

81

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE QUIMICA

OBTENCION DE DERIVADOS DEL CICLOPENTANO
A PARTIR DE PARTENINA

T E S I S
Q U E P A R A O B T E N E R
E L T I T U L O D E
Q U I M I C O
P R E S E N T A
P A T R I C I A E S T E L A C O R T E S R O D R I G U E Z



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.

CLAS. Tesis
ADQ. 1975
FECHA 11/78
PROC. 11/78



QUIMICA

Jurado asignado originalmente según el Tema:

Presidente: Dr. Francisco Sánchez Viesca

Vocal: Dr. Tirso Ríos Castillo

Secretario: Dr. Carlos Guerrero Ruíz

1er. Suplente: Dra. Yolanda Caballero

2o. Suplente: Q. Mauro Cruz M.

Sitio donde se desarrollo el Tema: Instituto de Química de la
UNAM

Nombre del Sustentante: Patricia E. Cortés Rodríguez

Nombre del asesor del Tema: Tirso Ríos Castillo:

ESTA TESIS SE LLEVO A CABO EN EL
INSTITUTO DE QUIMICA DE LA UNI - -
VERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE -
MEXICO BAJO LA DIRECCION DEL DR.
LEOVIGILDO QUIJANO Y DEL DR. TIR-
SO RIOS CASTILLO.

A MIS PADRES.

CON AGRADECIMIENTO AL

DR. TIRSO RIOS CASTILLO

Y AL

DR. LEOVIGILDO QUIJANO

POR SU VALIOSA AYUDA.

CONTENIDO

- 1.- INTRODUCCION
- 2.- GENERALIDADES
- 3.- PARTE TEORICA
- 4.- PARTE EXPERIMENTAL
- 5.- CONCLUSIONES
- 6.- BIBLIOGRAFIA

INTRODUCCION

Durante los últimos 50 años, se ha incrementado notablemente el estudio de la fitoquímica, lo cual ha dado como resultado que se hayan encontrado en las plantas varias sustancias que han podido ser utilizadas como productos terapéuticos o como intermediarios para la obtención de sustancias que poseen una actividad fisiológica conocida.

En el presente trabajo, se aisló de la planta "Parthenium hysteroforus L.", conocida vulgarmente como "cicutilla", "confitilla" o "hierba amarga", la lactona sesquiterpénica denominada "partenina" 1, 2.

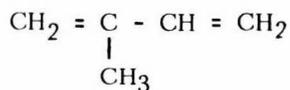
Con la partenina aislada se efectuaron una serie de reacciones para encontrar un método eficiente para degradar el esqueleto de la lactona y obtener derivados del ciclopentano.

GENERALIDADES

TERPENOS

Los terpenos comprenden una serie importante de sustancias que se encuentran en la naturaleza principalmente como constituyentes de las plantas.

Químicamente los terpenos se consideran polímeros del 2 metil 1,3 butadieno, llamado isopreno (C_5H_8).



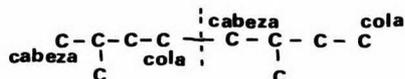
ISOPRENO

Al producto de la unión de dos residuos de isopreno se le llama unidad terpénica y sirve de base para la clasificación de los terpenos, como se observa en el siguiente cuadro:

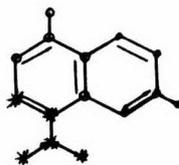
	No. de átomos de carbono	No. de unidades terpénicas
Monoterpenos	C_{10}	1
Sesquiterpenos	C_{15}	1.5
Diterpenos	C_{20}	2
Sesterterpenos	C_{25}	2.5
Triterpenos	C_{30}	3
Tetraterpenos	C_{40}	4
Politerpenos	$(C_5)_n$	$n/2$

De la descomposición térmica de casi todos los terpenos, se obtiene isopreno como uno de los productos; esto llevó a sugerir que la estructura de los terpenos está constituida de unidades de isopreno. Así, la divisibilidad en unidades isoprénicas se aprecia como una condición necesaria que debe ser satisfecha por la estructura de cualquier terpeno.^{3,4.}

Los monoterpenos, sesquiterpenos, diterpenos y sesterterpenos tienen las unidades isoprénicas, unidas cabeza con cola, y, los triterpenos y tetraterpenos están constituidos por dos unidades C_{15} y C_{20} respectivamente unidas por el centro cola con cola como se muestra a continuación. ^{5,6.}



p-CIMENO



CADALENO

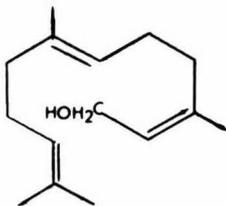
 β - CAROTENO

SESQUITERPENOS

Los sesquiterpenos son compuestos naturales cuyo esqueleto fundamental contiene quince átomos de carbono; pueden ser hidrocarburos, alcoholes, cetonas o lactonas acíclicos o cíclicos, sus esqueletos están formados por la unión de 1.5 unidades terpénicas.

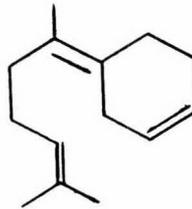
Recientemente se ha comenzado a investigar en detalle la química de los sesquiterpenos; el retraso en su investigación, a pesar de ser constituyentes muy comunes en las plantas, se debió a que en los aceites esenciales (su fuente más común), existen como mezclas muy complicadas y su separación por métodos clásicos no siempre es posible. 7, 8.

Los sesquiterpenos son compuestos que pueden ser acíclicos (1), monocíclicos (2), bicíclicos (3) o tricíclicos (4).



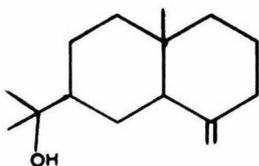
FARNESOL

- 1 -



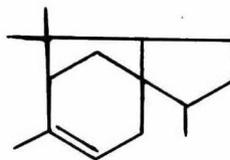
BISABOLENO

- 2 -



EUEDESMOL

- 3 -



CEDRENO

- 4 -

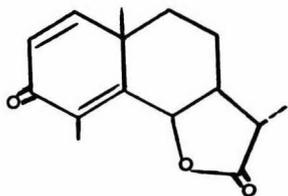
Entre los sesquiterpenos existen una serie de lactonas que pueden clasificarse como sigue: ⁹.

1.- Eudesmanólidos; de los que la santonina (5) y la alantolactona (6) son los ejemplos más antiguos.

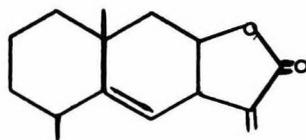
2.- Guaianólidos; entre los que tenemos a la geigerina (7).

3.- Germacranólidos; entre ellos se encuentra la piretrosina (8).

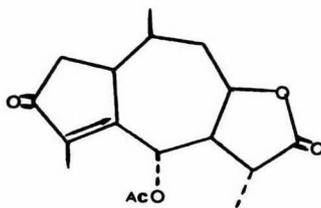
4.- Las lactonas derivadas del drimano; como ejemplo de este grupo tenemos a la iresina (9) .



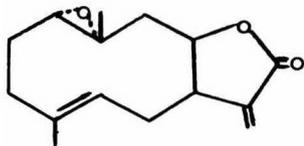
5



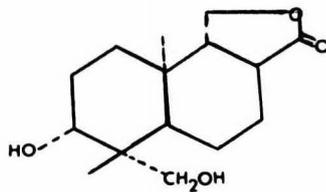
6



7



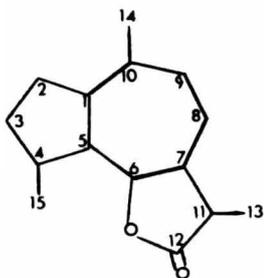
8



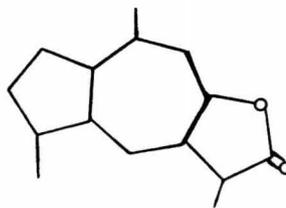
9

GUAIANOLIDOS

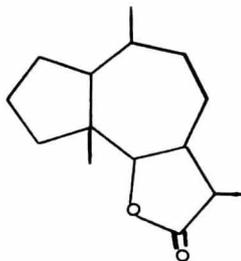
Al grupo de compuestos lactónicos -- derivados del esqueleto fundamental del guaiano (A, B) se -- les ha dado el nombre de guaianólidos; algunas lactonas de este grupo poseen un esqueleto en donde el metilo de C₄ emigra al C₅ del esqueleto del guaiano generando un nuevo tipo de --- compuestos denominados pseudoguaianólidos (C, D).^{10, 11.}



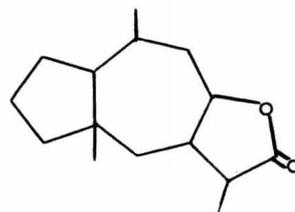
A



B



C



D

Muchas de las lactonas sesquiterpénicas tienen un intenso sabor amargo y son frecuentemente -- los principios activos amargos y posiblemente también, los -- agentes activos fisiológicos de ciertas drogas. Algunas de estas sustancias han probado ser insecticidas, vermífugas, veneno para peces, etc.

PARTE TEORICA

Entre las plantas que pertenecen a -- la familia de las Compuestas se encuentra la llamada " Parthenium hysteroforus L. " ¹, de la cual se aisló la lactona sesquiterpénica denominada " partenina " que se utilizó como materia prima para la realización de este trabajo.

La partenina (I) se aisló del extracto metanólico de la planta como un sólido cristalino con p.f. - 162-165° (descrito: 163-166°) ². Su espectro de RMN presenta las siguientes señales: Doblete en 1.1 ppm (J = 8 Hz) - - asignado al metilo en C₁₀; en 1.28 ppm existe un singlete -- que corresponde al metilo en C₅; al añadir D₂O desaparece la señal que se encuentra en 3.15 ppm; en 5.08 ppm (J = 7 Hz) aparece un doblete que se asigna al protón base de la lactona. Aparece además, un doblete de dobletes en 5.63 ppm y 6.3 -- ppm (J = 3 Hz) asignados a los protones vinílicos del metileno en C₁₁; por último se observa otro doblete de dobletes en 6.18 ppm y 7.68 ppm (J = 6 Hz) correspondientes a los protones vinílicos en C₂ y C₃.

La hidrogenación de la partenina (I) se efectuó utilizando como catalizador Pd/C al 5% obteniéndose (II), este producto llamado dihidroisopartenina es un sólido blanco de p.f. 190-195° (descrito: 200 - 201°) ².

En el espectro de RMN de este producto se aprecia la desaparición de las señales de los protones vinílicos presentes en el espectro anterior y que corresponden a la doble ligadura conjugada localizada en C₂₋₃. También desaparecen las señales en 5.63 ppm y 6.3 ppm correspondientes a los protones de la doble ligadura que emigra de C₁₁₋₁₃ a C₇₋₁₁.

El compuesto II se deshidrató al hacerlo reaccionar con ácido p-toluensulfónico, obteniéndose como producto principal el compuesto IV como un sólido cristalino de p.f. 152-158° (descrito: 154-156°)¹². Su espectro de IR no muestra señal correspondiente al grupo oxidrilo. Su espectro de RMN no presenta cambio en las señales al añadir D₂O, lo que significa que el grupo oxidrilo ya no está presente. Se aprecia además la desaparición del doblete en 1.15 ppm (J = 7 Hz) correspondiente al metilo de C₁₀ y la aparición de una señal en 1.85 ppm que integra para seis protones correspondiente a los dos metilos vinílicos en C₁₀ y C₁₁.

Las aguas madres de la deshidratación se cromatografiaron en placas de gel de sílice, obteniéndose en orden de polaridad de menor a mayor los productos III, IV, V, VI y VII.

El compuesto III es un sólido blanco cristalino de p.f. 152-154° (descrito: p.f. 138°)¹².

En RMN presenta un doblete en 1.15 ppm (J = 8 Hz) correspondiente al metilo en C₁₀. Además - hay una señal en 6.1 ppm que pertenece al protón vinílico de C₂.

De todo esto se deduce que ha habido un cambio en la molécula formándose una doble ligadura en - la posición C₁₋₂ como consecuencia de la pérdida del alcohol.

El producto V (no descrito) fué -- aislado en forma de cristales blancos de p.f. 175-177°. Su - espectro en el UV presenta λ máx. de 224 (ϵ , 15427). - Su espectro en el IR presenta bandas en 1750 cm⁻¹ corres-- pondiente a una γ -lactona α,β -insaturada, en 1675 cm⁻¹ - (doble ligadura). No se aprecia banda para alcoholes. Su - espectro de masas muestra un ión molecular (M⁺ de m/e - 246) congruente con la fórmula C₁₅ H₁₇ O₃. En RMN pre-- senta la aparición de una señal múltiple en 6.2 ppm debida- al protón en C₉.

De lo anterior se deduce que el -- compuesto no contiene el grupo alcohólico y que presenta la aparición de una doble ligadura en C₉₋₁₀. La estructura da- da concuerda con todos estos datos y con el peso molecular ob

tenido por espectrometría de masas.

El producto VI (hasta ahora no descrito) se obtuvo como un sólido blanco cristalino de p.f. --- 144-147°. En el UV presenta dos bandas de absorción debidas a los carbonilos conjugados presentes en la molécula. Al grupo que se encuentra en el anillo de la lactona se le asigna λ máx. de 223 (ϵ , 10425); el otro cromóforo, localizado en el anillo de cinco miembros presenta una λ máx. de 300 (ϵ , 9371). En el IR presenta bandas en 1775 cm^{-1} y 1710 cm^{-1} debidas a la γ -lactona α,β -insaturada y a la cetona conjugada de cinco miembros; en 1665 cm^{-1} y 1600 cm^{-1} hay señales correspondientes a dobles ligaduras. La fórmula $\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{O}_3$ está de acuerdo con los datos obtenidos por espectrometría de masas (M^+ de m/e 246). En el espectro de RMN se observa la señal doble en 1.27 ppm ($J = 6 \text{ Hz}$) asignada al metilo en C_{10} ; en 6.27 ppm y 7.7 ppm aparecen señales correspondientes a los protones vinílicos de la doble ligadura conjugada con la cetona en C_4 , como dos dobletes por interacción con el protón en C_1 .

Por los datos anteriores se aprecia que el compuesto posee una doble ligadura conjugada que debe estar localizada en C_{2-3} , además de la doble ligadura conjugada de la lactona.

El producto VII es un sólido blanco - de p.f. 216-218° (descrito: p.f. 216-218°)¹².

En el espectro de RMN de este compuesto se observa un singulete en 2.78 ppm debido al protón - del alcohol que se localiza en C₁. Además, se presentan dos - señales (dobletes) en 6.47 ppm (J = 6 Hz) y 7.44 ppm - - - - - (J = 6 Hz) correspondiente a los protones vinílicos que se - encuentran en C₂ y C₃.

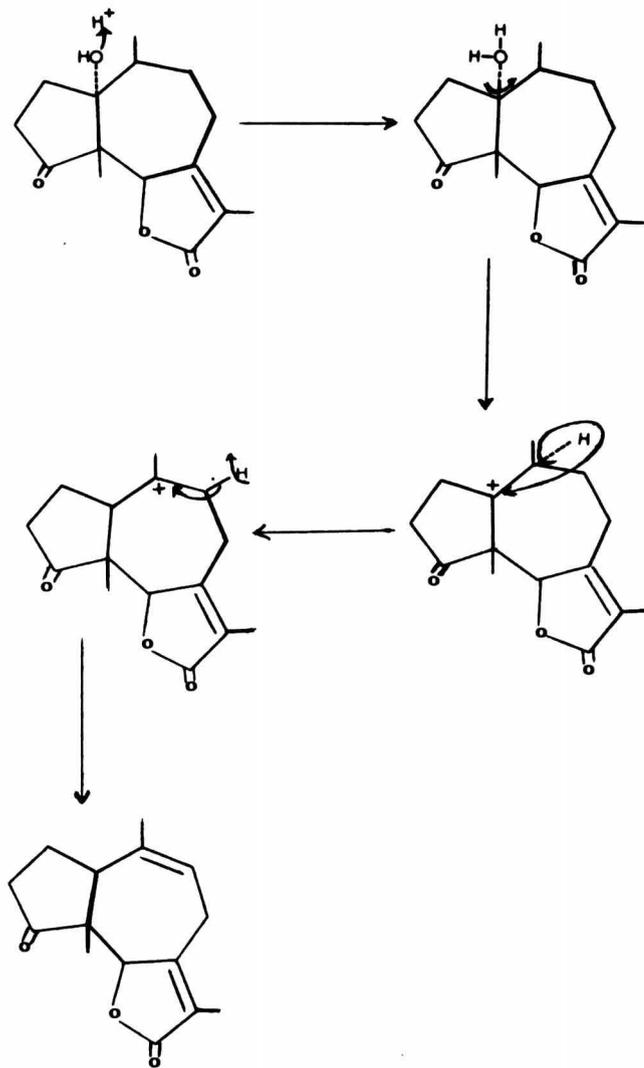
Debido a lo antes dicho se concluye - que la molécula presenta un grupo alcohólico en C₁ y una do - ble ligadura en C₂₋₃.

La formación de los productos V y - VI puede explicarse mediante la formación de iones carbonio - con la consiguiente transferencia de hidruro y la formación - de la doble ligadura, ya sea en la posición C₁₋₁₀ o en C₂₋₃ como se muestra en el esquema 1.

La aparición del compuesto VII pa - rece deberse a que durante la hidrogenación de la partenina - hay formación de este producto, el cual no es detectado por - encontrarse en cantidades mínimas.

El producto IV se epoxidó utilizando ácido m-cloroperbenzónico. Se obtuvo principalmente el com - puesto VIII en forma de cristales blancos con p.f. 122-124°. El espectro en el UV presente una λ máx. de 219 (ϵ , 19283).

ESQUEMA 1



En el IR presenta bandas en 1775 cm^{-1} (γ -lactona α,β -insaturada) y en 1675 cm^{-1} banda de doble ligadura. Su espectro de masas muestra ión molecular m/e 262, congruente con la fórmula $C_{15}H_{17}O_4$.

De las aguas madres de VIII (1.9 g) se obtuvo IX (en muy pequeña cantidad) como un sólido cristalino de p.f. $191-193^\circ$. Tiene λ máx. de 222 (ϵ , 10742). En el IR presenta bandas en 1775 cm^{-1} y 1675 cm^{-1} correspondientes a γ -lactona α,β insaturada y a doble ligadura respectivamente.

La determinación de que los productos VIII y IX sean los epóxido α y β respectivamente, se obtuvo mediante RMN, ya que ambos espectros presentan las mismas señales, pero éstas se encuentran desplazadas en uno con respecto al otro. (cuadro A).

	C ₅ -Me	C ₁₀ -Me	C ₁₁ -Me	H ₆
VIII	0.93ppm	1.43ppm	1.82ppm	4.85ppm
IX	1.26ppm	1.52ppm	1.85ppm	4.95ppm

CUADRO A

Se puede pensar que el producto - VIII se obtiene debido a que el metilo angular es β en el compuesto

IV y el ataque a la molécula se realiza preferentemente por la parte de atrás para dar el epóxido. α

De las aguas madres de VIII se obtuvieron además trazas de otros epóxidos, entre los que se logró identificar el producto X por comparación con el espectro del epóxido preparado de manera similar a partir del compuesto V.

El compuesto X es un producto cristalino con p.f. 180-184°. En UV presenta λ máx. de 218 (ϵ , 11921). Su espectro en el IR presenta bandas en 1760 cm^{-1} y 1680 cm^{-1} correspondientes a una γ -lactona α,β -insaturada y a doble ligadura, respectivamente. En el espectro de RMN se observa un multiplete en 3.22 ppm asignado al protón en C₉; esto indica que el epóxido se encuentra en C₉₋₁₀.

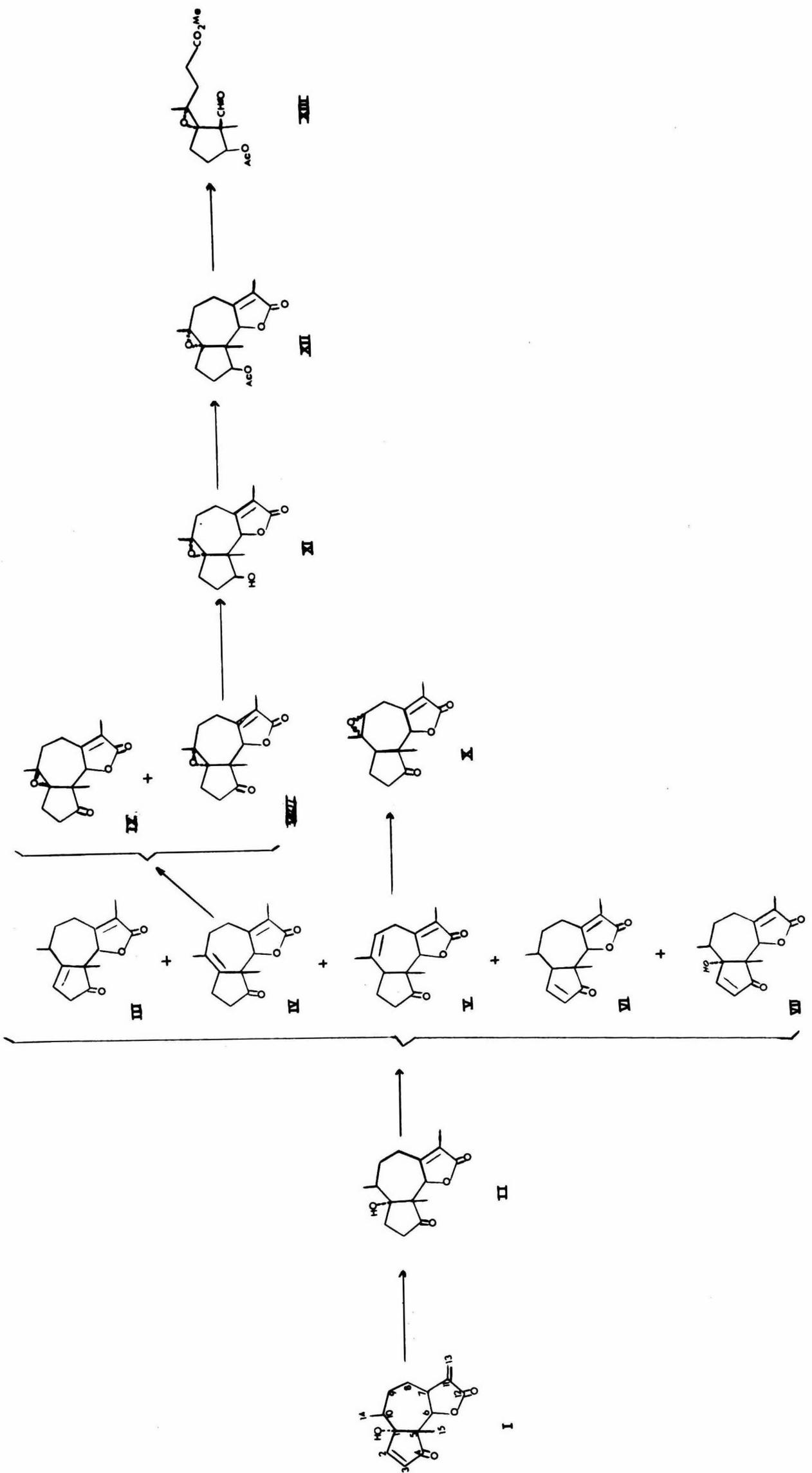
El producto VIII se redujo con NaBH₄ dando el compuesto XI que es un sólido cristalino de p.f. 136-139°. En el UV presenta λ máx. de 219 (ϵ , 23100). En IR se observan bandas en 3590 cm^{-1} (grupo oxidrilo) y en 1745 cm^{-1} y 1670 cm^{-1} (γ -lactona α,β -insaturada y doble ligadura respectivamente). El espectro de RMN presenta una señal en 2.6 ppm que desaparece al añadir D₂O, la cual corresponde al alcohol; en 4.55 ppm existen señales asignadas al protón en C₄ base del grupo OH.

Con todos los datos anteriores se dedujo que el producto tenía en su estructura un grupo alcohólico en C₄.

El compuesto XI se acetiló con anhídrido acético y piridina obteniéndose el acetato XII que es un sólido cristalino de p.f. 104-108°. Su espectro en el UV presenta una λ máx. de 236 (ϵ , 10800). En el IR hay bandas de absorción en 1750 cm⁻¹ (γ -lactona α, β -insaturada) y en 1675 cm⁻¹ (doble ligadura). En su espectro de RMN aparece una banda en 2.15 ppm debida al grupo metilo del acetato; en 5.65 ppm hay señales correspondientes al protón en C₄ base del acetato.

El producto XII se ozonolizó pasándole una corriente de ozono durante dos horas; entre los productos de la ozonólisis se aisló un producto sólido cristalino de color blanco con p.f. 104-107°. En UV presenta una λ máx. de 225 (ϵ , 1501). En el IR presenta bandas de absorción en 1720 cm⁻¹ y 1740 cm⁻¹ correspondientes a carbonilos. Su espectro de RMN presenta en 1.2 ppm señal correspondiente al metilo en C₅; en 1.4 ppm una señal de un metilo con base de oxígeno; en 2.0 ppm hay una señal asignada a un metilo del grupo acetato; en 3.2 ppm existe una señal correspondiente a un metilo de un grupo metoxilo; presenta además en 5.8 ppm señales correspondientes al protón - -

base del acetato y fuera de campo un singulete asignado al --
protón de un grupo aldehído. No muestra cambio en las seña-
les al añadir D_2O . Por lo antes señalado el compuesto aislado
debe tener la estructura XIII.



PARTE EXPERIMENTAL *

HIDROGENACION DE PARTENINA

Se hidrogenaron 10 g de partenina -- (I) disueltos en metanol, utilizando como catalizador 1 g de Pd/C al 5%, previamente hidrogenado. Después de que la ---- muestra absorbió el volumen calculado de hidrógeno, se filtró sobre celita para eliminar el catalizador, se evaporó el metanol al vacío y el residuo se recristalizó de acetona-éter ---- obteniéndose la dihidroisopartenina (II) con p.f. 190-195°-- (descrito: p.f. 200-201°)². Se obtuvieron 8.15 g. de II.

* Los puntos de fusión se determinaron en un aparato Fisher-Johns y no están corregidos. Los espectros de IR se determinaron en un espectrofotómetro -- Perkin-Elmer modelo 337 o 21, en película o solución clorofórmica. Los espectros de UV en un espectrofotómetro Perkin-Elmer modelo 202, en etanol al 95%. Los espectros de RMN, se determinaron en un espectrómetro analítico Varian-A-60A y HA-100 en solución de CCL₄ o CDCl₃; los desplazamientos químicos (δ) están dados en ppm, referidos al -- tetrametilsilano. Los espectros de masas se determinaron en un espectrómetro Hitachi Perkin-Elmer modelo RMU-6D. Las cromatografías se efectuaron en alúmina Alcoa F-20 y en cromatoplasmas de gel de sílice 60 F₂₅₄ de 20 X 20 cm y 2 mm de espesor. La pureza de los productos se siguió mediante cromatoplasmas de gel de sílice F₂₅₄ de 0.25 mm de espesor, usando como revelador solución de sulfato cérico -- al 1% en ácido sulfúrico 2 N.

DESHIDRATACION DE DIHIDROISOPARTENINA

(II)

Se disolvieron 8 g de II en benceno y se añadieron 4 g de ácido p-toluensulfónico. Se pusieron a reflujo utilizando una trampa de Dean-Stark. La reacción se dió por terminada al cabo de 6 h. Después se eliminó el disolvente y se lavó con solución de NaHCO_3 al 10% v después con agua; se secó con sulfato de sodio, se evaporó el disolvente obteniéndose 3.445 g de IV, p.f. 145-149° recristalizado de acetona-éter (descrito: p.f. 154-156°)¹².

Las aguas madres de IV se cromatografiaron en placas de gel de sílice desarrolladas tres veces usando como eluyente una mezcla de benceno-acetona (9.1). De aquí se obtuvieron en orden de polaridad de menor a mayor los productos III, IV, V, VI y VII.

III: 0.535 g; p.f. 152-154°. (descrito: p.f. 138°)¹²

IV: 2.05 g; p.f. 152-158°. (Descrito: p.f. 154-156°)²

V: 0.470 g; p.f. 177-180°. (λ máx. 223 (ϵ , 15427). En IR bandas en 1750 cm^{-1} (γ - lactona α,β -insaturada), 1675 cm^{-1} (doble ligadura). M^{+246} ($C_{15} H_{17} O_3$).

VI: 0.200 g; p.f. 144-147°. λ máx. 223 (ϵ , 10425) y λ máx. 297 (ϵ , 9371). Bandas en IR, 1755 cm^{-1} (γ - lactona α,β -insaturada), 1710 cm^{-1} (carbonilo de cetona de cinco miembros conjugada), 1665 cm^{-1} y 1600 cm^{-1} (dobles ligaduras). M^{+246} ($C_{15} H_{17} O_3$).

VII: 0.150 g; p.f. 216-218° (descrito: p.f. 216-218°)¹².

EPOXIDACION DE IV.

Se pusieron 4.6 g de IV disueltos en cloroformo, se les añadieron 4.5 g de ácido m-cloroperbenzóico. La reacción concluyó en media hora. Se lavó con solución de NaHCO_3 al 10% y después con agua, se secó con Na_2SO_4 y se eliminó el disolvente. El producto se recristalizó de acetona-éter, obteniéndose 2.685 g de VIII con p.f. 124-127°. λ máx. 219 (ϵ , 19283). Al IR presenta bandas en 1755 cm^{-1} (γ - lactona α,β -insaturada), 1675 cm^{-1} (doble ligadura). M^{+262} ($C_{15} H_{17} O_4$).

Las aguas madres de VIII se cromatografiaron en placas de gel de sílice desarrolladas dos veces usando como eluyente una mezcla de benceno-acetato de etilo (1.1). Se obtuvieron dos fracciones principales que son en orden de polaridad de menor a mayor VIII y IX. El compuesto IX se recrystalizó de acetona-éter, p.f. 191-193°. λ máx. 222 (ϵ , 10742). Al IR bandas en 1755 cm^{-1} (γ -lactona α,β -insaturada) 1675 cm^{-1} (doble ligadura). ($\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{O}_4$).

EPOXIDACION DE V.

50 mg de V se disolvieron en cloroformo y se hicieron reaccionar con 38.3 mg de ácido m-cloroperbenzónico durante 25 h. El producto se lavó con solución de NaHCO_3 al 10% y posteriormente con agua, se secó con sulfato de sodio y se evaporó el disolvente. Se obtuvieron 25 mg de cristales blancos (X), de p.f. 180-184° (recrystalizados de acetona-éter). λ máx. 218 (ϵ , 11921). IR - da bandas en 1760 cm^{-1} (γ -lactona α,β -insaturada), 1680

cm^{-1} (doble ligadura). ($\text{C}_{15} \text{H}_{17} \text{O}_4$).

REDUCCION DE VIII.

A 500 mg de VIII disueltos en metanol se añadieron, poco a poco 500 mg de NaBH_4 (reacción -- violenta). La reacción es instantánea. Se añadió agua y luego se evaporó el metanol al vacío y sin calentamiento, se --- aciduló con HCl al 10% y se extrajo con acetato de etilo, se lavó con solución al 10% de NaHCO_3 y después con agua; se - secó con sulfato de sodio y se evaporó el disolvente al vacío y sin calentamiento. Se obtuvieron 475 mg del producto (XI) con p.f. 136-139°. λ máx. 219 (ϵ , 23100). El IR da bandas en 3590 cm^{-1} (alcohol), 1745 cm^{-1} (γ -lactona α, β -in saturada), 1670 cm^{-1} (doble ligadura). ($\text{C}_{15} \text{H}_{18} \text{O}_4$).

ACETILACION DE XI

La sustancia XI (450 mg), se disolvió en piridina (5 ml) y se añadieron 5 ml de anhídrido acético. La reacción tuvo lugar en seis horas. Se añadió agua

y se aciduló con HCl, se extrajo con acetato de etilo, se lavó con solución de NaHCO₃ al 10% y después con agua; se secó con sulfato de sodio y se evaporó al vacío. Se obtuvieron 425 mg de XII, p.f. 104-108°. λ máx. 236 (ϵ , 10800). Al IR da bandas en 1750 cm⁻¹ (γ -lactona α, β -insaturada), 1675 cm⁻¹ (doble ligadura). (C₁₇ H₂₀ O₅).

OZONOLISIS DE XII

Se ozonizaron 900 mg de XII pasándoles una corriente de ozono durante dos horas; el ozónido se rompió en la forma acostumbrada y se extrajo con acetato de etilo. Se lavó con solución al 10% de NaHCO₃ y posteriormente con agua, se secó con sulfato de sodio y se evaporó el disolvente al vacío. Se obtuvieron 55 mg de XIII en forma de cristales blancos de p.f. 104-107°. λ máx. 225 (ϵ , 1501). Al IR da bandas en 1720 cm⁻¹ y 1740 cm⁻¹ (carbonilos). (C₁₄ H₂₀ O₆).

CONCLUSIONES

1.- De la planta "Parthenium hysteroforus L." se extrajo partenina (I).

2.- Se hizo un estudio meticoloso de la reacción de deshidratación de la dihidroisopartenina (II) - lográndose identificar cinco productos de la reacción.

3.- Se logró preparar un derivado - del ciclopentano (XIII) a través de la secuela de reacciones descritas en el presente trabajo.

4.- Se describen las propiedades -- químicas y espectroscópicas de los compuestos obtenidos.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Martínez, M.
Las Plantas Medicinales de México
3a. Ed.
Ed. Botas.
México (1944)

- 2.- Herz, W., Watanabe, H., Miyazaki, M. y Kishida, Y.
J. Am. Chem. Soc. 84, 2601 (1962)

- 3.- Geissman, T. A. y Crout, D.H.G.
Organic Chemistry of Secondary
Plant Metabolism.
Freeman, Cooper & Co.
Calif. (1969)

- 4.- Geissman, T. A.
Recent Advances in Phytochemistry
Vol. 6 Terpenoids: Structure, Biogenesis and Distribution.
Academic Press
N.Y. (1973)

- 5.- Newman, A.A.
Chemistry of Terpenes and Terpenoids
Academic Press
Londres (1972)

- 6.- Finnar I. L.
Organic Chemistry
Vol. 2 Stereochemistry and the Chemistry of Natural Products.
Longmans-Green
Londres (1956)

- 7.- Pinder, A. R.
The Chemistry of the Terpenes
J. Wiley
N. Y. (1960)

- 8.- Mayo, P. de
The Chemistry of Natural Products
Vol. 2 Mono and Sesquiterpenoids
Interscience
Londres (1959)

- 9.- Mabry, T. J. y Alston, R.E.
Recent Advances in Phytochemistry
Vol. 1
Appleton-Century-Crofts
N. Y. (1973)

- 10.- František, S. y Ladišlav, D.
Guaianolides and Germacranolides
Hermann
París (1965)

- 11.- Romo, J. y Romo de Vivar, A.
The Pseudoguaianolides
Springer-Verlag
N. Y. (1968)

- 12.- Romo de Vivar, A. y Figueroa, S.
Rev. Soc. Quím. Méx. XI (5), 146-8
(1967)

- 13.- Dyer, J. R.
Applications of Absorption Spectroscopy
of Organic Products.
Prentice-Hall
Englewood Clifs, N. J. (1965)

- 14.- Silverstein, R. M. y Bassler, G. C.
Spectrometric Identification of Organic
Compounds
Prentice-Hall
Englewood Clifs, N. J. (1965)

- 15.- Joseph-Nathan, P. y Díaz, E.
Introducción a la Resonancia Magnética
Nuclear
Limusa-Wiley
México (1970)

- 16.- Nakanishi, K.
Absorption Spectroscopy
Holden-Day
San Francisco (1969).