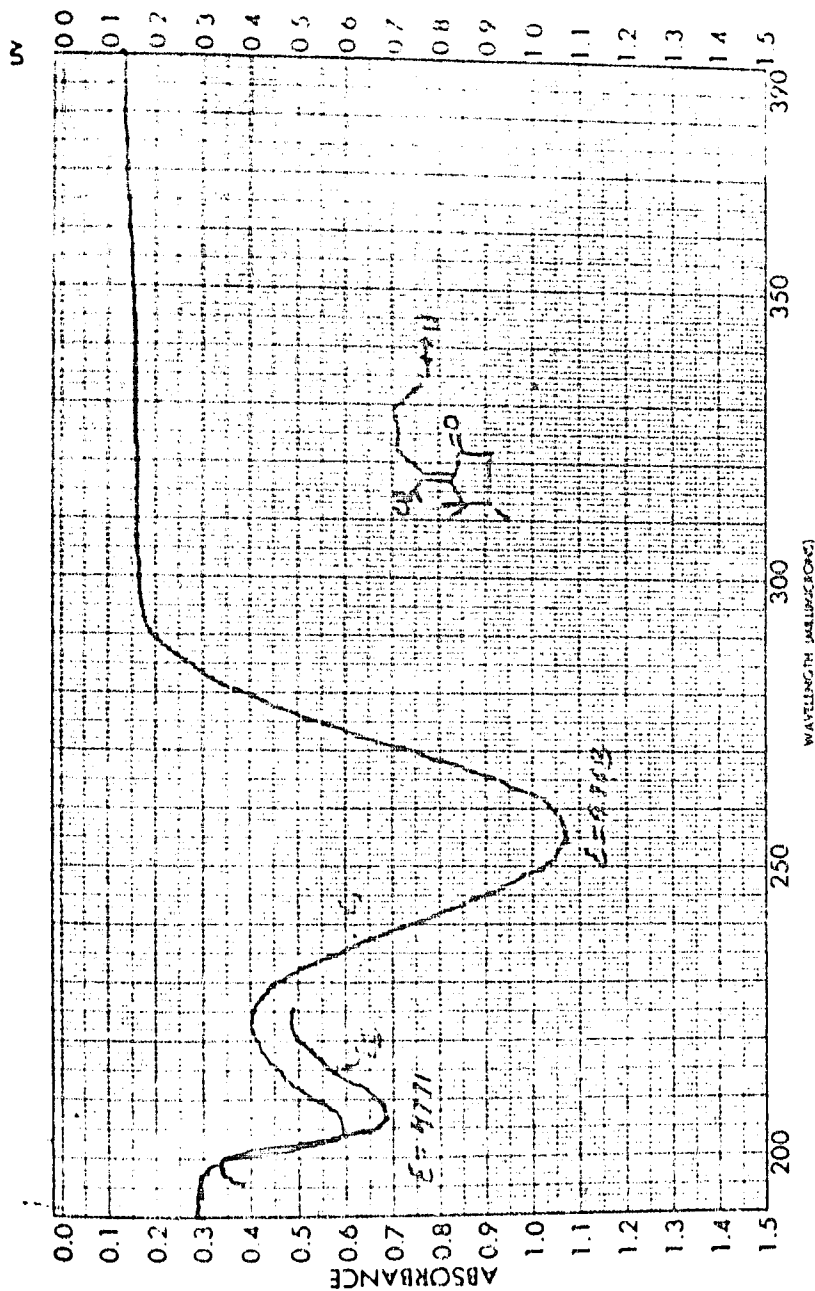
PERKIN ELMER®





PERKIN-ELMER

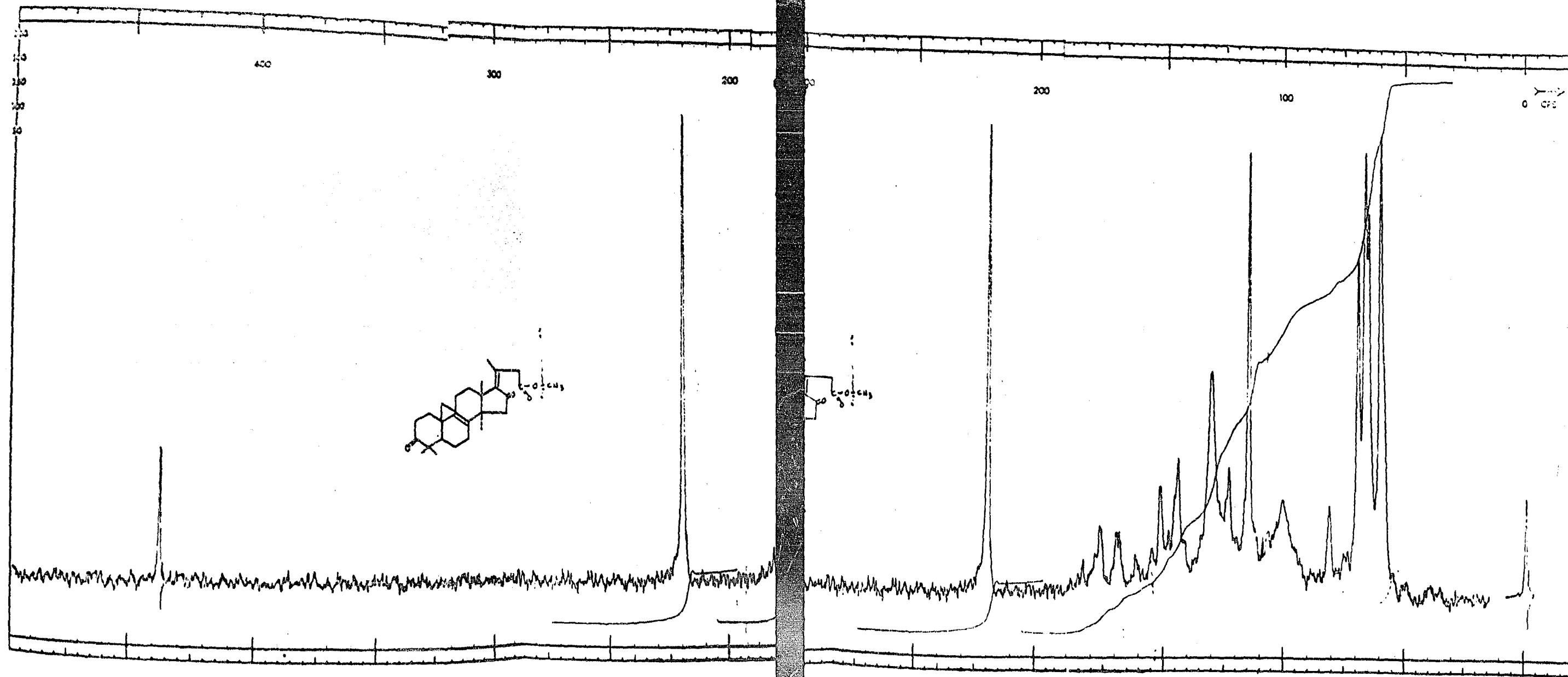
SAMPLE 1000-1000-1000	CURVE NO. 1000	SCAN SPEED 1	OPERATOR J. L. L.
CONC. 1000	CELL PATH 1000	REMARKS	
SOLVENT 1000	REFERENCE 1000		

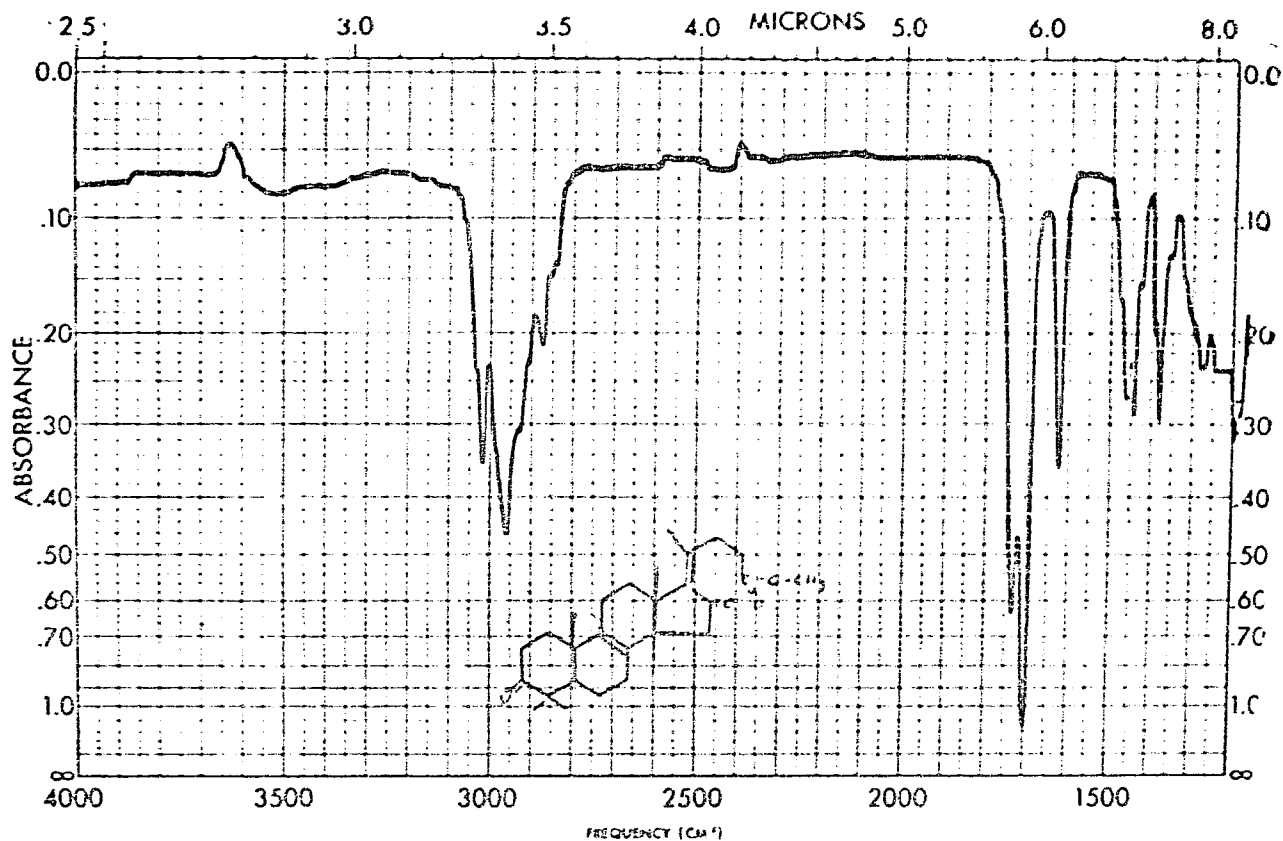


SAMPLE	2M-426	SCANS	100	CURVE NO.	100	SCAN SPEED	100	OPERATOR	MM
CONC.	1.0	WAVELENGTH	200	CONC.	1.0	WAVELENGTH	200	DATE	11/11/71
CELL PATH	1.0	CELL PATH	1.0	CELL PATH	1.0	CELL PATH	1.0	REMARKS	1.0
SOLVENT	1.0	SOLVENT	1.0	SOLVENT	1.0	SOLVENT	1.0	REMARKS	1.0

PERSON-ELMER

0.000000 0.000000

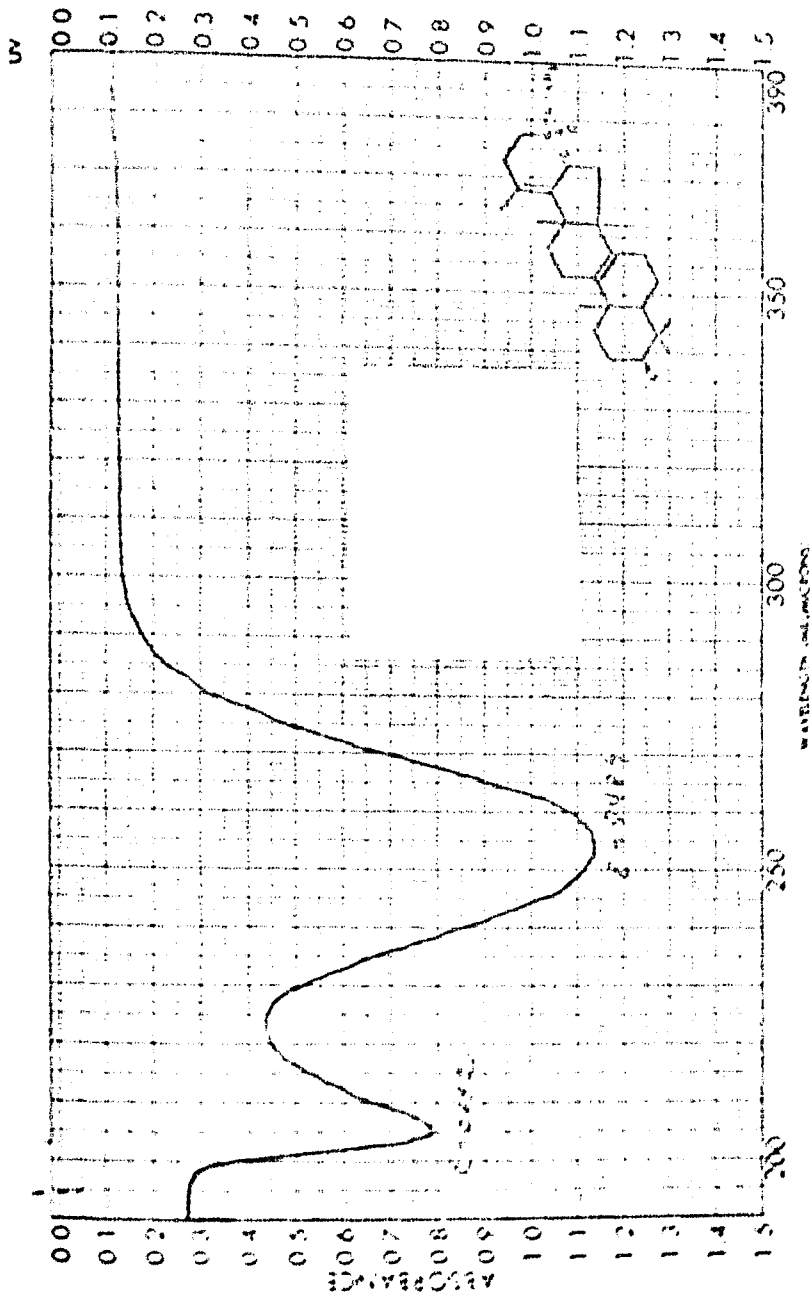




SAMPLE <u>E.C.</u>	CURVE NO. <u>2410</u>	SCAN SPEED <u>Quick</u>	OPERATOR <u>h.p.j.</u>
ORIGIN <u>Wm. B. Ewing</u>	CONC. <u>IR 07</u>	SLIT <u>N</u>	DATE <u>11/1/50</u>
SOLVENT <u>CHCl₃</u>	REFERENCE <u>CHCl₃</u>	REMARKS	

PERKIN-ELMER 521 1007

PERKIN-ELMER®



NAME	DATE	SCAN SPEED	ORBITAL
WAVELENGTH	WAVELENGTH	WAVELENGTH	WAVELENGTH
WAVELENGTH	WAVELENGTH	WAVELENGTH	WAVELENGTH
WAVELENGTH	WAVELENGTH	WAVELENGTH	WAVELENGTH

80000 10000