



00361/A  
201

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE CIENCIAS  
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

**ESTUDIO COMPARATIVO DE RAIZ DE  
*Ipomoea purga*, *I. orizabensis* e *I. jalapa* Y  
DETERMINACION DE LA ESTRUCTURA DE DOS  
DE LAS GLICORRESINAS DE *Ipomoea orizabensis*  
(CONVOLVULACEAE).**

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL GRADO ACADEMICO DE  
**MAESTRO EN CIENCIAS  
(BIOLOGIA)**

**P R E S E N T A :**  
**QUIM. AIDA NELLY GARCIA ARGAEZ**

Director de Tesis: Dra. Ma. Cristina Pérez-Amador



México, D. F.

1995

**FALLA DE ORIGEN**



## **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 está 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.

**DEDICO EL PRESENTE TRABAJO**

**Con infinito amor**

**A Carlos, Sara Janí y Jesús Altzil  
por el hogar y el amor que compartimos**

**Con admiración, amor y respeto**

**A la memoria de mi padre, Jesús García García  
A mi madre Albertina Argáez García  
por su incondicional e interminable apoyo**

**Con inmenso cariño**

**A mis hermanos Rosy, Jesús y Marco  
A la memoria de Gonza  
A mis sobrinas Eli, Gaby y Claudia  
por sus grandes virtudes, por la unión y los tiempos  
compartidos.**

**DE MANERA ESPECIAL AGRADEZCO SINCERAMENTE A LA DRA.  
MA. CRISTINA PEREZ-AMADOR SU PARTICIPACION, APOYO Y  
VALIOSA AYUDA EN LA ELABORACION DE ESTE TRABAJO**

## **AGRADECIMIENTOS**

**Al Dr. Federico García Jiménez por su gentil ayuda, gran interés y apoyo brindado en la realización de esta Tesis.**

**Al Dr. Raúl Enríquez Habib por proporcionar sus experiencias y la muestra de referencia, que fueron de gran ayuda en esta investigación.**

**Al Dr. Guillermo Laguna Hernández por su participación en el análisis histológico, y sus sugerencias en la revisión del manuscrito.**

**A la M. en C. Alicia Lara Lemus por su amable participación en la determinación de la actividad farmacológica.**

**Al personal Técnico-Académico del Instituto de Química por el apoyo brindado en las determinaciones espectroscópicas de las muestras.**

**Al Dr. Michael S. Tempesta, Director del Centro de Servicio Analítico de la Universidad de Missouri, Columbia EUA y a la Organización Internacional de las Ciencias Químicas para el Desarrollo (IOCD) por su apoyo en las mediciones espectroscópicas de FAB-MS de las muestras.**

**A la M. en C. Ana Lidia Pérez Castorena y a la M. en C. Emma Maldonado Jiménez por la minuciosa revisión del manuscrito y por sus valiosas sugerencias.**

**A la Dra. Alicia E. Brechú Franco y a la M. en C. Margarita Ponce Salazar por sus comentarios en la revisión del manuscrito.**

**A la Universidad Nacional Autónoma de México**

**ESTA TESIS SE REALIZO EN EL LABORATORIO DE QUIMICA, DEL  
DEPARTAMENTO DE BIOLOGIA, DE LA FACULTAD DE CIENCIAS, DE LA  
UNAM, BAJO LA DIRECCION DE LA DRA. MA. CRISTINA PEREZ-AMADOR Y  
LA ASESORIA EN ESPECTROSCOPIA DEL DR. FEDERICO GARCIA JIMENEZ.**

## **TABLA DE CONTENIDO**

<b>LISTA DE ABREVIATURAS</b>	<b>1</b>
<b>1 INTRODUCCION</b>	<b>4</b>
<b>2 OBJETIVOS</b>	<b>6</b>
<b>2.1 General</b>	<b>6</b>
<b>2.2 Particulares</b>	<b>6</b>
<b>3 ANTECEDENTES</b>	<b>7</b>
<b>3.1 Estudios etnobotánicos de la "raíz de jalapa"</b>	<b>7</b>
<b>3.2 Estudios Farmacognósicos y Farmacológicos de la "raíz de Jalapa"</b>	<b>8</b>
<b>3.3 Estudios químicos de las resinas de "jalapa" y de las estructuras de las glicoresinas</b>	<b>11</b>
<b>3.3.1 <i>Ipomoea purga</i></b>	<b>11</b>
<b>3.3.2 <i>Ipomoea orizabensis</i></b>	<b>19</b>
<b>3.3.3 Otras especies</b>	<b>23</b>
<b>3.3.4 Tablas de compuestos</b>	<b>42</b>
<b>4 UBICACION TAXONOMICA</b>	<b>50</b>
<b>4.1 <i>Ipomoea purga</i></b>	<b>50</b>
<b>4.1.1 Clasificación</b>	<b>50</b>
<b>4.1.2 Sinonimias</b>	<b>50</b>
<b>4.1.3 Descripción de la especie</b>	<b>51</b>
<b>4.1.4 Distribución</b>	<b>51</b>
<b>4.1.5 Nombres vulgares</b>	<b>51</b>
<b>4.2 <i>Ipomoea orizabensis</i></b>	<b>51</b>
<b>4.2.1 Clasificación</b>	<b>51</b>
<b>4.2.2 Sinonimias</b>	<b>52</b>
<b>4.2.3 Descripción de la especie</b>	<b>53</b>
<b>4.2.4 Distribución</b>	<b>53</b>
<b>4.2.5 Nombres vulgares</b>	<b>53</b>
<b>4.3 <i>Ipomoea jalapa</i></b>	<b>54</b>
<b>4.3.1 Clasificación</b>	<b>54</b>
<b>4.3.2 Sinonimias</b>	<b>54</b>
<b>4.3.3 Descripción de la especie</b>	<b>55</b>
<b>4.3.4 Distribución</b>	<b>55</b>
<b>4.3.5 Nombres vulgares</b>	<b>55</b>

<b>5 PARTE EXPERIMENTAL</b>	<b>56</b>
5.1 Condiciones generales	56
5.2 Muestras estudiadas	57
A. ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE <i>Ipomoea orizabensis</i> , <i>I. purga</i> e <i>I. jalapa</i>	58
5.3 Determinación de perfiles cromatográficos de glicorresinas	58
5.4 Determinación de la actividad farmacológica	58
5.5 Análisis histológico	59
B. ELUCIDACION DE LA ESTRUCTURA DE DOS GLICORRESINAS DE RAIZ DE <i>Ipomoea orizabensis</i>	59
5.6 Extracción y separación de compuestos	59
5.7 Preparación de muestra analítica	62
5.8 Caracterización de las glicorresinas B y C	63
5.9 Fragmentación química de la glicorresina C	63
5.9.1 Hidrólisis alcalina	63
5.9.2 Hidrólisis ácida	65
<b>6 RESULTADOS Y DISCUSION</b>	<b>66</b>
A. ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE <i>Ipomoea orizabensis</i> , <i>I. purga</i> e <i>I. jalapa</i>	66
6.1. Perfiles cromatográficos de glicorresinas	66
6.2 Determinación de la actividad farmacológica	69
6.3 Análisis histológico	71
B. ELUCIDACION DE LA ESTRUCTURA DE DOS GLICORRESINAS DE RAIZ DE <i>Ipomoea orizabensis</i>	74
6.4. Compuestos separados del extracto de acetato de etilo	74
6.5. Características de las glicorresinas B y C	74
6.6 Estructura de las glicorresinas	76
6.6.1 Acido graso glicosilado	77
6.6.2 Glicorresinas B y C	82
<b>7 CONCLUSIONES</b>	<b>84</b>
A. ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE <i>Ipomoea orizabensis</i> , <i>I. purga</i> e <i>I. jalapa</i>	84
B. ELUCIDACION ESTRUCTURAL DE DOS GLICORRESINAS DE RAIZ DE <i>Ipomoea orizabensis</i>	84
<b>8 ESPECTROS</b>	<b>86</b>
<b>9 BIBLIOGRAFIA</b>	<b>109</b>



## **LISTA DE ABREVIATURAS**

<b>a</b>	<b>señal ancha</b>
<b>AcOEt</b>	<b>acetato de etilo</b>
<b>c</b>	<b>cuarteto</b>
<b>(CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO</b>	<b>acetona deuterada</b>
<b><sup>13</sup>C-DEPT</b>	<b>espectros de engrandecimiento de transferencia de polarización de menor distorsión de <sup>13</sup>C</b>
<b>CC</b>	<b>cromatografía en columna</b>
<b>CCF</b>	<b>cromatografía en capa fina</b>
<b>CHCl<sub>3</sub></b>	<b>cloroformo</b>
<b>cps</b>	<b>ciclos por segundo</b>
<b>d</b>	<b>doblete</b>
<b>dd</b>	<b>doblete de doblete</b>
<b>comm. pers.</b>	<b>comunicación personal</b>
<b>D</b>	<b>"Raíz de jalapa" del D.F.</b>
<b>D.F.</b>	<b>Distrito Federal</b>
<b>EM</b>	<b>espectrometría de masas</b>

<b>FAB-MS</b>	espectrometría de masas por bombardeo rápido de átomos
<b>HETCOR</b>	correlación heteronuclear
<b>IR</b>	infrarrojo
<b>J</b>	constante de acoplamiento
<b>J<sub>DR</sub></b>	<i>Ipomoea jalapa</i> de Dos Ríos
<b>J<sub>J7</sub></b>	<i>Ipomoea jalapa</i> de Jalcomulco
<b>m</b>	señal múltiple
<b>M<sup>+</sup></b>	ion molecular
<b>m/z</b>	relación masa/carga de los iones
<b>CD<sub>3</sub>OD</b>	metanol deuterado
<b>MeOH</b>	metanol
<b>O<sub>p</sub></b>	<i>Ipomoea orizabensis</i> del estado de Puebla
<b>O<sub>v</sub></b>	<i>Ipomoea orizabensis</i> del estado de Veracruz
<b>P</b>	<i>Ipomoea purga</i>
<b>p.f.</b>	punto de fusión
<b>P.M.</b>	peso molecular
<b>pH</b>	potencial de hidrógeno

ppm	partes por millón
$R_f$	corrimiento relativo
RMN	resonancia magnética nuclear
RMP	resonancia magnética protónica
s	singulete
t	triplete
T	<i>Ipomoea orizabensis</i> del estado de México
UV	ultravioleta
V	"Raíz de jalapa" de Veracruz
*	señal traslapada

## 1 INTRODUCCION

El estudio de compuestos de origen vegetal aporta información de importancia para el conocimiento de los organismos que los producen. Con esto la taxonomía, la bioquímica y la ecología se ven beneficiadas por los descubrimientos que se realizan en el campo de la fitoquímica.

Se han hecho estudios fitoquímicos de algunas especies de la familia Convolvulaceae, debido principalmente a sus propiedades curativas y psicotrópicas, y con fines quimiotaxonómicos por la presencia característica de distintos tipos de compuestos.

Hegnauer (1964) menciona que en las Convolvuláceas, existen compuestos como las resinas glicosídicas y los alcaloides derivados de la pirrolidina y los ergólicos que pudieran emplearse como marcadores taxonómicos.

A las resinas glicosídicas se les atribuyen las propiedades purgantes de las plantas, de ahí que los primeros estudios de estas Convolvuláceas estuvieron orientados principalmente hacia la determinación botánica de las especies y al estudio químico de sus resinas (Grant, 1920; Warren, 1929; 1930).

Los estudios químicos relativos a la composición y estructura de las resinas datan del siglo pasado y se realizaron principalmente en *Ipomoea purga* (Jáuregui, 1885; Velasco, 1885). Asimismo, con posterioridad se han realizado estudios de resinas de otras especies de Convolvuláceas, de las que se tiene conocimiento de su actividad purgante, siendo las más estudiadas la resina de Jalapa Braziliiana (*Operculina macrocarpa*) (Auterhoff y Demleitner, 1955; Shellard, 1961a; Graf, et al., 1965; Wagner y Kazmaier, 1971; 1977; Ono, et al., 1989; 1989a), la resina de escamonea (*Convolvulus scammonia*) (Votocéek y Valentin, 1929; Bauer y Junge, 1934; Noda, et al., 1990; 1992), la resina de semillas de *Ipomoea muricata*, (Mirsa y

Tewari, 1953; Khana, y Gupta, 1967; Liptak, et al., 1978; Noda, et al., 1988; 1988a; 1988b), y la de las raíces de *I. orizabensis* (Power y Rogerson, 1910; Shellard, 1961b; Noda, et al., 1987).

En estos trabajos se observaron discrepancias en los resultados sobre los productos obtenidos a partir de las resinas; estas discrepancias se pueden atribuir a las diferentes metodologías empleadas, a las técnicas disponibles por los primeros investigadores y a la diferente denominación empleada tanto para las resinas como para los compuestos aislados. Por otro lado, existe la posibilidad de que las resinas examinadas no fueran siempre obtenidas a partir de las drogas genuinas.

En México se conoce con el nombre de "raíz de Jalapa" a las raíces de varias especies de Convolvuláceas que, desde antes de la conquista, se han empleado en Medicina Tradicional debido a sus propiedades purgantes.

La verdadera raíz de Jalapa, según Jáuregui (1885) es la de *Ipomoea purga*, sin embargo, existen en el mercado raíces de otras especies de la misma familia que se conocen como "falsas jalapas" (*Ipomoea orizabensis* e *I. jalapa*, entre otras) y que se expenden también como "Raíz de Jalapa".

Parte del estudio que constituye este trabajo se planteó con objeto de establecer un método de análisis confiable para poder identificar algunas de las especies a las que corresponden las drogas comerciales. La otra parte del estudio comprende el establecimiento de una estructura tentativa de dos de las glicorresinas que se encuentran en la raíz de *Ipomoea orizabensis*, una de las "falsas jalapas".

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 General**

El presente estudio tiene por objeto realizar un análisis comparativo de las raíces de tres especies de *Ipomoea*, *I. purga*, *I. jalapa* e *I. orizabensis*, utilizadas como purgante, y de dos raíces comerciales, así como también caracterizar químicamente dos glicorresinas aisladas de la raíz de *Ipomoea orizabensis*.

### **2.2 Particulares**

- 1).- Comparar, a través de perfiles cromatográficos para resinas glicosídicas, las especies de *Ipomoea* en estudio: *I. purga*, *I. orizabensis* e *I. jalapa* y dos raíces comerciales.
- 2).- Evaluar la actividad farmacológica de estas especies.
- 3).- Evaluar los caracteres histológicos de las mismas.
- 4).- Aislar y purificar algunas glicorresinas presentes en *Ipomoea orizabensis*.
- 5).- Caracterizar las glicorresinas aisladas mediante análisis químicos y espectrométricos.

### **3 ANTECEDENTES**

#### **3.1 Estudios etnobotánicos de la "raíz de jalapa"**

La "raíz de Jalapa" constituye uno de los recursos tradicionales de México más famosos en el extranjero. Esta denominación se ha dado a raíces de varias especies de Convolvuláceas, pero sólo *Ipomoea purga*, es la que se conoce como "jalapa verdadera", las otras se han denominado "Falsas Jalapas" (Jáuregui, 1885). Los aztecas y los tlaxcaltecas conocían y utilizaban la raíz de *Ipomoea purga* a la que conocían con los nombres de: toloompatl (medicina redonda), cacamotic tlanquinoli (camote purgante) y caxcatlalpan (quiebra cajete) (Pedraza, 1982), y fueron los tlaxcaltecas quienes enseñaron a los españoles su propiedad purgante (Villada 1903). Según algunos autores, por el año de 1610 (Jáuregui, 1885) fue exportada a Europa con los nombres de Chelapa o Jalapa, y debe su nombre a la ciudad de Xalapa donde se acumulaban todas las raíces recolectadas en los alrededores para llevarlas a Veracruz donde se embarcaban. Por esta razón el Escudo de Armas de la Villa de Xalapa ostenta seis raíces de *Ipomoea purga*.

Fue muy común en el pasado la venta de "Falsas Jalapas", entre ellas: raíz de *I. simulans* (jalapa de Tampico o jalapa fusiforme), de *I. operculata* (jalapa de Brasil), de *I. pandurata* (jalapa silvestre), de *Operculina turpethum* (jalapa de la India). Todas ellas han sido utilizadas alguna vez para adulterar o sustituir a la droga oficial.

*Ipomoea orizabensis* se ha utilizado como planta ornamental, pero su uso más importante es el medicinal. Desde la época de la colonia se conoce a su raíz como purgante, por lo que se exportó a Europa en grandes cantidades. Velasco (1885) en un estudio de los purgantes del reino vegetal, menciona a *Ipomoea orizabensis* como una de las plantas purgantes más importantes de la familia *Convolvulaceae* y propone que la raíz de esta especie puede emplearse como sustituto de la "jalapa verdadera", y menciona que las resinas procedentes de

ambas son igualmente activas.

A la raíz desecada de *Ipomoea orizabensis* se le llama **jalapa de Orizaba, jalapa macho ó Raíz de escamonea de México**, este último nombre para diferenciarla de la escamonea propiamente dicha (*Convolvulus scammonia*), ya que sus resinas eran muy similares (Blanco, 1949). Para fines de los años 30 y principios de los 40, se exportaban a Estados Unidos de América toneladas de esta raíz, obtenida de la planta silvestre, por lo que Blanco (1949) menciona que el cultivo de esta planta, entre otras, era de gran porvenir debido a su alto valor comercial y gran demanda en el mercado nacional e internacional. Actualmente la demanda de esta especie se ha reducido, sin embargo, se comercializa el extracto fluido de la raíz, al que se denomina "escamonea".

A la raíz de *I. jalapa* en idioma mexicano se le llama Tlalntlaacanalapilli y en tarasco, Tacuache y Puscua. Esta especie no es precisamente de la localidad que expresa su nombre específico, sino más bien de la que señala su nombre comercial, el cual es "raíz de Michoacán". Villada (1903) la menciona dentro de las especies purgantes de la familia, poco empleada en medicina y de la que se tiene escaso conocimiento acerca de la cantidad de resina presente.

### **3.2 Estudios Farmacognósticos y Farmacológicos de la "raíz de Jalapa"**

La raíz de *I. purga* se considera como la droga oficial. La planta crece silvestre en los fértiles suelos boscosos del este de México, que se encuentran comprendidos entre los 1500 y los 2500 m de altitud. La altura es condición indispensable para el buen desarrollo de la raíz. Los lugares en que se desarrolla mejor son las montañas de suelos húmedos y ligeros o las tierras porosas y ligeras sombreadas por pinos y encinos (Jáuregui, 1885). Se cultiva intensamente en la vecindad de la ciudad de Jalapa (México), en las montañas de Neilgherry (India) y en menor escala en Jamaica. Las raíces se recogen en varias estaciones del año, pero el mejor tiempo para ello es el otoño. Una vez recogidas, se lavan, se colocan en redes y se secan al fuego. Las raíces más grandes se cortan longitudinalmente antes de secarlas. Los trozos mayores pueden



tener incisiones efectuadas para facilitar la desecación. A mediados de este siglo se exportó exclusivamente de México, procedente del puerto de Veracruz o de la Ciudad de México hacia Europa (Youngken, 1951; Trease y Evans, 1987).

Las raíces tuberosas se presentan enteras o cortadas. Las raíces enteras son fusiformes, globulares, aovadas o piriformes, con el extremo superior un poco redondeado y el inferior ligeramente puntiagudo; de 4 a 15 cm de longitud y de 1 a 10 cm de diámetro; al exterior, de color pardo oscuro o pardo amarillento mediano, longitudinalmente estriada o asurcada y con numerosas lentejuelas; dura, compacta y resinosa. Los tubérculos se pueden ablandar, mediante maceración prolongada en agua, para cortarlos. Cuando se parten, el interior aparece de color pardo pálido, córneo o céreo, mostrando una línea de cambium primario oscura, bien visible y un leño moteado que contiene numerosos haces y células resiníferas pardas; olor diferenciado, ahumado; sabor dulce y acre (Youngken, 1951; Trease y Evans, 1987).

La histología de cortes transversales de la droga aclarada en solución de hidróxido de potasio, presenta las siguientes estructuras microscópicas, pasando desde la periferia hacia el centro: Súber, cambium subérico, cilindro cortical, cambium primario y una ancha zona central (Youngken, 1951).

Dentro de los componentes de la raíz destacan las resinas, el aceite volátil, la goma, el almidón, el oxalato de calcio y azúcares (Youngken, 1951). La cantidad de resina puede variar entre 8 y 30 % (Jáuregui, 1885), como patrón de ensayo la raíz no debe contener menos de 9 % de resinas totales (Youngken, 1951) y se considera oficialmente buena cuando su contenido es de 12 a 15 % de resina (Jáuregui, 1885).

La "raíz de jalapa" se utiliza como un potente catártico hidragogo, emenagogo y materia prima para la preparación de la resina de jalapa (Formulario Nacional, en Youngken, 1951). Esta raíz, convenientemente administrada, es un purgante seguro que obra sin causar irritación local intensa. La naturaleza de las evacuaciones es esencialmente serosa, contiene también bilis y

jugo pancreático. Se puede emplear sola pero produce mejores efectos asociada a algún otro purgante.

Se emplea en polvo y la dosis es de 0.5 a 2 g, la dosis media es de 1 g. El polvo de jalapa tiene un olor nauseabundo y desagradable para algunos enfermos. Pueden emplearse las tinturas alcohólicas puesto que el alcohol tiene la propiedad de disolver la resina; ella forma parte del purgante de Leroy (Velasco, 1885). Hubo muchas preparaciones que tenían por base esta raíz siendo las más conocidas: azúcar naranjada, aguardiente alemán y polvos católicos. Dentro de los preparados del Formulario Nacional están, además del polvo de jalapa, la resina de jalapa, la cuál se obtenía de los tubérculos secos de *I. purga* por extracción con alcohol. Después de evaporar la mayoría del disolvente, se colocaba el licor alcohólico concentrado en un gran volumen de agua y la resina precipitada se filtraba, se lavaba con agua y se secaba. La resina, por lo tanto, consiste del látex de los tubérculos de la raíz liberado de la goma y de los constituyentes orgánicos e inorgánicos solubles en agua (Jáuregui, 1885). La resina de jalapa se utiliza para la preparación de las píldoras catárticas (Youngken, 1951).

La jalapa de Orizaba es la raíz desecada de *I. orizabensis*. En un principio se exportó como sustituto o adulterante de la "jalapa verdadera" (*I. purga*) o de su resina. Esta resina es, no obstante, más soluble en éter que la resina de jalapa y se parece más a la obtenida a partir de la raíz de *Convolvulus scammonia*, que constituía la materia prima de la resina de escamonea.

Las raíces completas de la jalapa de Orizaba raramente se exportaban a Europa. En general, la droga estaba constituida por rodajas, cortadas transversalmente u oblicuamente, de unos 3-10 cm de ancho y 2-4 cm de espesor.

La superficie externa está recubierta por un súber de color pardo oscuro grisáceo y arrugado. La superficie del corte transversal es grisácea o pardusca y muestra unos tres a seis anillos concéntricos de haces fibrovasculares. El tejido parenquimatoso, tanto de la región cortical como de la central, recuerda al de la "jalapa verdadera" por contener almidón y oxalato de

calcio. Al igual que la "jalapa verdadera" en los cortes se aprecian numerosas células secretoras dispersas, con un contenido resinoso. La droga tiene olor ligero y sabor ligeramente acre (Trease y Evans, 1987).

### **3.3 Estudios químicos de las resinas de "jalapa" y de las estructuras de las glicorresinas**

El principio activo de estas resinas son compuestos llamados químicamente glicorresinas, que pertenecen al grupo de los glicolípidos y que están constituidas por un ácido graso oxhidrilado unido a una parte glicídica cuyos azúcares son generalmente glucosa, rhamnosa y quinovosa, entre otros. Algunas de las unidades de azúcar están esterificadas por ácidos orgánicos de bajo peso molecular.

#### **3.3.1 *Ipomoea purga***

El estudio de la composición de la resina de esta especie sirvió de base para el conocimiento de los componentes de las resinas de otras especies.

Los primeros investigadores que la analizaron notaron que era sólo ligeramente soluble en éter y muchos consideraron las fracciones soluble en éter y la insoluble para estudiar su composición.

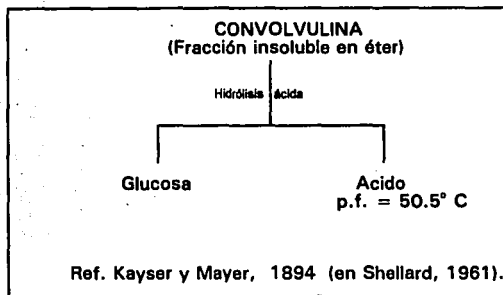
Hume, en 1824 (en Shellard, 1961), nombró a la fracción insoluble en éter como jalapina, pero Mayer, en 1852 (en Shellard, 1961), le dió el nombre de convolvulina, reservando el nombre de jalapina a la porción soluble en éter. Esto generó una gran confusión por lo que, finalmente, Shellard, (1961) propuso el nombre de convolvulina para la fracción insoluble en éter, y el de jalapina para la parte soluble en éter, siendo esta consideración la más aceptada.

**Jalapina.** - Mayer (1852, en Shellard, 1961) estudió la jalapina y encontró, por hidrólisis total, un ácido, de fórmula molecular  $C_{16}H_{32}O_3$  (Samuelson, 1884, en Shellard, 1961), al que se

denominó ácido jalapínico (Requier, 1904, en Shellard 1961). Auterhoff y Demleitner (1955), al hidrolizar la jalapina obtuvieron ácido jalapínico y además, glucosa, rhamnosa y los ácidos volátiles tíglico y valérico. Shellard (1961), por hidrólisis alcalina obtuvo los ácidos volátiles tíglico, acético, propiónico, isobutírico, isovalérico, 2-metilbutírico y n-valérico, y un complejo glicosídico que por hidrólisis ácida dió: ácido jalapínico (11-hidroxipalmitico), glucosa, fucosa y rhamnosa.

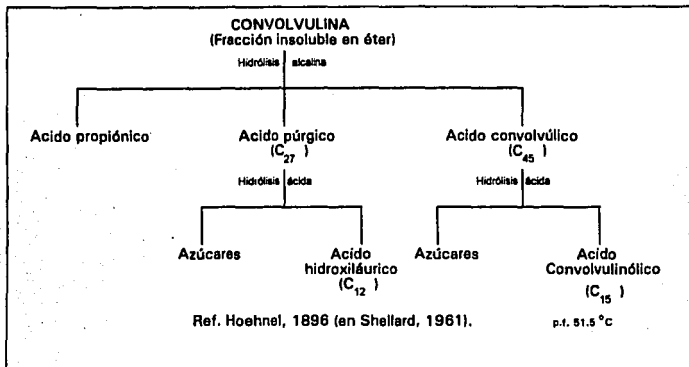
Esta fracción soluble fue poco estudiada en comparación con la fracción insoluble, la convolvulina.

**Convolvulina.** - Las primeras investigaciones sobre la convolvulina se deben a Mayer (1852, 1854, 1855), Kayser (1884) y Taverne (1894) (en Shellard, 1961), en cuyos trabajos reportaron la presencia, después de hidrólisis ácida, de un ácido orgánico, que fundió a 50.5 °C, y glucosa.

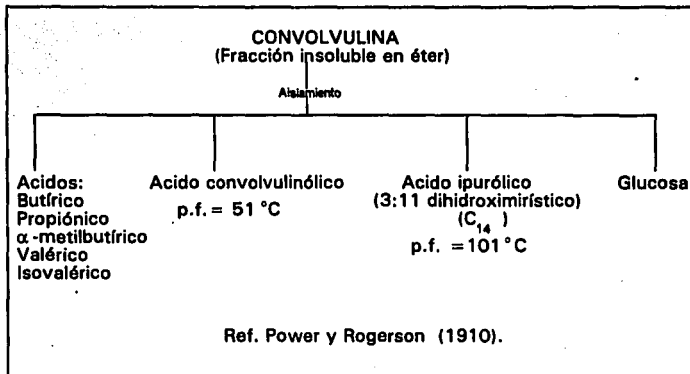


Hoehnel, 1896, (en Shellard, 1961), después de tratar la convolvulina con hidróxido de bario, aisló ácido propiónico y dos sustancias glicosídicas complejas. De estas dos sustancias una, de fórmula  $C_{27}H_{46}O_{12}$ , fue soluble en éter y la llamó ácido púrgico; la otra, de fórmula  $C_{45}H_{80}O_{28}$ , fue insoluble en éter y la llamó ácido convolvúlico. La hidrólisis ácida del ácido púrgico liberó

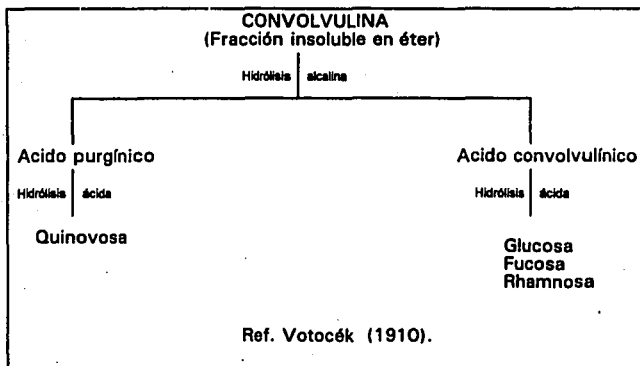
azúcares reductores y un ácido, que identificó como ácido hidroxiláurico; el ácido convolvúlico, por hidrólisis, también liberó azúcares reductores y un ácido, de fórmula molecular  $C_{15}H_{30}O_3$ , de punto de fusión  $51.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  y lo llamó ácido convolvulinólico.



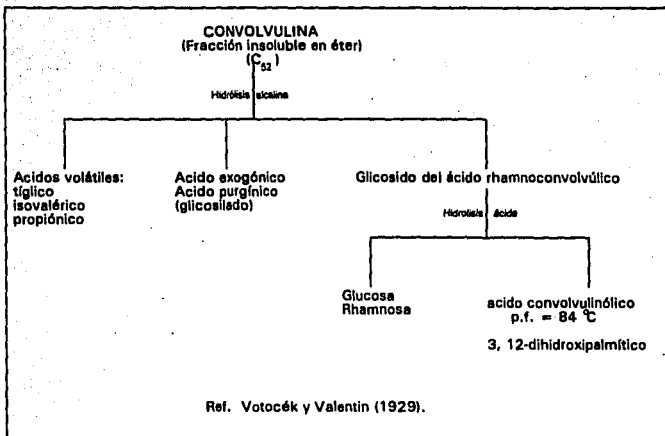
Power y Rogerson (1910), en un estudio de la resina, demostraron que ésta era una mezcla heterogénea de sustancias y aislaron varios ácidos grasos, ácidos volátiles (butírico, propiónico,  $\alpha$ -metilbutírico, valérico e isovalérico), azúcares y dos hidroxiacidos uno, el ácido ipurólico (3, 11-dihidroximirístico, p. f. =  $101\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y otro que supusieron era el convolvulinólico (p.f. =  $51\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) encontrado por Hoehnel.



En ese mismo año (1910) Votocék reportó un trabajo sobre azúcares presentes en la convolvulina (la fracción insoluble en éter de la resina obtenida de *Ipomoea purga*). Al igual que Hoehnel, degradó la convolvulina con hidróxido de bario y aisló dos sustancias ácidas complejas a las cuales llamó ácido purgínico y convolvulinico. La hidrólisis ácida del ácido purgínico dió quinovosa. Y el ácido convolvulinico, por hidrólisis similar, dió glucosa, fucosa y rhamnosa.



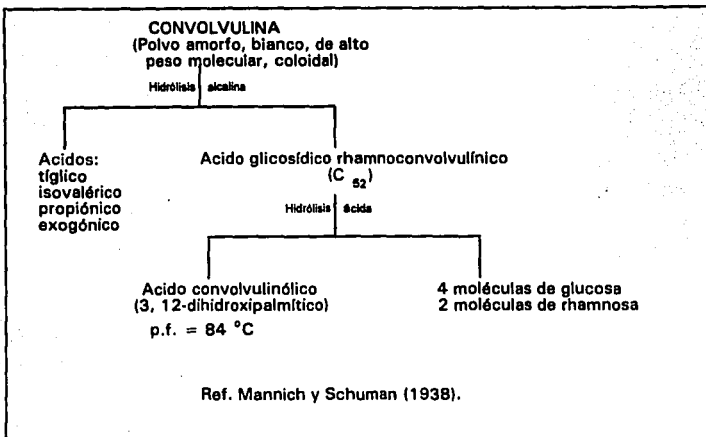
En 1929 Votocék, junto con Valentin, retomaron el estudio de la convolvulina y la describieron como una sustancia coloidal, de fórmula  $C_{32}H_{52}O_{32} \cdot 7H_2O$ . Por hidrólisis alcalina obtuvieron los ácidos volátiles tíglico, isovalérico y propiónico, el ácido purgínico y un ácido que ellos llamaron exogónico junto con un ácido glicosídico, el ácido rhamnoconvolvulínico. La hidrólisis ácida de esta sustancia produjo glucosa, rhamnosa y un ácido que denominaron convolvulinólico (diferente al de Power y Rogerson que es un  $C_{15}$  y funde a  $51\text{ }^\circ\text{C}$ ), de fórmula molecular  $C_{16}H_{32}O_4$ , que funde a  $84\text{ }^\circ\text{C}$  y que identificaron como el ácido 3,12-dihidroxipalmitico.



Hasta aquí se había puesto de manifiesto que la convolvulina estaba constituida por dos compuestos, ambos formados por un ácido graso glicosilado y ácidos volátiles. Las investigaciones posteriores se dedicaron a tratar de asignar una estructura que integrara todos los elementos reportados con anterioridad.

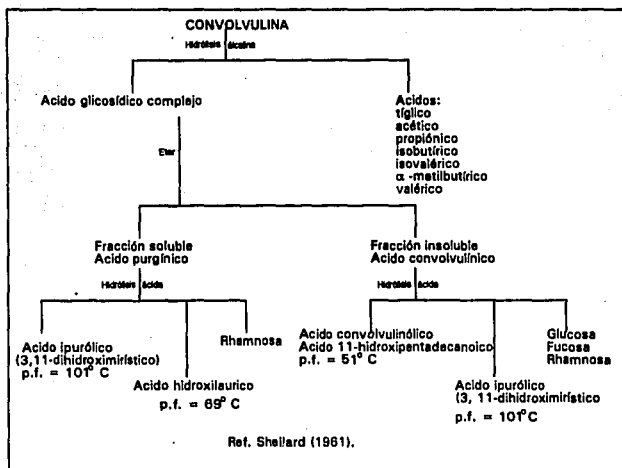
En un trabajo extenso sobre la resina de Jalapa, Mannich y Schumann (1938) reportaron que la convolvulina, el principal constituyente de la resina de jalapa, se desdobra, en soluciones hidroalcohólicas alcalinas, en un ácido glicosídico, el rhamnoconvolvulinico, formado por el ácido convolvulinólico (3,12-dihidroxipalmítico), dos trisacáridos, y los ácidos tíglico, exogónico, isovalérico, y  $\alpha$ -metilbutírico. Se propone que estos cuatro ácidos, estén esterificando algunos de los grupos hidroxilo del ácido rhamnoconvolvulinico.



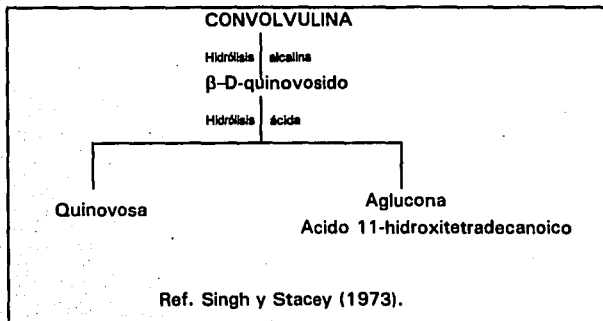


Este ácido rhamnoconvolvulínico sería la estructura base de la convolvulina y la unidad recurrente de una macromolécula compuesta por 20 de estas unidades enlazadas por uniones éster entre un grupo hidroxilo de una y el grupo carboxilo de la siguiente.

Este trabajo junto con los de Votocék, fueron muy criticados por Shellard (1961) quién menciona que los autores no trabajaron con la resina "Jalapa de Vera Cruz" (*Ipomoea purga*) sino con la resina "Jalapa Braziliiana" (*Operculina macrocarpa*). En su estudio amplía los datos aportados por Mannich y Schumann, y caracteriza el ácido graso de p.f. = 51 °C, aislado por Kayser, 1844, (en Shellard, 1961) y denominado por Power y Rogerson (1910) ácido convolvulinólico; éste es el ácido 11-hidroxipentadecanoico y no el 3, 12 dihidroxipalmitico, de p.f. = 84 °C, al que Mannich y Schumann (1938) y Votocék (1929) denominaron también, desafortunadamente, ácido convolvulinólico.

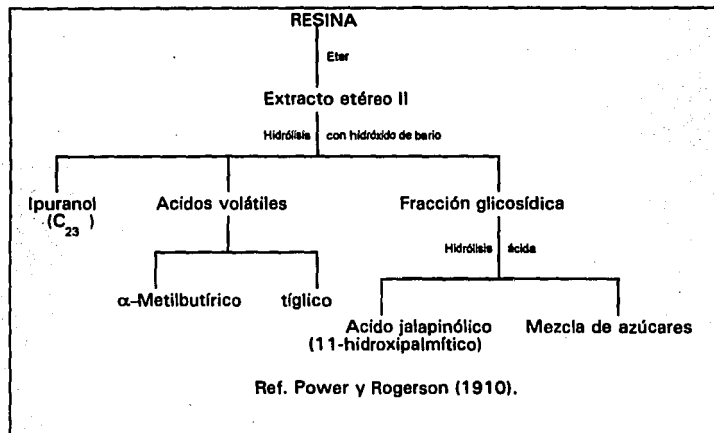


Hasta la fecha, la estructura exacta de la convolvulina es aún desconocida. El último trabajo reportado en la literatura es el de Singh y Stacey (1973); en el que describen un nuevo β-D-quinovósido del ácido 11-hidroxitetradecanoico.



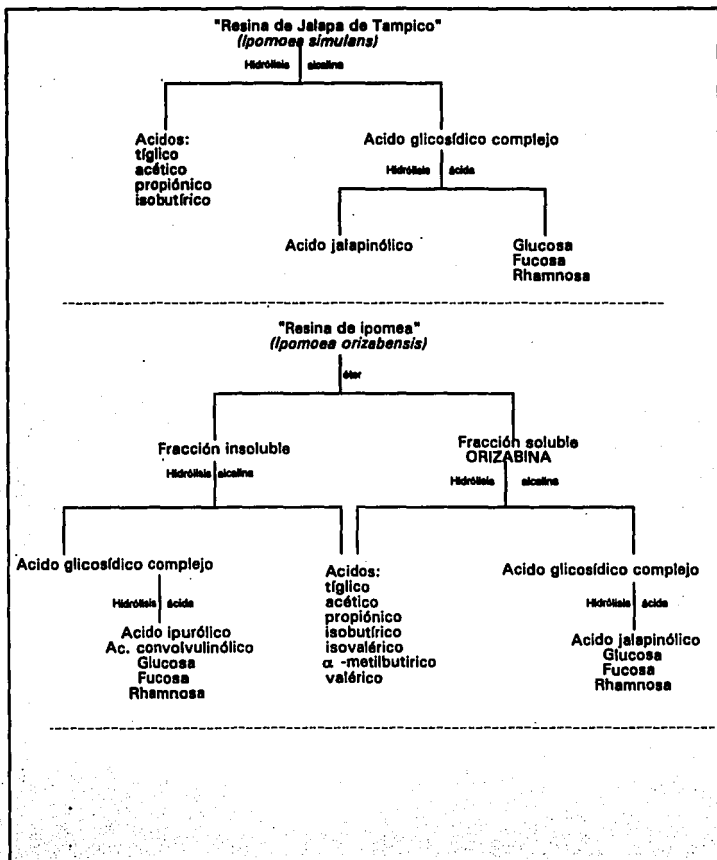
### 3.3.2 *Ipomoea orizabensis*

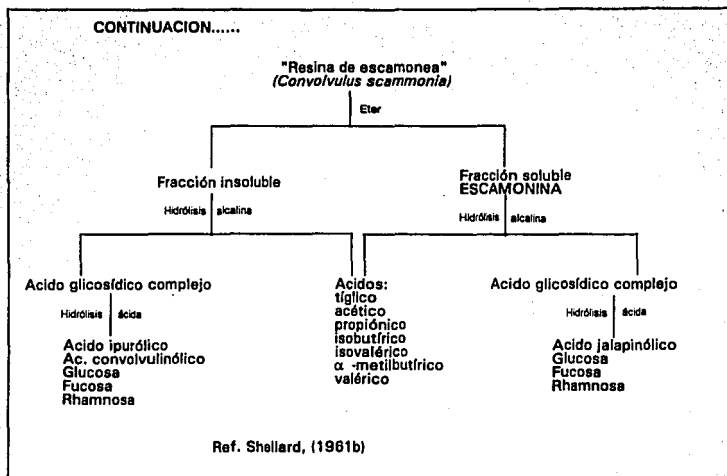
Power y Rogerson (1910) efectuaron un análisis similar al de *Ipomoea purga* en la raíz de *I. orizabensis* y como productos de la hidrólisis con hidróxido de bario de la fracción etérea de la resina reportaron ipuranol, ácido  $\alpha$ -metilbutírico, ácido tíglico, ácido jalapínico (ácido 11-hidroxi palmítico), dextrosa y una metil-pentosa.



En un estudio comparativo de las resinas de "Jalapa de Tampico" (*Ipomoea simulans*), de "escamonea" (*Convolvulus scammonia*) y de "ipomea" (escamonea mexicana, *Ipomoea orizabensis*), Shellard (1961b) observó que las fracciones soluble e insoluble en éter de las dos últimas resinas eran cualitativamente idénticas. En ambas, los ácidos volátiles son: tíglico, acético, propiónico, isobutírico, isovalérico,  $\alpha$ -metilbutírico y valérico. En la fracción insoluble el ácido glicosídico es el mismo ácido convolvulínico de la resina de "Jalapa de Vera Cruz" (*I. purga*), constituido por los hidroxiácidos ipurólico y convolvulinólico y los azúcares glucosa,

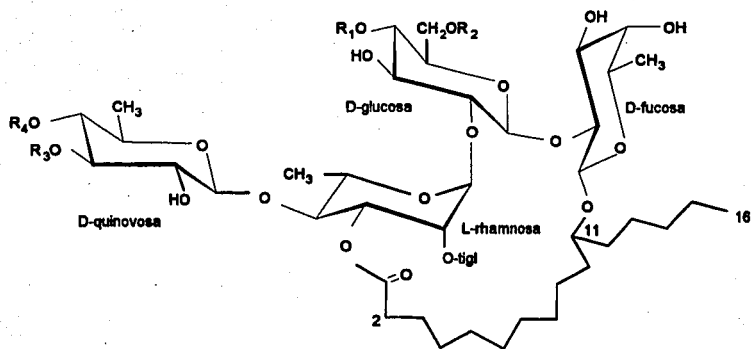
fucosa y rhamnosa. El ácido glicosídico de la fracción soluble en éter está formado por el ácido jalapínico y los mismos azúcares. La resina de *Ipomoea simulans* fue enteramente soluble en éter y difirió de las otras dos por no presentar ácido valérico.





Noda, et al. (1987), en un estudio sobre las resinas glicosídicas de la raíz de *Ipomoea orizabensis* (sin referencia de ejemplar de herbario) encontraron 4 glicorresinas a las que llamaron orizabina I, II, III y IV (Fig. 1); todas ellas están formadas por un ácido graso hidroxilado unido a un tetrasacárido, en el cual tres de las cuatro unidades de azúcar que lo forman están aciladas por ácidos orgánicos volátiles y el carboxilo de la aglicona está lactonizado formando un macrociclo. La caracterización química de estas glicorresinas se hizo en base a los datos químicos y espectroscópicos, principalmente de RMN y FAB-MS, tanto para las glicorresinas originales como para los productos de hidrólisis.

Las estructuras propuestas para las orizabinas son las siguientes:



- 1: R<sub>1</sub> = β-hidroxi-α-metilbutiroilo, R<sub>4</sub> = α-metilbutiroilo, R<sub>2</sub> = R<sub>3</sub> = H (orizabina I)
- 2: R<sub>2</sub> = β-hidroxi-α-metilbutiroilo, R<sub>4</sub> = isobutiroilo, R<sub>1</sub> = R<sub>3</sub> = H (orizabina II)
- 3: R<sub>2</sub> = R<sub>4</sub> = β-hidroxi-α-metilbutiroilo, R<sub>1</sub> = R<sub>3</sub> = H (orizabina III)
- 4: R<sub>2</sub> = β-hidroxi-α-metilbutiroilo, R<sub>4</sub> = isobutiroilo, R<sub>1</sub> = R<sub>3</sub> = H (orizabina IV)

**Fig. 1.** Estructura de las orizabinas I a IV.

En un trabajo previo al nuestro, Perusquia, et al. (1986) hicieron un estudio químico preliminar de las resinas glicosídicas de la raíz de *I. orizabensis*. Aislaron cuatro glicorresinas y del análisis de la glicorresina B se obtuvieron los siguientes datos: por hidrólisis alcalina se encontraron los ácidos tíglico y α-metilbutírico, y de la subsecuente hidrólisis ácida se obtuvo y caracterizó el ácido jalapínico, y dos azúcares, rhamnosa y quinovosa.

### 3.3.3 Otras especies

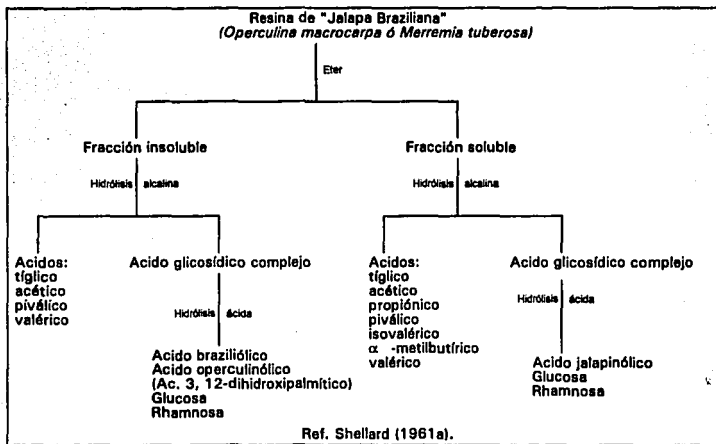
Asimismo se estudiaron químicamente otras especies de Convolvuláceas, con objeto de conocer los componentes de las resinas y sus estructuras; por su importancia se mencionan algunas de estas:

#### *Operculina macrocarpa*

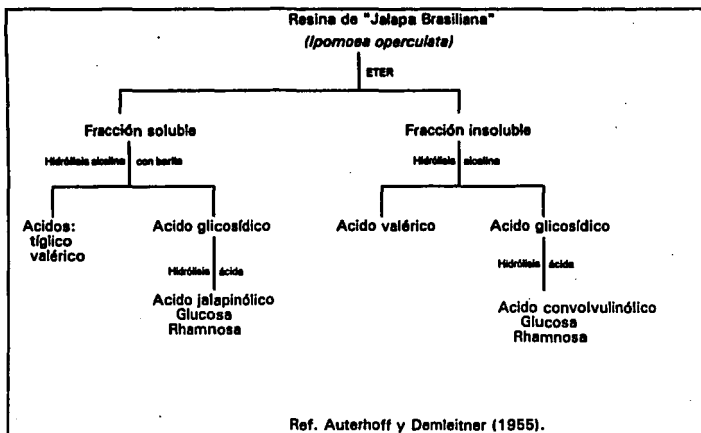
Shellard (1961a) preparó la resina de "jalapa Braziliiana" (*Operculina macrocarpa* o *Merremia tuberosa*) en la forma usual y la separó en las fracciones soluble e insoluble en éter. Al realizar la hidrólisis alcalina de la fracción insoluble en éter obtuvo los ácidos tíglico, acético, piválico y valérico, además de un ácido glicosilado complejo que por hidrólisis ácida dió el ácido 3,12-dihidroxipalmítico, ácido braziliólico (posiblemente un ácido trihidroximirístico), glucosa y rhamnosa.

La fracción soluble en éter, por hidrólisis alcalina dió los ácidos tíglico, acético, propiónico, piválico, isovalérico,  $\alpha$ -metilbutírico y valérico, y un ácido glicosídico complejo que por hidrólisis ácida dió ácido jalapínolico, glucosa, y rhamnosa. Asimismo propuso que el ácido 3,12-dihidroxipalmítico se llamara ácido operculinólico.

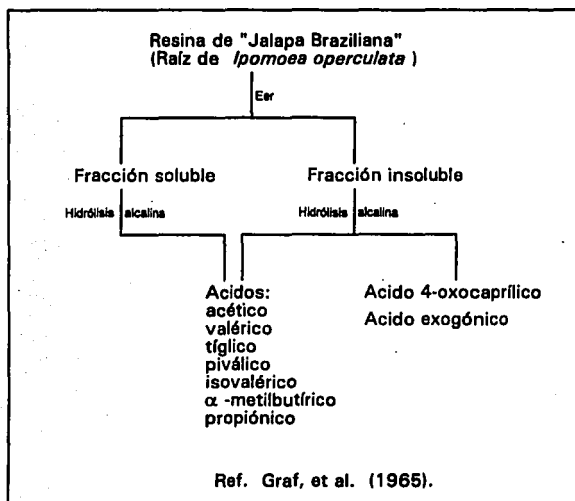




En un estudio comparativo hecho por Auterhoff y Demleitner (1955), de las resinas de cuatro "Jalapas": "Jalapa mexicana" (*Ipomoea purga*), "Jalapa brasiliana" (*I. operculata*), "escamonea" (*I. orizabensis*) y "turpeti" (*I. turpethum*), los autores siguieron la metodología propuesta con anterioridad para el análisis de las glicorresinas y señalaron que la composición de la convolvulina (fracción insoluble en éter) de la "Jalapa brasiliana" es igual a la de la "Jalapa mexicana", sólo que ésta tiene en su molécula un acetato en tanto que la brasiliana no lo tiene. La jalapina (fracción soluble en éter) tiene una composición igual en ambas Jalapas.



De la resina de jalapa brasileira (*I. operculata*), Graf, et al. (1965) reportaron que la hidrólisis alcalina, de la fracción soluble en éter produjo ácido acético, tíglico, valérico, pivalico,  $\alpha$ -metilbutírico, isovalérico y propiónico, mientras que la fracción insoluble en éter produjo, por hidrólisis, además de estos ácidos, un nuevo constituyente, el ácido 4-oxo-caprílico y ácido exogónico (ácido 3, 6:6, 9 diepoxidecanoico), los cuales señalan que son característicos de esta resina.



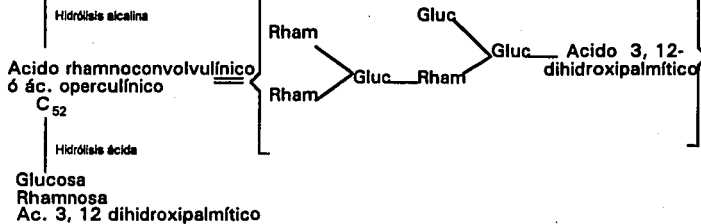
Wagner y Kazmaier (1971 y 1977) reportaron la estructura del ácido operculínico (ácido rhamnoconvolvulinólico), el ácido glicosilado principal de la fracción insoluble en éter de la resina Braziliiana (*I. operculata*), obtenido por hidrólisis alcalina. La molécula es un hexasacárido ramificado (con 3 unidades de glucosa y 3 de rhamnosa) unido al ácido 3, 12 dihidroxipalmitico. También por hidrólisis alcalina de la convolvulina obtuvieron los ácidos volátiles acético, tíglico, valérico, piválico,  $\alpha$ -metilbutírico, isovalérico, exogónico y  $\gamma$ -oxo-caprílico.

**"Resina de Jalapa Brasileira"**  
*(Ipomoea operculata)*

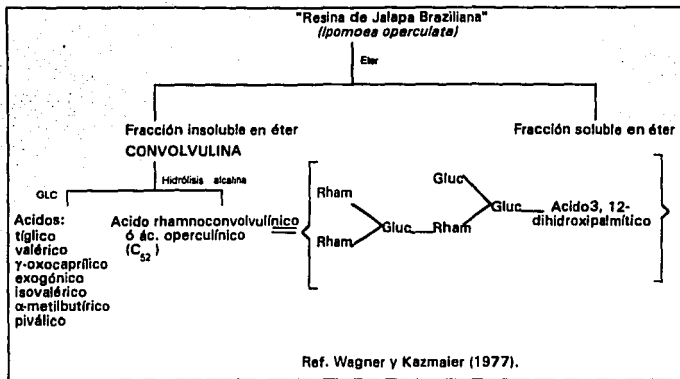
Eter

**Fracción insoluble en éter**  
**CONVOLVULINA**

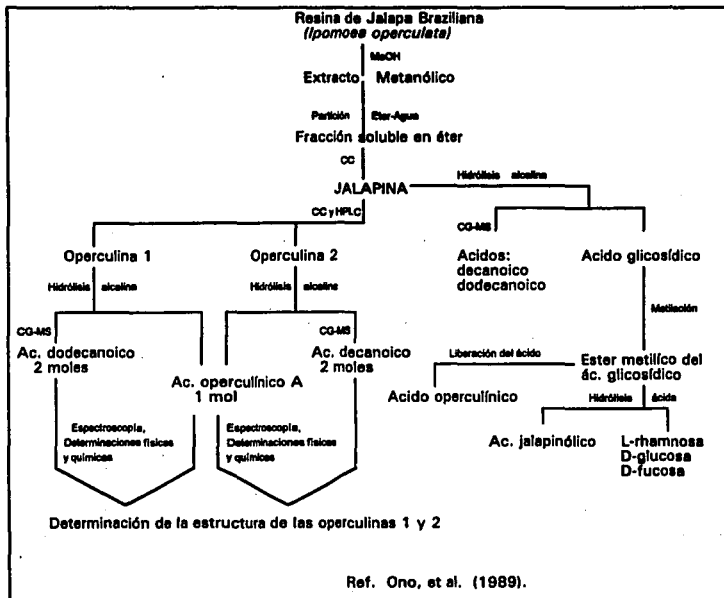
**Fracción soluble en éter**



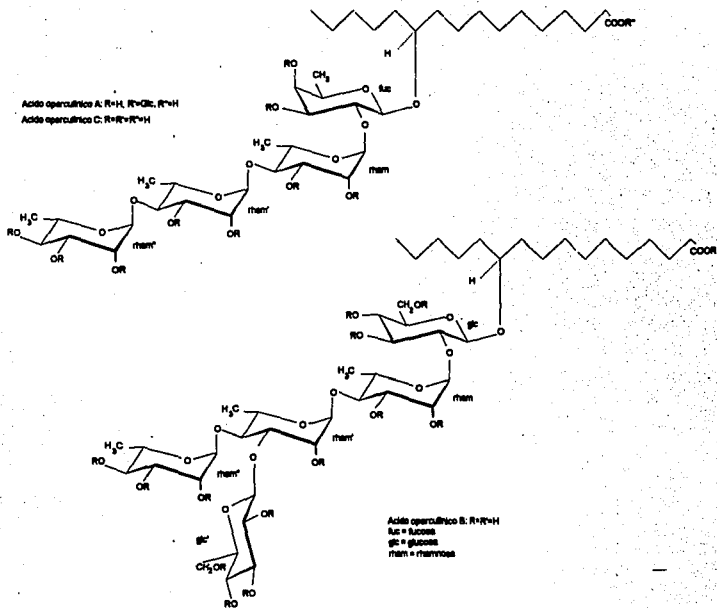
Ref. Wagner y Kazmaier (1971).



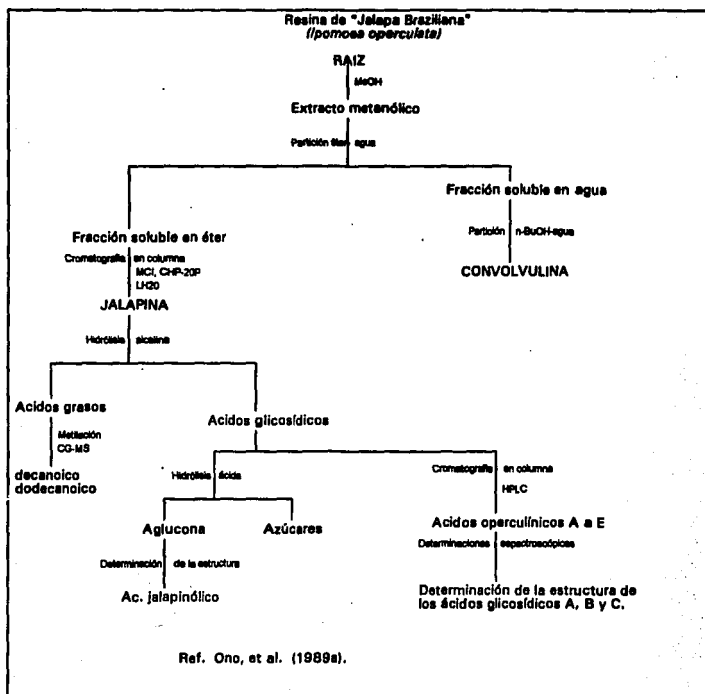
Ono, et al. (1989), en un estudio sobre la "jalapina", fracción soluble en éter de los rizomas de *Jalapapa Brasileira* (*I. operculata*), encontraron dos glicorresinas a las que llamaron Operculina I y II y cuyas estructuras son similares a las de otras glicorresinas, son lactonas macrocíclicas del ácido jalapínico que se une glicosídicamente, a través de su carbono 11, a una cadena de azúcares formada por fucosa-rhamnosa-rhamnosa'-rhamnosa" con una unidad de glucosa unida a la rhamnosa'. La operculina I tiene dos ácidos dodecanoicos esterificando los azúcares, mientras que la operculina II tiene dos ácidos decanoicos. En ambos casos el grupo carboxilo del ácido jalapínico se lactoniza con el carbono 2 de la rhamnosa.



Posteriormente, los mismos autores (1989a) reportaron, en un estudio más detallado de esta "jalapina", 5 ácidos glicosídicos, los ácidos operculínicos A a E, de los cuales caracterizaron estructuralmente los ácidos A, B, y C (Fig. 2). Son glicósidos del ácido jalapínico con las estructuras siguientes:



**Fig. 2 Estructura de los ácidos operculínicos A, B y C.**



*Ipomoea muricata*

Mirsa y Tewari (1953) reportaron el aislamiento de varios constituyentes de las semillas incluyendo las muricatinas A y B (Fig. 3); las estructuras propuestas para estas sustancias son:





En otro estudio Noda, et al (1988) identificaron y caracterizaron los ácidos orgánicos volátiles y los ácidos glicosídicos de la resina cruda de las semillas de *Ipomoea muricata*. En la hidrólisis alcalina de la fracción glicosídica, obtuvieron tres ácidos muricáticos A, B y C, junto con los ácidos isobutírico, (S)- $\alpha$ -metilbutírico, (2R, 3R)-nilico y  $\beta$ -hidroxi- $\alpha$ - metilbutírico. De los ácidos muricáticos A y B determinaron la estructura.

Estos resultados sirvieron de base para la determinación estructural de las muricatinas I-VI (Fig. 5) aisladas en un estudio posterior (1988a). La elucidación estructural se basó principalmente en espectroscopía de resonancia magnética nuclear y en FAB-MS, tanto para las glicoresinas como para algunos productos de hidrólisis, de tal forma que proponen las siguientes estructuras para las seis muricatinas:

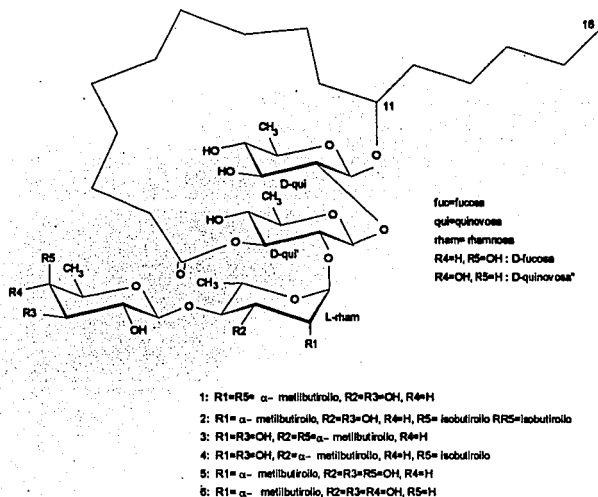
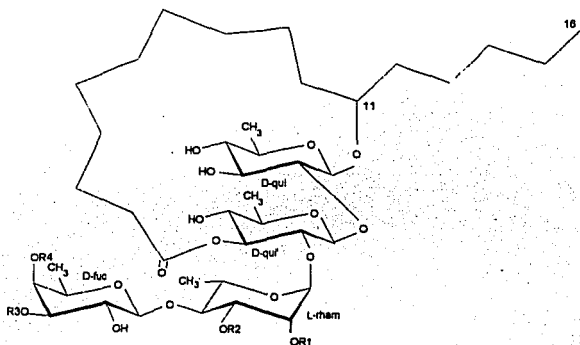


Fig. 5 Estructura de las Muricatinas I a VI según Noda, et al. (1988a).

A estas glicorresinas agregaron dos más (1988b) a las que denominaron muricatinas VII y VIII. El análisis estructural lo realizaron en forma similar al estudio anterior y propusieron las siguientes estructuras: (Figs. 6 y 7).

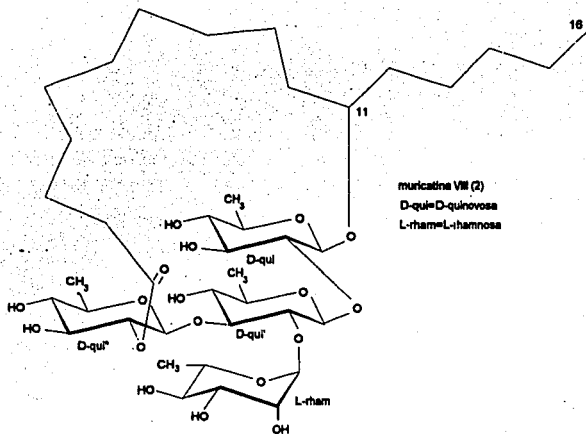


$R_1 = \alpha$ -metilbutiroilo,  $R_2 = \beta$ hidróxi  $\alpha$ -metilbutiroilo

qui= quinovosa, rham= rhamnosa, fuc= fucosa

**Fig. 6 Estructura de la Muricatina VII.**

La muricatina VIII es distinta de las otras glicorresinas, ya que no tiene azúcares acilados, la cadena glicosídica esta ramificada y el sitio de lactonización del ácido jalapινόlico no es el mismo.



**Fig. 7 Estructura de la Muricata VIII según Noda, et al. (1988b).**

*Convolvulus scammonia*

En 1925, Asahina y Yaoi obtuvieron ácido jalapínico de la resina de escamonea y Votocék y Valentin (1929), al hidrolizar el ácido escamónico (una fracción de la resina), identificaron tres azúcares: dextrosa, fucosa y l-rhamnosa.

Bauer y Junge (1934), al tratar de elucidar la estructura de la resina de escamonea encontraron un ácido graso, el ácido escamónico (11-hidroxipalmitico), ácido  $\alpha$ -metilbutírico, fucosa y rhamnosa; además, supusieron que existía una unión de varios azúcares con el ácido escamónico de la siguiente manera: ácido 11-hidroxipalmitico-D-fucosa-L-rhamnosa-D-glucosa-D-glucosa. El ácido escamónico estaba unido por su grupo hidroxilo a la fucosa y el ácido  $\alpha$ -metilbutírico estaba esterificando alguno de los hidroxilos de los azúcares.

Noda, et al. (1990) aislaron de esta especie y caracterizaron dos glicorresinas a las que

denominaron escamoninas I y II y que son glicosidos del ácido jalapínico al que se une, en el hidroxilo del carbono 11, una cadena de 4 unidades de azúcares (quinovosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa). La escamonina I tiene en el carbono 4 de la quinovosa terminal un tiglato y en el carbono 2 de la rhamnosa un metilbutirato. La escamonina II no tiene el tiglato y en ambas moléculas se forma una lactona con el hidroxilo del carbono 3 de la rhamnosa y el carboxilo del ácido jalapínico.

En 1992, los mismos autores caracterizaron otras dos glicorresinas, las escamoninas VII y VIII. Son también resinas glicosídicas del ácido jalapínico. La escamonina VII tiene una cadena de 4 azúcares, fucosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa, unidas en el carbono 11 del ácido graso, en el carbono 4 de la quinovosa terminal un tiglato y en el carbono 2 de la rhamnosa un metilbutirato. La escamonina VIII tiene la cadena de azúcares formada por quinovosa, glucosa, rhamnosa y glucosa y los mismos ésteres de la escamonina VII en las mismas posiciones. Ambas moléculas están lactonizadas en el carbono 3 de la rhamnosa.

#### *Convolvulus microphyllus*

Wagner y Schwarting (1977) reportaron la estructura del ácido microfílico, el ácido glicosídico principal de la resina soluble en éter de esta especie. Este ácido es el O- $\alpha$ -L-rhamnopyranosil (1 $\rightarrow$ 6)-[O- $\alpha$ -L-rhamnopyranosil (1 $\rightarrow$ 4)]-O- $\beta$ -D-glucopyranosil-(1 $\rightarrow$ 3)-O- $\beta$ -D-fucopyranósido del ácido jalapínico.

#### *Ipomoea fistulosa*

De las hojas de *Ipomoea fistulosa*, Legler (1965) aisló un producto resinoso de alto peso molecular. Esta sustancia supuso estaba formada por los ácidos 7-hidroxicarbanóico, 11-hidroxitetradecanóico, 11-hidroxiheptadecanóico y 3, 11-dihidroxitetradecanóico enlazados a varias unidades de D-glucosa, D-fucosa, D-quinovosa y L-rhamnosa, con lo que conformaban los ácidos glicosídicos correspondientes, con un peso equivalente entre 800 y 1300. Los ácidos

glicosídicos estaban unidos uno con otro, para formar una asociación de poliésteres con un peso molecular promedio de 25,000. Una parte de los grupos hidroxilo estaban esterificados con ácido tiglico y ácidos saturados de 2, 4 y 5 átomos de carbono y con el ácido 3, 11-dihidroxitetradecanoico.

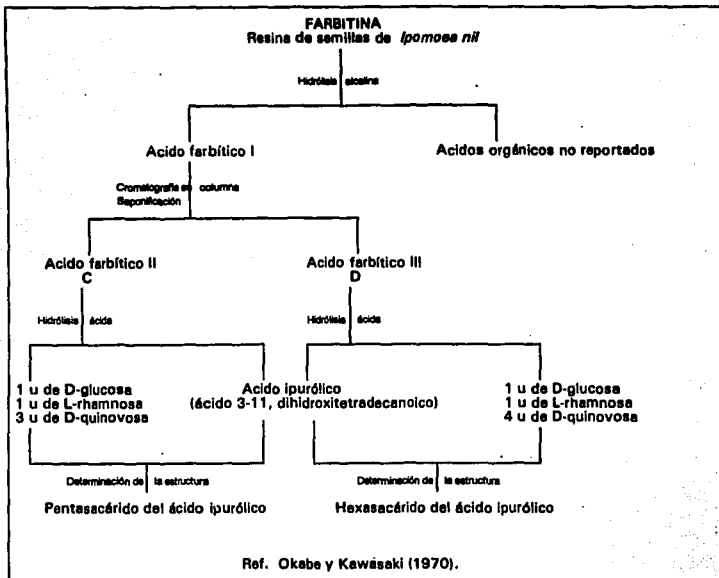
### *Ipomoea leari*

En un estudio sobre plantas de la India con un diverso rango de actividad biológica, se incluyó *Ipomoea leari*. Los estudios en esta especie llamaron la atención de Sarin, et al. y en 1973 reportaron el aislamiento de un glicósido a partir de la planta completa, al cual llamaron ipolearósido. Esta sustancia fue caracterizada química y espectroscópicamente como un glicósido del ácido 3, 11-dihidroxipalmitico que tenía glucosa, rhamnosa, rhamnosa' y fucosa.

### *Ipomoea nil*

De las semillas de esta especie Asahina y Terada (1919) (en Okabe y Kawasaki, 1970), aislaron por hidrólisis alcalina de la farbitina (glicorresina de esta especie) los ácidos (+)- $\alpha$ -metilbutírico, valérico, tiglico,  $\alpha$ -metil- $\beta$ -hidroxibutírico, junto con el ácido farbítico, este último formado por el ácido ipurólico [(+)-3,11-dihidroxitetradecanoico], D-glucosa y L-rhamnosa.

Sin embargo, Okabe y Kawasaki (1970) reportaron que el "ácido farbítico" no era un sólo compuesto y que sus dos principales componentes eran los ácidos farbíticos C y D cuyas estructuras son penta y hexasacáridos del ácido ipurólico, respectivamente, que contienen glucosa, rhamnosa y quinovosa.



*Ipomoea parasitica*

Dentro de los constituyentes glicosídicos de las semillas de *Ipomoea parasitica*, Smith, et al. (1964) encontraron una mezcla que tenía cuando menos 4 glicósidos acilados del ácido 11-hidroxipalmitico. La fracción glicosídica desacilada es una mezcla de disacáridos del ácido hidroxilado. El ácido  $\alpha$ -metilbutírico se obtuvo por hidrólisis alcalina y los azúcares D-fucosa, D-quinovosa y 6-desoxiglucosa, se liberaron por hidrólisis ácida. Estas moléculas representaron en esa época un primer ejemplo de glicósidos diferentes a otros encontrados en las

Convolvuláceas, porque tenían 6-desoxigulosa y no tenían D-glucosa ni D-rhamnosa. Hasta la fecha son escasos los reportes de Convolvuláceas que presenten glicolípidos en resinas purgantes con solamente 2 unidades de azúcar.

### *Ipomoea purpurea*

Power y Rogerson (1909, en Chem. Abst. 3: 428 <sup>5</sup>) realizaron análisis químicos de la parte aérea de *Ipomoea purpurea* y encontraron en la glicoresina un alcohol cristalino, el ipuranol, de fórmula  $C_{23}H_{38}O_2(OH)_2$  y como productos de hidrólisis ácidas y/o básicas, entre otros, glucosa, ácido ipurólico ( $C_{13}H_{23}(OH)_2COOH$ ), ácido dihidroxilaúrico, ácido 2-butírico, y otros ácidos volátiles.

Durante una investigación de las semillas de *Ipomoea purpurea*, Nikolín, et al. (1978) en un intento por aislar los alcaloides fisiológicamente activos, aislaron dos nuevos glicósidos, uno de ellos llamado ipopurpurósido, de fórmula  $C_{42}H_{74}O_{16}$ , que por hidrólisis ácida dió glucosa, rhamnosa y 6-desoxi-D-glucosa y ácido ricinoleico (12-hidroxioleico) y por hidrólisis alcalina obtuvieron un ácido metilbutírico.

### *Ipomoea turpethum*

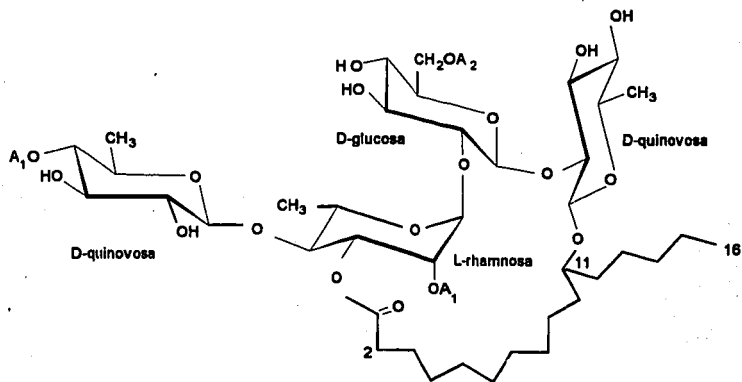
En un estudio de la resina de la raíz de *Ipomoea turpethum* (jalapa de la India), Wagner, et al. (1978) aislaron y elucidaron las estructuras de los principales ácidos glicosídicos de la fracción soluble en alcohol. Estos ácidos los denominaron turpetínicos (A a E) siendo todos éstos gluco-gluco-rhamno-glucósidos de los ácidos 3,12-dihidroxipentadecanoico, 4,12-dihidroxipentadecanoico, 4,12-dihidroxihexadecanoico, 3,12-dihidroxihexadecanoico y 11-hidroxihexadecanoico respectivamente.

### *Ipomoea stans*

De la raíz de esta *Ipomoea*, Enríquez, et al. (1992) aislaron una mezcla de ácidos glicosídicos y



determinaron por espectroscopía de RMN bidimensional la estructura de uno de ellos, cuya fórmula es la siguiente:



A<sub>1</sub> = α-metilbutirilo

A<sub>2</sub> = β-hidroxiα-metilbutirilo

Fig. 8 Estructura de la glicorresina de *Ipomoea stans* según Enríquez, et al. (1992).

Esta estructura presenta una gran similitud con las orizabinas reportadas para *Ipomoea orizabensis*. Es un tetrasacárido del ácido jalapínico, el cual también se lactoniza en la posición 3 de la rhamnosa; sin embargo el azúcar que se une al ácido jalapínico es quinovosa y no fucosa, además no tiene ácido tiglico, pero sí ácido 3-hidroxi-2-metilbutírico y metilbutírico, como la orizabina I.

### Merremia mammosa

De una planta de la medicina folklórica de Indonesia, la "Bidara upas" (*Merremia mammosa*), Kitagawa, et al. (1988) analizaron los constituyentes químicos de los tubérculos. Los autores

aislaron seis resinas glicosídicas llamadas memerrósidos a, b, c, d, f y g, y determinaron la estructura de los compuestos b y d. Son tetrasacáridos del ácido jalapínolico, esterificados por el ácido iso-butírico.

### 3.3.4 Tablas de compuestos

En la siguientes Tablas se presentan los compuestos que conforman las glicoresinas y que se han aislado hasta la fecha de estas especies, y sus productos de hidrólisis.

<i>Ipomoea purga</i>		
CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Mayer (1852, en Shellard, 1961).		ácido jalapínolico
Autterhof y Demleitner (1955).		ácido acético ácido tíglico ácido valérico ácido jalapínolico ácido convolvulinólico glucosa rhamnosa
Shellard (1961).	convolvulina jalapina	ácido tíglico ácido acético ácido propiónico ácido isobutírico ácido isovalérico ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido valérico ácido ipurólico ácido jalapínolico ácido convolvulinólico ácido hidroxilaurico glucosa fucosa rhamnosa.
Hoehnel (1896, en Shellard, 1961).		ácido propiónico ácido púrgico $C_{27}H_{46}O_{12}$ ácido convolvúlico $C_{45}H_{80}O_{28}$ ácido hidroxilaurico azúcares reductores ácido convolvulinólico $C_{13}H_{30}O_3$

Power & Rogerson (1910).	ipurganol pentatriacontano β-metil-aesculetina ácido butírico ácido propiónico ácido valérico ácido isovalérico azúcares e hidroxiacidos ácido ipurónico ácido convolvulinólico	
Votocék (1910).		ácido purgínico ácido convolvulinico quinovosa glucosa fucosa rhamnosa
Votocék, et al. (1929).	convolvulina $C_{32}H_{92}O_{32} \cdot 7H_2O$	ácido tíglico ácido isovalérico ácido propiónico ácido purgínico ácido exogónico ácido rhamnoconvolvulinico ácido convolvulinólico $C_{16}H_{32}O_4$ ácido 3, 12-dihidroxipalmítico
Mannich & Schumann (1938).		ácido rhamnoconvolvulinico $C_{32}H_{92}O_{32} \cdot 7H_2O$ ácido tíglico ácido exogónico ácido isovalérico ácido 2-butírico
Graf & Dahle (1964).	ácido exogónico	
Singh & Stacey (1973).	β-D-quinovosido del ácido 11-hidroxitetradecanoico	ácido jalapínico quinovosa

*Ipomoea orizabensis*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Power & Rogerson (1910).	escopoletina ácido 3,4 dihidroxicinámico glucosa hentriacontano $C_{31}H_{64}$ fitosterol $C_{27}H_{46}O$ alcohol cetílico $C_{16}H_{34}O$ ácido palmítico ácido esteárico ácido oléico ipuranol $C_{23}H_{40}O_4$ ácido linoléico	ácido α-metilbutírico ácido tíglico ácido jalapínico $C_{16}H_{32}O_3$ metil jalapinolato dextrosa y una metil pentosa
Kromer, 1898, (en Shellard, 1961b).		ácido isovalérico glucosa ácido $C_{16}H_{32}O_3$ (ácido 12hidroxi-13 metilpentadecanoico)

Shellard (1961b).		ácido tíglico ácido acético ácido propiónico ácido isobutírico ácido isovalérico ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido valérico ácido ipurólico ácido jalapínolico ácido convolvulinólico glucosa fucosa rhamnosa.
Noda, et al. (1987).	orizabina I orizabina II orizabina III orizabina IV	ácido tíglico ácido metilbutírico ácido isobutírico ácido nílico ácido jalapínolico glucosa fucosa rhamnosa. quinovosa

*Operculina macrocarpa*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Secoville (1918).		glucosa
Auterhoff & Demleitner (1955).	convolvulina	ácido tíglico ácido valérico ácido convolvulinólico ácido jalapínolico glucosa rhamnosa
Shellard (1961a).		ácido tíglico ácido acético ácido valérico ácido isovalérico ácido propiónico ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido glicosídico ácido 3, 12-dihidroxipalmitico ácido brazilolico ácido jalapínolico glucosa rhamnosa

Graf, et al. (1965).		ácido acético ácido tíglico ácido valérico ácido piválico ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido isovalérico ácido propiónico ácido 4-oxocaprílico ácido exogónico
Wagner y Kazmaier (1971; 1977).		ácido operculínico=ácido rhamnoconvolvulínico=ácido 3,12 dihidroxipalmitico-12-O- $\alpha$ -D- glucopiranosil (1-4)-[ $\alpha$ -L- rhamnopiranosil (1-6)]- $\alpha$ -D- glucopiranosil (1-3)- $\alpha$ -L- rhamnopiranosil (1-2)-[ $\beta$ -D- glucopiranosil (1-3)]- $\beta$ -D- glucopiranosido. ácido acético ácido tíglico, ácido valérico ácido piválico ácido propiónico ácido isovalérico ácido exogónico ácido 4-oxocaprílico glucosa rhamnosa
Ono, et al. (1989).	operculina I operculina II	ácido jalapínolico ácido operculínico ácido dodecanóico ácido decanóico ácido rhamnoconvolvulínico
Ono, et al. (1989a).	jalapina	ácido operculínico A ácido operculínico B ácido operculínico C fucosa glucosa rhamnosa ácido jalapínolico

*Ipomoea muricata*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Mirsa & Tewari (1953).	muricataína A	muricataína B ácido butírico ácido valérico ácido $C_{10}H_{18}O_4$ ácido $C_{14}H_{24}O_4$ ácido oxálico ácido fórmico ácido butírico

Khanna & Gupta (1967).	muricatina A (mezcla de tres productos)	muricatina B ácido capríco glucosa ácido palmítico ácido esteárico ácido jalapινόlico L-rhamnosa
Noda, et al. (1988).		ácido muricático A ácido muricático B ácido muricático C ácido isobutírico ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido 2-3R-nílico ácido jalapινόlico quinovosa fucosa rhamnosa
Noda, et al. (1988a)	muricatina I muricatina II muricatina III muricatina IV muricatina V muricatina VI	ácido metilbutírico ácido isobutírico ácido jalapινόlico quinovosa fucosa rhamnosa
Noda, et al. (1988b).	muricatina VII muricatina VIII	ácido metilbutírico ácido jalapινόlico quinovosa rhamnosa

*Convolvulus scamonia*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Bauer & Junge, 1934, (en Shellard, 1961b).	escamonina	ácido 11-hidroxipalmítico ácido metilcrotonico ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido valérico fucosa glucosa rhamnosa
Shellard (1961b).		ácido tíglico ácido acético ácido propiónico ácido isobutírico ácido isovalérico ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido valérico ácido ipurólico ácido convolvulinólico ácido jalapινόlico glucosa fucosa rhamnosa

Bauer & Junge (1934).		ácido escamónico dextrosa fucosa L-rhamnosa glucosa
Noda, et al. (1990).	escamonina I escamonina II	ácido tíglico ácido metilbutírico ácido jalapínico quinovosa glucosa rhamnosa
Noda, et al. (1992).	escamonina VII escamonina VIII	ácido tíglico ácido metilbutírico ácido jalapínico fucosa quinovosa glucosa rhamnosa

*Convolvulus microphyllus*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Wagner & Schwarting (1977).	ácido microfílico	

*Ipomoea fistulosa*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Legler (1964).	éster glicosídico resinoso de alto peso molecular (poliéster)	ácido 7-hidroxi decanoico ácido 11-hidroxitetradecanoico ácido 3,11 dihidroxitetradecanoico D-glucosa D-fucosa D-quinovosa L-rhamnosa ácido tíglico ácido acético ácido butírico ácido valérico

*Ipomoea leari.*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Sarin, et al. (1973).	ipolearosido	ácido 3,11-dihidroxi hexadecanoico glucosa rhamnosa fucosa

*Ipomoea nil*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Asahina & Terada, 1919, (en Okabe & Kawasaki, 1970).	farbitina	ácido farbítico (ácido ipurólico, D-glucosa y L-rhamnosa) ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido valérico ácido tiglico ácido $\alpha$ -metil- $\beta$ -hidroxibutírico
Okabe & Kawasaki (1970).		ácido metilbutírico ácido valérico ácido tiglico ácido $\alpha$ -metil- $\beta$ -hidroxibutírico ácido farbítico I (ácido ipurólico, D-glucosa y L-rhamnosa) ácido farbítico II (pentaglicosido del ácido ipurólico con glucosa, rhamnosa y quinovosa) ácido farbítico (hexaglicósido del ácido ipurólico con glucosa rhamnosa y quinovosa)

*Ipomoea purpurea*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Power & Rogerson, 1909, (en Chem. Abst. 3:428 <sup>3</sup> ).	ipuranol $C_{23}H_{38}O_2(OH)_2$	pentatriacontano ( $C_{35}H_{72}$ ) fitosterol ácido palmítico ácido esteárico glucosa ácido ipurólico ( $C_{13}H_{25}(OH)_2COOH$ ) ácido dihidroxilaúrico ácido metiletil acético
Nikolin, et al. (1978).	Ipopurpurosido $C_{42}H_{74}O_{16}$ .	glucosa rhamnosa 6-desoxiglucosa ácido ricinoléico (12-hidroxiesteárico) ácido metilbutírico



*Ipomoea turpethum*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Wagner, et al. (1978).		ácidos turpéticos A a E glucosa rhamnosa ácido 3,12- dihidroxipentadecanoico ácido 4,12- dihidroxipentadecanoico ácido 4,12- dihidroxihexadecanoico ácido 3,12-dihidroxihexadecanoico ácido 11-hidroxihexadecanoico

*Ipomoea stans*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Enríquez, et al. (1992).	glicósido A = glicorresina 2	ácido $\alpha$ -metilbutírico ácido $\beta$ -hidroxi- $\alpha$ -metilbutírico ácido jalapínico quinovosa glucosa rhamnosa

*Merremia mammosa*

CITA BIBLIOGRAFICA	COMPUESTOS	PRODUCTOS DE HIDROLISIS
Kitagawa, et al. (1988).	memerrosidos b, d,	ácido jalapínico ácido isobutírico azúcares

En el siguiente cuadro se muestran las partes de la planta de donde se han extraído las glicorresinas.

RAIZ	SEMILLAS	PARTE AEREA	HOJAS	PLANTA ENTERA
<i>I. orizabensis</i>	<i>I. purpurea</i>	<i>I. purpurea</i>	<i>I. fistulosa</i>	<i>I. carnea</i>
<i>I. purga</i>	<i>I. parasitica</i>			
<i>C. scammonia</i>	<i>I. muricata</i>			
<i>O. macrocarpa</i>	<i>I. nil</i>			
<i>C. microphyllus</i>	<i>I. leari</i>			
<i>I. turpethum</i>				
<i>I. stans</i>				
<i>M. mammosa</i>				

## **4 UBICACION TAXONOMICA**

### **4.1 *Ipomoea purga***

#### **4.1.1 Clasificación**

Reino	Vegetal
División	Embriophyta siphonogama
Subdivisión	Angiospermae
Clase	Dicotyledoneae
Orden	Tubiflorae
Familia	Convolvulaceae
Género	<i>Ipomoea</i>
Especie	<i>Ipomoea purga</i> (Wender.) Hayne, Arzn. Gear. 12: pls. 33-34. 1833

#### **4.1.2 Sinonimias**

(Matuda, 1964).

*Ipomoea purga* Choisy, DC. Prod. 9: 1845; Willis, Proc. Fl. 184. 1894; House, Ann. N.Y. Acad. Sci. 240. 1908.

*Convolvulus jalapa* Schiede, en *Linnaea* 5. 473. 1830. non *C. jalapa* L. 1767.

*Ipomoea jalapa* Nutt. & Coxe, en Ame. Journ. Med. Sci. 5:300-307. 1830. Schiede y Deppe, en G. Don Gen. Syst. Journ. Sci. 5: 300-307. 1830; Schiede y Deppe, en G. Don. Gen Syst 4: 271. 1838. non *I. jalapa* Pursh. 1814.

*Convolvulus purga* Wender en Pharm. Centralb. I: 457. 1830; D. Dietr. Syn. Pl. 1: 667. 1839.

*Ipomoea schiedeana* Zuccar, Flora 14: 801, 1831; Pl. nov. vel Min Cogn. 293. 1832.

*Exogonium purga dumosum* Benth. Pl. Hatw. 46. 1840.

*Convolvulus officinalis* Pelletan, Steud. nom ed 21: 410. 1841. 268. 1845.

#### 4.1.3 Descripción de la especie

Hierba perenne, voluble con rizoma tuberoso. Pecíolos glabros o esparcidamente pilosos, de 1.5-5 cm de largo. Hojas glabras anchamente ovales, cordadas, acuminadas, de 9-11 cm de largo por 5-7 de ancho. Pedúnculos en axilas, de 1.5-6 cm de largo, casi glabros, con 2 brácteas pequeñas; pedicelos gruesos, glabros de 10-12 mm; sépalos desiguales, ovales, obtusos, redondeados, de 4-9 mm de largo, coriáceos glabros. Corola de tubo delgado, largo, de 5-8 cm de largo, azuloso-rosada, con estigma y estambres que sobresalen del tubo de la corola. Raíces tuberosas que contienen la resina, se compone de dos sustancias, jalapina y convolvulina, se emplea en medicina como purgante.

#### 4.1.4 Distribución

Jalisco, México, Veracruz, Oaxaca, Guerrero, hasta Guatemala y Centro América.

#### 4.1.5 Nombres vulgares

Quiebraplato, sombrilla, campanita, purga, rosa purga, y purga del monte (Pedraza, 1982).

### 4.2 *Ipomoea orizabensis*

#### 4.2.1 Clasificación

Reino	Vegetal
División	Embriophyta siphonogama
Subdivisión	Angiospermae
Clase	Dicotiledoneae
Orden	Tubiflorae

Familia	Convolvulaceae
Género	<i>Ipomoea</i>
Especie	<i>Ipomoea orizabensis</i> (Pelletan) Ledenois. ex Steud. Nom ed. 2818. 1841.

#### 4.2.2 Sinonimias

(Matuda, 1964).

*Convolvulus serotinus* DC., A.P. Catal. Hort. Bot. Monsp. 97. 1813.

*Ipomoea serotina* Roem. et Schult, Syst. 4: 215. 1819.

*Pharbitis serotina* (DC.) Choisy, DC. Prodr. IX: 341. 1845.

*Quamoclit serotina* (DC.) Don. Gen. Syst. IV: 259. 1838.

*Convolvulus superbus* H.B.K. Nov. Gen. Sp. Pl. III: 103. 1818.

*Convolvulus sanguineus* Willd. ex Roem. et Schult. Syst. IV: 302. 1819.

*Pharbitis orizabensis* (Lindl) Hook. Cur-Bull, Acad. Roy. Brux. XII: 271, 1845.

*Ipomoea superba* (H.B.K.) Don Gen Syst. IV: 275. 1838. Non. *I. superba* Ledel (1822), non *I. superba* Schran (1828).

*Ipomoea longepedunculata* (Mart. et Gal.) Hemsley, Biol. Centr. Amer. Bot. II: 389. 1882.

*Pharbitis longepedunculata* Mart. et Gal., Bull. Acad. Rey. Brux. XII: 271. 1845.

*Ipomoea batatoides* Benth., Pl. Hartweg., 46. 1840. non *I. batatoides* Choisy, 1837.

*Convolvulus orizabensis* Pelletan, Jour. Chemie Medicale, Pharmacie et Toxicologie 10: 1.

1834.

*Ipomoea mestitlanica* Choisy, DC. Prodr. 9: 389. 1845.

*Ipomoea tyrianthina* Lindley, en Edward, Bot. Reg. XXIV: 97. 1838. O' Donell, Anal. Inst. Biol. XII: 98. 1941.

#### 4.2.3 Descripción de la especie

Esta descripción de la especie es la presentada por Matuda (1964) para *Ipomoea tyrianthina*, y considera que *I. orizabensis* es sinonimia.

Planta voluble con rizoma tuberoso; tallos hirsutos, pubescentes a glabros. Peciolos cortos, laxamente pubescentes. Láminas cordadas, enteras o 3-lobadas, acuminadas, mucronadas, de 6-13 cm de largo y ancho, pubescentes en ambas caras con nervaduras prominentes en ambas caras. Pedúnculos de 13-20 cm pubescentes; brácteas lanceoladas, lineares de 7-8 mm. Inflorescencia 3-5 flores. Pedicelos algo engrosados en la parte superior, de 1.5-2 cm. Sépalos subiguales, los exteriores pubescentes, los interiores glabros, borde escarioso de 13-15 mm de largo por 5-6 de ancho, oblongo-lanceolados; corola purpúrea, glabra, campanulada, de 7-8.5 cm de largo. Ovario glabro, 2-locular, 4-ovulado, cápsula subglobosa, 2-locular, 4-seminada; semillas pardas de 4-5 mm.

#### 4.2.4 Distribución

En América su distribución va de México a Guatemala. En México se encuentra en los estados de Sinaloa, Nuevo León, Querétaro, Michoacán, Hidalgo, México, Distrito Federal, Morelos, Puebla, Veracruz, Oaxaca, Tabasco, Chiapas y Quintana Roo.

#### 4.2.5 Nombres vulgares

Jalapa macho, Jalapa fusiforme de Guibourt, Jalapa de Tampico, Jalapa de Orizaba (Jáuregui,

1885). *Jalapa pesada* (Velasco, 1885), *Jalapa ligera* (Villada, 1903), *Escamonea mexicana* (Blanco, 1949).

#### 4.3 *Ipomoea jalapa*

##### 4.3.1 Clasificación

Reino	Vegetal
División	Embriophyta siphonogama
Subdivisión	Angiospermac
Clase	Dicotiledoneae
Orden	Tubiflorae
Familia	Convolvulaceae
Género	<i>Ipomoea</i>
Especie	<i>Ipomoea jalapa</i> (L.) Pursh, Bot. Mag. pl. 1572. 1813

##### 4.3.2 Sinonimias

(Matuda, 1964)

*Convolvulus jalapa* L. Mant. 43. 1759.

*Convolvulus mechoacan* Vitm. Summa Pl. 1: 434. 1789.

*Convolvulus lividus* Moc. et Steud. nom. ed. 2.2, 1: 409. 1847.

*Convolvulus jatiana* J. F. Gmel. Syst. 339. 1796.

*Batatas jalapa* Choisy. Conv. Rar. 125. 1837; DC. Prodr. 9: 338. 1845.

*Ipomoea carrizalia* Brandege, Univ de Calif. Pub. Bot. 4-19: 382. 1913.

### **4.3.3 Descripción de la especie**

Planta robusta, perenne, con raíces tuberosas napiformes, blanco tomentosas pubescentes. Pecíolos gruesos, blanco-tomentoso-pubescentes, de 6 a 8 cm de largo; hojas triangular-ovales, levemente cordadas, obtusas, de 6-9 cm de largo y ancho, enteras o trilobadas, plateado-pubescentes en la cara inferior; pedúnculos gruesos, macizos de 7-8.5 cm, esparcidamente blanco-pubescentes, a veces con pedicelos de una o varias flores; brácteas caedizas; sépalos coriáceos, desiguales, orbiculares, obtusos, plateado-tomentosos-pubescentes, los exteriores de 10-12 mm, los interiores de 15-20 mm con pedicelos macizos de 15-18 mm; corola de 7-10 cm de largo, purpúrea; cápsula globosa de 15 mm de largo, con 4 celdas; semillas 4, cubiertas en su dorso con pelillos finos, largos, de color dorado-pálido.

### **4.3.4 Distribución**

Nuevo León, Tamaulipas, Jalisco, Veracruz y San Luis Potosí.

### **4.3.5 Nombres vulgares**

Jalapa monstruosa (Jáuregui, 1885).

## **5 PARTE EXPERIMENTAL**

### **5.1 Condiciones generales**

Los puntos de fusión se determinaron en un aparato Fischer Johns y se reportan los valores sin corrección. Para la cromatografía en columna se utilizó gel de sílice Merck 60 de malla 70-230. La cromatografía en capa fina (CCF) de control se efectuó utilizando cromatoplasas de gel de sílice Merck 60 F 254 de 0.25 mm de espesor. El revelado de las placas se hizo utilizando luz ultravioleta de onda larga y con revelador de sulfato cérico-ácido sulfúrico. El análisis elemental se realizó en Galbraith Laboratories Inc. Quantitative (Estados Unidos de América).

Los espectros de ultravioleta se determinaron en un espectrofotómetro Perkin Elmer, modelo 552, en metanol y con 1 mg de muestra. Los espectros de infrarrojo, en un espectrofotómetro de transformada de Fourier modelo Nicolet FT-5 SX, en pastilla de KBr y con 2 mg de muestra. La espectrometría de masas la realizó el Dr. Michael S. Tempesta en la Universidad de Missouri, Columbia (EUA) a través de la Organización Internacional de las Ciencias Químicas para el Desarrollo (IOCD), y se obtuvieron en matriz de ANB-glicerol, bombardeando con iones  $\text{Na}^+$  y  $\text{Li}^+$  y fueron de baja resolución y de barrido total. Los espectros de Resonancia Magnética Nuclear (RMN) tanto protónica como de  $^{13}\text{C}$  de las glicoresinas A, B y C se obtuvieron en un espectrómetro Varian modelo Gemini 200; y para los ácidos grasos glicosilados se obtuvieron en un aparato Varian modelo VXR 300 S a 300 MHz; en todos los casos se utilizó TMS como referencia interna, los desplazamientos químicos ( $\delta$ ) se expresan en partes por millón (ppm), las señales se indican de la siguiente manera: s=singlete, d=doblete, dd=doblete de doblote, t=tripleto, c=cuarteto, m=multiplete y a=señal ancha; las constantes de acoplamiento (J) se dan en Hertz (Hz).

Los experimentos de la actividad purgante de las resinas estuvieron a cargo de la M. en C. Alicia Lara Lemus y se llevaron a cabo en la Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad



Iztapalapa. Las observaciones histológicas e histoquímicas las realizó el Dr. Guillermo Laguna Hernández, en el Lab. de Citología de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional Autónoma de México.

## 5.2 Muestras estudiadas

Para realizar el estudio comparativo entre las especies de *Ipomoea* se analizaron 3 muestras de *Ipomoea orizabensis*: una ( $O_p$ ) recolectada el 29 de septiembre de 1989 en el Km 205-206 de la carretera No. 170, Puebla-Orizaba, estado de Puebla; otra ( $O_v$ ) recolectada el 19 de septiembre de 1990 entre el kilómetro 66 y 65 de la carretera No. 125 México-Acultzingo, estado de Veracruz; y la tercera (T) recolectada en el mes de noviembre de 1980 en el poblado de Ocuilán, Km 32 de la carretera a Chalma, en el estado de México. De *I. purga* (P), una muestra recolectada el 22 de septiembre de 1990 en Atzalan, Municipio de Jalacingo, estado de Veracruz. De *I. jalapa* se estudiaron dos raíces, una ( $J_{DR}$ ) recolectada el 10 de junio de 1991 en Dos Ríos, Municipio de Dos Ríos, estado de Veracruz; y otra ( $J_j$ ) recolectada el 15 de noviembre de 1991 sobre el camino de Apazapan a Jalcomulco, estado de Veracruz. Los ejemplares de herbario se depositaron en la colección del Herbario Nacional (MEXU) y las especies las determinaron la Biól. Leticia Torres y el Sr. Francisco Ramos. Se adquirieron también dos muestras comerciales de "raíz de jalapa", una (D) en marzo de 1991, en el mercado de Sonora, México, D. F., y otra (V) en septiembre de 1991 en el mercado de Jáuregui, Jalapa, estado de Veracruz.

De la raíz recolectada en el mes de noviembre de 1980, en el estado de México, de *Ipomoea orizabensis* (T) se aislaron las dos glicorresinas cuya estructura se analiza. El ejemplar de herbario se depositó en la colección del Herbario de la Facultad de Ciencias (FCME), con número 040173, y la especie la determinó el Dr. Andrew Mc. Donald.

El material vegetal se secó a temperatura ambiente y se molió en un molino de manivela hasta tener un polvo fino.

## **A. ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE *Ipomoea orizabensis*, *I. purga* e *I. jalapa***

### **5.3 Determinación de perfiles cromatográficos de glicorresinas**

Se pesaron 5 g de muestra de cada una de las raíces, se colocaron en un matraz Erlenmeyer, se adicionaron 15 ml de hexano y la mezcla se agitó durante 1 hora. Al finalizar este tiempo se filtró y las muestras se volvieron a extraer 2 veces más con hexano, en las mismas condiciones. Las muestras desengrasadas se dejaron secar y se guardaron para con éstas realizar los perfiles cromatográficos.

100 mg de cada muestra se colocaron en matraces Erlenmeyer y se adicionaron 3 ml de acetato de etilo a cada una; las mezclas se agitaron durante 1 hora y al terminar, se filtraron y los extractos se colocaron en tubos.

Con los extractos se realizó una cromatografía en capa fina de 10 cm de frente, aplicando un  $\mu$ l en las placas, eluyendo con  $\text{CHCl}_3$ -MeOH 8:1.3 y utilizando como testigo una mezcla de resinas B, C, D y E de *I. orizabensis* (T). Las placas se revelaron con revelador de sulfato cérico-ácido sulfúrico.

### **5.4 Determinación de la actividad farmacológica**

Se pesaron 100 g de raíz finamente molida de cada especie y se extrajeron en aparato Soxhlet con etanol durante 4 horas, 3 veces. Los extractos alcohólicos, de cada especie, se juntaron y se evaporaron en rotavapor hasta obtener un licor concentrado, el cual se vertió sobre 4 volúmenes de agua. Las resinas se separaron, se lavaron con agua y se dejaron secar al aire. El polvo formado, de cada especie, se pesó y se calculó su rendimiento (**Tabla 2**).

La acción purgante de las resinas se evaluó en ratas. Se utilizaron ratas macho de 250 a 350 g de peso corporal, alimentadas *ad libitum* con nutricubos Purina chow (alimento comercial).

El fármaco se preparó con 0.2 g de resina en un pequeño volumen de etanol y completando a

un volumen de 0.5 ml con agua. Se administró por vía intragástrica con ayuda de un catéter. Las ratas se anestesiaron ligeramente con pentobarbital sódico, a una concentración de 30 mg/g antes de la administración de la resina.

Se formaron 6 lotes de 6 ratas, 5 para probar las muestras (O<sub>v</sub>, P, J<sub>DR</sub>, D y V) y uno de control, sólo con etanol-agua. El experimento se realizó con un diseño dobleciego. Se observó la respuesta cuantitativa de cada lote.

### **5.5 Análisis histológico**

Las raíces se cortaron en pedazos de 1 hasta 4 cm<sup>3</sup>. Se fijaron en FAA (formol-acético-alcohol) durante 48 horas y se procesaron por la técnica de Johansen (1940) para su inclusión en parafina y su tinción con safranina-verde fijo. Se estudiaron cortes tangenciales, radiales y transversales. Algunos cortes se procesaron de acuerdo a las técnicas histoquímicas reportadas por Jensen (1962). La identificación de polisacáridos insolubles se hizo con el reactivo de Schiff, la de lípidos con rojo oleoso y para proteínas se siguió la técnica con azul-negro de naftol (Engleman, E. M. comm. pers.). La identificación de almidón se hizo con Lugol.

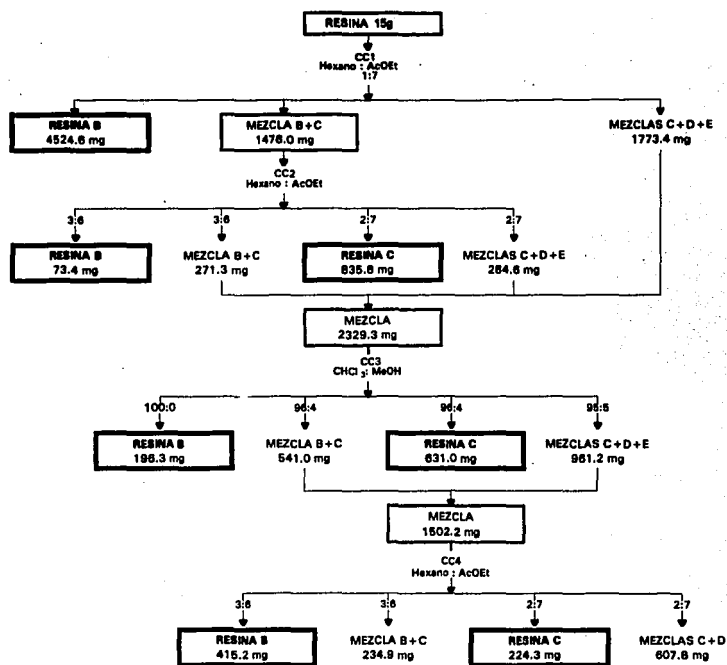
## **B. ELUCIDACION DE LA ESTRUCTURA DE DOS GLICORRESINAS DE RAIZ DE *Ipomoea orizabensis***

### **5.6 Extracción y separación de compuestos**

La raíz de *Ipomoea orizabensis* (510 g), finamente molida, se extrajo exhaustivamente primero con hexano y después con acetato de etilo (AcOEt) en aparato Soxhlet, con los siguientes rendimientos: Extracto hexánico 15.80 g (3.09%) y extracto de AcOEt 84.43 g (16.55%).

Con 15 gramos del extracto de acetato de etilo se efectuó una cromatografía en columna de gel de sílice (CC1), en una proporción 80:1 de sílice-muestra. El eluyente inicial fue acetato de

**etilo-hexano 5:1 y la polaridad se aumentó gradualmente con acetato de etilo hasta tener acetato de etilo 100%; posteriormente se empleó metanol hasta tener una proporción de acetato de etilo-metanol 9:1.**



**Fig. 9. Diagrama de la separación de glicorresinas**

Se obtuvieron 328 fracciones de 250 ml cada una, que se reunieron por su similitud en cromatografía en capa fina (CCF) de control. Las fracciones 43-108 tuvieron la glicorresina B pura, con un peso total de 4.524 g. Las fracciones 109-213 tuvieron la glicorresina C mezclada con la glicorresina B; el peso de esta fracción fue de 1.476 g. En las fracciones 214 a 310 se

encontró la glicorresina C mezclada con glicorresinas de mayor polaridad; el peso de estas fracciones fue de 1.773 g.

La fracción que contenía B y C (1.476 g) se sometió a una segunda cromatografía en columna de gel de sílice en una proporción sílice-muestra igual a la anterior (CC2). El eluyente inicial fue acetato de etilo-hexano 2:1; la polaridad se aumentó gradualmente hasta eluir con acetato de etilo 100% y posteriormente con metanol hasta tener una proporción de acetato de etilo-metanol 7:3. Se obtuvieron 1123 fracciones de 50 ml cada una, que se reunieron en 18 fracciones. De esta cromatografía se obtuvieron 835.8 mg de glicorresina C y 73.4 mg de glicorresina B.

Las mezclas de la glicorresina C con glicorresinas de mayor y menor polaridad, obtenidas en la CC2 y en la CC1 (Fig. 9), se reunieron para recromatografiarse (CC3). El peso total de estas fracciones fue de 2.33 g. Para la separación se utilizó sílice en las mismas condiciones anteriores. El eluyente inicial fue cloroformo y la polaridad se aumentó gradualmente hasta eluir con  $\text{CHCl}_3$ -MeOH 95:5. Se obtuvieron 464 fracciones de 50 ml, que se reunieron en 8 fracciones. El rendimiento en glicorresina C fue de 631.0 mg y en glicorresina B, 196.3 mg.

Finalmente, para separar las mezclas de la cromatografía anterior (1502.2 mg) se realizó una cuarta cromatografía en columna (CC4), comenzando a eluir con hexano-AcOEt 4:5. La polaridad se aumentó gradualmente hasta eluir con AcOEt. Se obtuvieron 268 fracciones de 50 ml cada una que se reunieron en 5 fracciones por su similitud en CCF. La glicorresina B se obtuvo cuando el eluyente tenía una proporción hexano-AcOEt 3:6 y la glicorresina C en la polaridad 2:7. De las cuatro cromatografías se obtuvo un total de 5.21 g (34.73%) de glicorresina B, 1.69 g (11.27%) de glicorresina C y varias mezclas que contienen principalmente glicorresina B, el peso de éstas fue de 7.16 g. Los rendimientos se calcularon a partir del extracto crudo.

### **5.7 Preparación de muestra analítica**

Para preparar esta muestra todo el material de vidrio se lavó con mezcla crómica y posteriormente todos los materiales utilizados se enjuagaron con disolventes filtrados, libres de polvo. De igual manera, toda la manipulación se realizó protegiendo la muestra de polvo.

La glicorresina se disolvió en acetato de etilo, la solución se filtró en embudo con fondo de vidrio poroso y se concentró para cristalización. El sólido cristalino se filtró y se guardó en un sobre de papel aluminio de donde se tomaron las muestras para análisis espectroscópico, elemental y punto de fusión.

### **5.8 Caracterización de las glicorresinas B y C**

Para la determinación del  $R_f$  se realizó una cromatografía en capa fina de gel de sílice; se utilizó como eluyente una mezcla de  $\text{CHCl}_3$ -MeOH 8:1.3.

En el análisis elemental se determinó carbono e hidrógeno y el oxígeno se calculó por diferencia.

Los espectros en el ultravioleta se determinaron en metanol con 1 mg de muestra y los espectros en el infrarrojo, en pastilla de KBr y con 2 mg de muestra. De la banda del grupo carbonilo de estos espectros se corrió la segunda derivada.

Los espectros de FAB-masas se obtuvieron en matriz de ANB/glicerol, bombardeando con iones  $\text{Na}^+$  y  $\text{Li}^+$  y fueron de baja resolución y de barrido total.

Los espectros de resonancia magnética protónica y de  $^{13}\text{C}$  se corrieron a 200 MHz, en acetona.

### **5.9 Fragmentación química de la glicorresina C**

#### **5.9.1 Hidrólisis alcalina**

En un tubo de ensaye con tapón esmerilado, se colocaron un gramo de glicorresina y 20 ml de NaOH 1 N. El tubo se cerró perfectamente y se colocó en un baño térmico de agitación constante

a 60 °C durante 2 horas. Posteriormente la suspensión formada se dejó en agitación constante, suspendiendo el calentamiento y llegando a temperatura ambiente, hasta completar 24 horas; al finalizar se adicionó HCl hasta tener un pH de 2.

Los ácidos volátiles hidrolizados se extrajeron de la mezcla de reacción, en embudo de separación, con 3 volúmenes de éter etílico. Los extractos etéreos se reunieron y se lavaron con 3 volúmenes de agua destilada. A las fases acuosa, etérea y a las aguas de lavado se les hizo CCF de control. La fase etérea se secó con sulfato de sodio anhidro y el éter se evaporó con corriente de nitrógeno, quedando los ácidos volátiles, los cuales pesaron 344.7 mg. La CCF de la mezcla de estos ácidos presentó 2 manchas con  $R_f=0.72$  y 0.84.

Para la separación e identificación de los ácidos volátiles de la glicorresina C se realizó una cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas con las siguientes condiciones: Sistema de CG-MS modelo 5985 B de Hewlett Packard con una columna capilar Ultra 2 (Crosslinked 5% Phe Me silicone) de 25 m de longitud y 0.52  $\mu\text{m}$  de diámetro interno. Las temperaturas de la columna fueron  $T = 45\text{ }^\circ\text{C}$  a una velocidad de calentamiento de  $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ , la del inyector de  $100\text{ }^\circ\text{C}$  y la de la fuente de iones de  $160\text{ }^\circ\text{C}$ . El gas acarreador fue helio a una velocidad de  $1\text{ ml}/\text{min}$ . Los espectros de masas de los ácidos volátiles, así separados (**Espectro 12**), presentaron iones moleculares ( $M^+$ ) en: a)  $M^+=102$  y b)  $M^+=100$ .

Para obtener el ácido graso glicosilado la fase acuosa de la hidrólisis alcalina se extrajo en embudo de separación con 3 volúmenes de n-butanol. Estos extractos se reunieron y se lavaron con 3 volúmenes de agua destilada. La solución butanólica se secó con sulfato de sodio anhidro y se trasvasó a un matraz bola de 100 ml donde se evaporó a presión reducida en un aparato de destilación y a temperatura ambiente. La temperatura se controló con un baño de agua tibia para evitar congelamiento de la mezcla. Los residuos del butanol se eliminaron adicionando metanol absoluto y evaporándolo en rotavapor a presión reducida hasta sequedad. Se obtuvieron 645.9 mg de este ácido.



De igual forma y con objeto de hacer un estudio comparativo se sometieron a hidrólisis alcalina 126.8 mg de la glicorresina A, 1 g de B y 591.1 mg de C. Se obtuvieron 78.5 mg, 116.9 mg y 418.5 mg de ácidos grasos glicosilados de A, B y C, respectivamente, los que se analizaron espectrométricamente por RMN de  $^{13}\text{C}$  y de  $^1\text{H}$  y correlación HETCOR de  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$ . Se determinó, además, el espectro  $^{13}\text{C}$ -DEPT en  $\text{CD}_3\text{OD}$ .

### **5.9.2 Hidrólisis ácida**

Al ácido graso glicosilado de la glicorresina C (645.9 mg) se le adicionaron 20 ml de solución de ácido sulfúrico 1 N y se colocó en un baño térmico de agitación constante a  $60\text{ }^\circ\text{C}$  durante 2 horas. Posteriormente la mezcla de reacción se dejó con agitación constante hasta completar 24 horas, suspendiendo el calentamiento y llegando a temperatura ambiente.

Finalizada la hidrólisis la mezcla se extrajo, en embudo de separación, con 3 volúmenes de éter etílico. Las extracciones etéreas se reunieron y se lavaron con 3 volúmenes de agua destilada. La fase orgánica se secó con sulfato de sodio anhidro y el éter se evaporó en baño María a baja temperatura. El ácido graso hidroxilado pesó 22 mg, y se determinaron los espectros de IR y RMN.

## **6 RESULTADOS Y DISCUSION**

Este trabajo se dividió en dos partes. En la primera (Parte A) se hizo un análisis comparativo entre raíces de tres especies de *Ipomoea* que son utilizadas como purgantes y en la segunda parte (Parte B) se realizó un estudio químico y espectrométrico para la elucidación de la estructura de dos de las glicorresinas aisladas de la raíz de *I. orizabensis*, recolectada en el estado de México, (T).

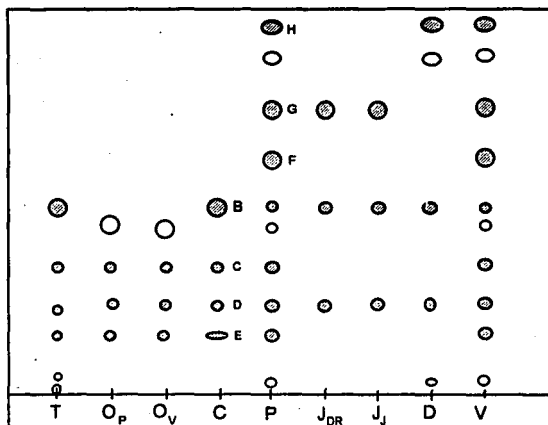
Para la primera parte se realizaron 3 estudios: Una determinación de perfiles cromatográficos de resinas glicosídicas de las tres especies consideradas (*I. orizabensis*, *I. purga* e *I. jalapa*) y de dos muestras de "raíz de jalapa" adquiridas comercialmente. Una evaluación farmacológica de estas cinco muestras y un análisis histológico de las raíces de *I. purga*, *I. orizabensis* e *I. jalapa*.

En la segunda parte, el estudio de las dos glicorresinas aisladas y purificadas, abarcó la determinación de sus constantes físicas (p.f.,  $R_p$ , P.M.), un análisis químico, que comprendió la determinación de su composición porcentual elemental, así como la fragmentación por hidrólisis de las glicorresinas, para obtener los componentes que las forman y estudiarlos por separado y, finalmente, el análisis espectroscópico (UV, IR, RMN y EM).

### **A. ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE *Ipomoea orizabensis*, *I. purga* e *I. jalapa***

#### **6.1. Perfiles cromatográficos de glicorresinas**

Los perfiles cromatográficos de glicorresinas de las raíces, se encuentran en la Fig. 10. Se utilizó como patrón de referencia una mezcla de las resinas B, C, D y E de *Ipomoea orizabensis*. El perfil de *I. purga* presenta, tres manchas (F, G, H) de mayor polaridad, que por sus  $R_p$  corresponden también a otras glicorresinas de referencia, (Pérez-Amador et al., 1989).



Eluyente:  $\text{CHCl}_3$ -MeOH 8:1.3

T = *Ipomoea orizabensis* del estado de México

O<sub>P</sub> = *I. orizabensis* del estado de Puebla

O<sub>V</sub> = *I. orizabensis* del estado de Veracruz

C = Mezcla de resinas patrón

P = *I. purga*

J<sub>DR</sub> = *I. jalapa* de Dos Ríos

J<sub>J</sub> = *I. jalapa* de Jalcomulco

D = "raíz de jalapa" del D. F.

V = "raíz de jalapa" del estado de Veracruz

B, C, D, E, F, G, H = resinas de referencia

Fig. 10 Perfil cromatográfico de glicoresinas de raíz

En la tabla siguiente se hace un resumen de la presencia o ausencia de estos marcadores en las distintas raíces.

Parte de la planta	Marcador	<i>I. orizabensis</i>			<i>I. purga</i>	<i>I. jalapa</i>		Raíz de jalapa	
		Edo. de Méx. (T)	Edo. de Puebla (Op)	Edo. de Ver. (Ov)	(P)	Dos Ríos (JDR)	Jalcomulco (Jj)	Distrito Federal (D)	Veracruz (V)
	E	√	√	√	√				√
	D	√	√	√	√	√	√	√	√
	C	√	√	√	√				√
RAIZ	B	√				√	√	√	√
	F				√				√
	G				√	√	√		√
	H				√			√	√

Tabla 1. Tabla del contenido de glicorresinas en las especies estudiadas. (√ = presencia).

El análisis de los perfiles muestra, que los de *Ipomoea orizabensis* son diferentes a los de *I. jalapa* y al de *I. purga*, por tanto, las tres especies tienen perfiles diferentes y característicos para cada una (Fig. 10).

Los perfiles de las muestras de *Ipomoea orizabensis* de Puebla y de Veracruz son idénticos, en tanto que el del estado de México presenta una mancha menos polar que no tienen las otras dos. Esto puede deberse a factores ambientales, ya que esta muestra se recolectó en época y sitio diferente. Los dos perfiles de *I. jalapa*, de Dos Ríos y de Jalcomulco son idénticos. De *I. purga* no se pudo contar más que con una sola muestra.

De las muestras comerciales, el perfil de la "jalapa" del D. F. se asemeja más al de *I. jalapa* que al de las otras *Ipomoeas*. Es igual en las zonas de alta y mediana polaridad (resinas D y B) y difiere en la zona de baja polaridad. El perfil de la "jalapa" de Veracruz es idéntico al de *I. purga*.

Respecto a la presencia de los marcadores, todos se encuentran en *I. purga* (7), *I. orizabensis* presenta sólo los más polares (la del edo. de México, 4, y las de Puebla y Veracruz, 3) e *I. jalapa* tiene tanto marcadores polares (2) como no polares (1).

Por todo lo anterior se ve, que los perfiles cromatográficos de glicorresinas pueden, en primera aproximación, proporcionar una forma rápida de diferenciación de las especies, basándose en la presencia y ausencia de los marcadores propuestos. Asimismo podrían servir de apoyo a la identificación de la especie en el caso de las muestras comerciales.

## 6.2 Determinación de la actividad farmacológica

Las resinas, preparadas en su forma oficial\*, tuvieron los siguientes rendimientos:

RAIZ DE:	PORCENTAJE DE RESINA EN LA RAIZ
<i>Ipomoea purga</i>	21.0 %
<i>I. orizabensis</i> de Veracruz	9.3 %
<i>I. jalapa</i> de Dos Ríos	3.4 %
Raíz de jalapa del DF	22.3%
Raíz de jalapa de Veracruz	25.2%

**Tabla 2. Rendimiento de las resinas preparadas en su forma oficial.<sup>1</sup>**

El mayor rendimiento lo presentaron las raíces de la especie *I. purga* (21.0%), seguidas de *I. orizabensis* (9.3%) e *I. jalapa* (3.4%). Esto está de acuerdo a lo dicho por Jáuregui (1885) y Velasco (1885), para *I. orizabensis*, con un rango de 8.0 hasta un 19.5 % de resina y con un rendimiento hasta de un 30.0% para *I. purga*; no reportaron la proporción de resinas de *I. jalapa*. Las raíces adquiridas comercialmente presentaron rendimientos superiores a los encontrados en *I. purga*: de 25.2% para la raíz de Veracruz y de 22.3 % para la raíz del D.F.

<sup>1</sup>Forma oficial = Forma como se prepara en la farmacopea.

En cuanto a las pruebas de actividad farmacológica, la acción purgante de las resinas se presentó en las ratas, a los siguientes tiempos:

RESINA DE	TIEMPO	TIPO DE EVACUACION
<i>Ipomoea purga</i>	30 min	heces consistentes
"Raíz de jalapa", Veracruz	30 min	heces consistentes
"Raíz de jalapa", D.F.	60 min	heces diarreicas
<i>I. orizabensis</i>	1 h 45 min	heces diarreicas
<i>I. jalapa</i>	no evacuaron	---
Control	no evacuaron	---

**Tabla 3. Actividad farmacológica de las resinas**

Las ratas del lote control no evacuaron durante 3 horas de observación, al igual que las ratas tratadas con resina de *I. jalapa*, además, estas últimas presentaron un comportamiento anormal, característico de intoxicación: pilo-erección, reflejo de vómito, pérdida del equilibrio y apertura de las patas traseras.

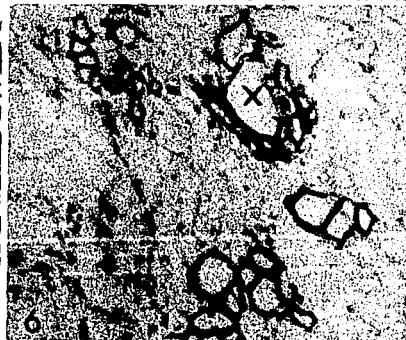
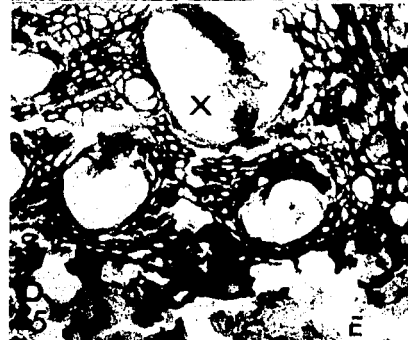
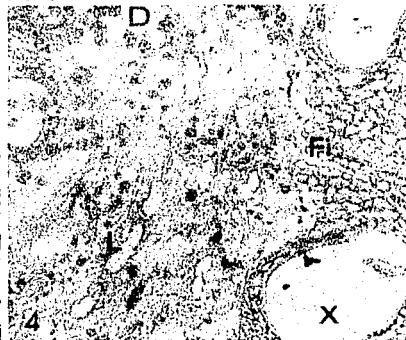
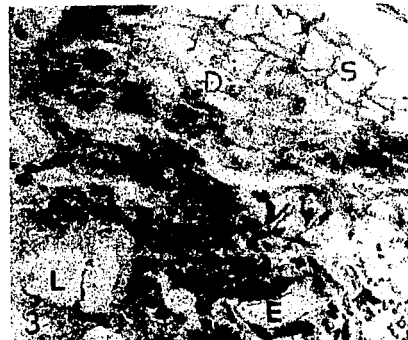
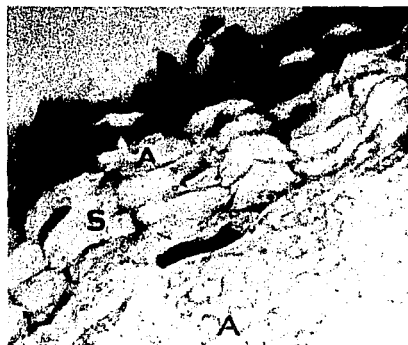
La **Tabla 3** muestra que, a dosis iguales, *I. purga* y la "raíz de jalapa" del estado de Veracruz presentan su acción farmacológica con el mismo tiempo de latencia (30 min) y en igual forma, con heces consistentes, la "raíz de jalapa" del D.F. tuvo un tiempo de latencia de 60 min, con heces diarreicas y por último con un efecto mas retardado *I. orizabensis* (1h 45 min), que ocasiona en los ratones evacuaciones con heces diarreicas.

Estos resultados concuerdan con los reportados por De Jáuregui (1885) y Velasco (1885), quienes mencionan que la resina de *I. orizabensis* es menos activa que la de *I. purga*. De *I. jalapa*, Velasco (1885) menciona que la resina es menos activa que la de *I. purga* y debe

administrarse a mayor dosis, sin embargo, no reporta nada acerca de su toxicidad, la cual se observó en este trabajo.

### 6.3 Análisis histológico

Los cortes permitieron analizar con claridad el arreglo de los estratos celulares e identificar algunas diferencias entre las especies estudiadas (Fig. 11). La felodermis o corcho en *Ipomoea purga* e *I. orizabensis* presenta diferencias. En la primera las capas más externas son células aplanadas, de paredes gruesas, con reacción positiva al rojo oleoso por la presencia de sùber. Le siguen hacia el interior dos capas de células cuyo contenido celular presenta pequeños granos de almidón y paredes muy gruesas. Enseguida se observan tres estratos sin contenido celular (células muertas). En *I. orizabensis* se encuentran hasta ocho estratos de células aplanadas sin contenido celular, o algunas con taninos, con paredes gruesas y reacción positiva al rojo oleoso. Por debajo de la felodermis hay células pétreas que no se observan en *I. purga*. En la corteza también presentan diferencias: en *I. orizabensis* los tres estratos de células más externas presentan drusas en forma de rosetas con cristales romboidales o triangulares que en *I. purga* son más escasas, presentándose solamente en algunas células del estrato más interno de los cinco o seis que forman el parénquima; contienen abundantes granos de almidón, pero en *I. purga* son más grandes y aglutinados. Presentan laticíferos unicelulares cuya distribución en *I. orizabensis* es en forma de haces de cinco a seis células, distribuidos en el parénquima, al contrario de *I. purga* en donde forman hileras continuas vecinas a los haces vasculares y limitadas por células parénquimatosas. La felodermis en *I. jalapa* es muy semejante a la de *I. orizabensis*, los laticíferos son escasos y aplanados. Los haces vasculares son grandes, sobretodo por el xilema que presenta vasos de gran diámetro y fibras de gruesas paredes. Los laticíferos dan reacción positiva con el rojo oleoso por la presencia de lípidos y el xilema con el azul-negro de naftol debido a la presencia de proteínas en la pared. Esta especie (*I. jalapa*) se caracterizó por la abundancia de esclereidas, del tipo braquiesclereidas (células pétreas), en paquetes entre los haces vasculares.





### **Fig. 11 Análisis histológico**

**Fotos 1 y 2: *I. purga*.** El súber (S) presenta en algunas células granos de almidón (A), pequeños. En el parénquima (P) los granos de almidón (A) son mas grandes. Los laticíferos (L) están dispuestos en hileras vecinas al cambium vascular (CV). a=340x y 200x.

**Foto 3: *I. orizabensis*.** El súber (S) presenta células grandes de paredes gruesas, sin contenido celular. Debajo de él se encuentra el parénquima (P) que contiene abundantes drusas (D) y granos de almidón (A). Entre las células del parénquima se encuentran los laticíferos (L) y esclereidas (E), células grandes de pared gruesa a=170x.

**Fotos 4 y 5: *I. jalapa*.** Se observan elementos de vaso (X) de gran diámetro, abundantes fibras (Fi), paquetes de esclereidas (E). Los laticíferos (L) escasos, entre el parénquima que presenta abundantes drusas (D). a=130x.

**Foto 6: *I. purga*.** Se observan elementos de vaso (X) sin fibras ni esclereidas. a=200x.

## **B. ELUCIDACION DE LA ESTRUCTURA DE DOS GLICORRESINAS DE RAIZ DE *Ipomoea orizabensis***

### **6.4. Compuestos separados del extracto de acetato de etilo**

De la separación cromatográfica se obtuvieron dos compuestos, uno, denominado glicorresina B, que se eluyó en hexano-acetato de etilo 3:6, y otro, denominado glicorresina C, que se separó en una mezcla más polar, hexano-acetato de etilo 2:7. La glicorresina B fue más abundante que la C en una proporción de 3:1. Se encuentran en el extracto otras glicorresinas en menor proporción, que se denominaron D y E, que no se separaron en forma pura, por lo que no se caracterizaron químicamente. La separación de éstas en buena cantidad para la determinación de su estructura química podría ser parte de un trabajo posterior.

### **6.5. Características de las glicorresinas B y C**

#### **Glicorresina B**

La glicorresina B es un sólido vítreo con punto de fusión de 120-121 °C, el  $R_f$  en CCF ( $\text{CHCl}_3$ -MeOH 8:1.3) fue de 0.47. El P.M. determinado por FAB-MS (**Espectros 3 y 4**) fue 1120 y el calculado para la fórmula  $\text{C}_{53}\text{H}_{92}\text{O}_{23}$  fue exactamente igual. El análisis elemental calculado para esta molécula (C= 58.92 %, H= 8.21 %, O= 32.86 %) está de acuerdo con el encontrado (C= 58.83 %, H= 8.28 %, O= 32.79 %). En UV se observaron absorciones en 212 nm, y en IR en  $3435 \text{ cm}^{-1}$  (OH);  $1742 \text{ cm}^{-1}$  (C=O) y  $1651 \text{ cm}^{-1}$  (C=C). La segunda derivada de la señal en  $1742 \text{ cm}^{-1}$  presentó bandas a:  $1746 \text{ cm}^{-1}$  (carbonilo de lactona); 1723, 1718 y  $1709 \text{ cm}^{-1}$  (carbonilos de ester). Los espectros de RMN, tanto de  $^1\text{H}$  como de  $^{13}\text{C}$ , se encuentran en: **Espectros 1 y 2**.

### **Productos de Hidrólisis**

De la hidrólisis alcalina de esta glicorresina se obtuvieron por un lado los ácidos volátiles y por otro, el ácido graso glicosilado. Los ácidos volátiles se analizaron por CG-MS y se identificaron como los ácidos  $\alpha$ -metilbutírico,  $\beta$ -hidróxi- $\alpha$ -metilbutírico, que se deshidrata durante la determinación, y tíglico, mismos que Perusquía (1986) identificó y reportó.

Al ácido graso glicosilado se le determinaron sus espectros, en RMN de  $^1\text{H}$  y de  $^{13}\text{C}$ -DEPT y HETCOR (Espectros 5, 6 y 7).

De la hidrólisis ácida del ácido graso glicosilado se liberó el ácido graso hidroxilado, cuyas características espectroscópicas concordaron con las de Perusquía y las reportadas en la literatura (Enríquez, et al., 1992) para el ácido 11-hidroxihexadecanoico.

### **Glicorresina C**

La glicorresina C es un sólido vítreo, con p.f. de 120-122 °C, el  $R_f$  en CCF ( $\text{CHCl}_3$ -MeOH 8:1.3) fue de 0.43. El P.M. determinado por FAB-MS (Espectros 10 y 11) fue 1138 y el calculado para la fórmula  $\text{C}_{55}\text{H}_{94}\text{O}_{24}$  fue exactamente igual. El análisis elemental calculado para esta molécula (C= 57.99 %, H= 8.26 %, O= 33.74 %) está de acuerdo con el encontrado (C= 57.67 %, H= 8.60 %, O= 33.73 %). En UV se observaron absorciones en 204 nm, y en IR en  $3449\text{ cm}^{-1}$  (OH) y  $1739\text{ cm}^{-1}$  (C=O). La segunda derivada de la señal en 1739 presentó bandas a:  $1745\text{ cm}^{-1}$  (carbonilo de lactona); 1733, 1724 y 1718 (carbonilos de ester). Los espectros de RMN, tanto de  $^1\text{H}$  como de  $^{13}\text{C}$ , se encuentran en: Espectros 8 y 9.

### **Productos de Hidrólisis**

De la hidrólisis alcalina de esta glicorresina se obtuvieron, por un lado, los ácidos volátiles y por otro, el ácido graso glicosilado. La mezcla de ácidos volátiles separada y analizada por

cromatografía de gases-espectrometría de masas presentó dos fracciones cuyo patrón de fragmentación (**Espectro 12**), así como su ion molecular, corresponden a los ácidos  $\alpha$ -metilbutírico ( $M^+ = 102$ ) y  $\beta$ -hidroxi- $\alpha$ -metilbutírico, el cual se deshidrata durante la determinación ( $M^+ - 18 = 100$ ), asimismo estos cromatogramas se compararon, en la computadora del espectrómetro, con patrones de fragmentación de ácidos volátiles, con lo cual se corroboró la estructura.

Al ácido graso glicosilado se le determinaron sus espectros en RMN de  $^1\text{H}$  y HETCOR (**Espectros 13 y 14**). Los espectros indican que la separación de las resinas B y C no fue total, por lo que hay duplicación de señales.

De la hidrólisis ácida del ácido graso glicosilado se liberó el ácido graso hidroxilado; éste presentó absorciones en IR en  $3420\text{ cm}^{-1}$ , (O-H); y  $1710$ , (C=O) (**Espectro 15**) y señales de RMN protónica en 0.9 ppm (t,  $\text{CH}_3$ ); 1.3 (a,  $\text{CH}_2$ ); 2.35 (t,  $\text{CH}_2\text{-C=O}$ ); 3.55 (a,  $\text{CH-O}$ ) (**Espectro 16**) idénticas al ácido graso hidroxilado de la glicorresina B, por lo que este ácido es también el jalapinólico.

## 6.6 Estructura de las glicorresinas

Para la elucidación de la estructura de las glicorresinas se contó con un trabajo preliminar hecho sobre la glicorresina B de *I. orizabensis* por Perusquía (1986), y otro, reportado por Enriquez, et al. (1992), de una glicorresina aislada de *Ipomoea stans* (glicorresina A).

La glicorresina A se eligió como compuesto de referencia por tener su ácido graso glicosilado una estructura muy parecida a las propuestas para los de las glicorresinas B y C. El ácido graso glicosilado de la glicorresina A es el jalapinólico, al igual que el de las glicorresinas B y C, y el tetrasacárido, unido al ácido a través de su hidroxilo en 11, está formado por quinovosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa, difiriendo del tetrasacárido de las glicorresinas B y C, en que

en éste hay una fucosa en vez de una de las quinovosas.

Con objeto de poder establecer una correlación exacta de los valores de los desplazamientos químicos de resonancia de  $^{13}\text{C}$  e  $^1\text{H}$ , tanto de las glicorresinas B y C, como de sus ácidos grasos glicosilados, con los de la glicorresina A, aislada de *Ipomoea stans* por Enríquez (1992), el autor proporcionó una muestra de ésta, la cual se hidrolizó y sus espectros se determinaron en las mismas condiciones y al mismo tiempo que los de las glicorresinas B y C de *I. orizabensis* (Espectros 17 a 21).

### 6.6.1 Acido graso glicosilado

Al comparar los valores encontrados en RMN de  $^{13}\text{C}$  y de  $^1\text{H}$  para los ácidos grasos glicosilados de las glicorresinas B y C se observó que ambos ácidos son el mismo compuesto y se propone la siguiente estructura para este ácido, con base en los análisis espectrométricos efectuados.

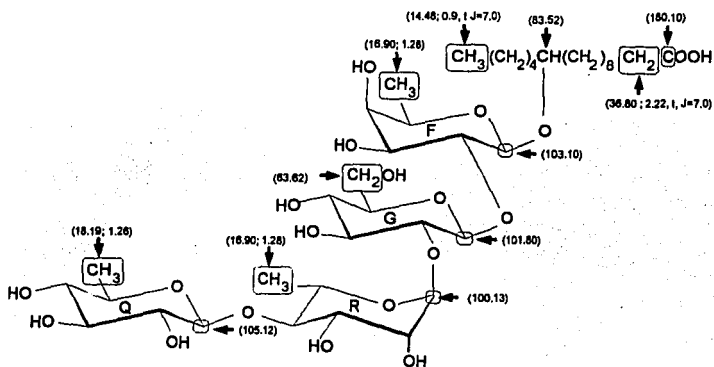


Fig. 12. Desplazamientos químicos de ( $^{13}\text{C}$ ;  $^1\text{H}$ , multiplicidad,  $J$ ) de las posiciones 1 y 6 de los azúcares del ácido graso glicosilado.

El análisis del espectro de correlación heteronuclear de este ácido (**Espectro 7**), constituido por un ácido graso y un tetrasacárido, arroja los siguientes resultados:

Para el residuo del ácido graso (**Fig. 12**), la señal en RMN de  $^{13}\text{C}$  del grupo carboxilo se presenta a 180.10 ppm, a 36.80 se encuentra la señal del metileno vecino al carboxilo, que en HETCOR (**Espectro 7**) se correlaciona con la señal del triplete a 2.22 ppm y con  $J=7.0$  (**Espectro 5**). El carbono 11, que en RMN de  $^{13}\text{C}$  aparece en 83.52 ppm y en HETCOR (**Espectro 7**) se correlaciona con la señal de hidrógeno en 3.6. El metilo terminal de la cadena aparece en  $^{13}\text{C}$  a campo alto (**Espectro 6**), 14.48 ppm, y se correlaciona en RMP con el triplete a 0.9 ppm con  $J=7.0$ .

Las señales de  $^{13}\text{C}$  de metino (**Espectro 7**) en la región de los carbonos anoméricos indican que se trata de un tetrasacárido. Los desplazamientos químicos de  $^{13}\text{C}$  y de  $^1\text{H}$  (por correlación) son característicos para  $\alpha$ -rhamnosa, en 104.13 y 5.26 ppm(d,  $J=1.2$ );  $\beta$ -glucosa en 101.80 y 4.96 ppm (Enriquez, et al., 1992);  $\beta$ -fucosa, en 103.10 y 4.30 ppm (d,  $J=7.5$ ) (Noda, et al., 1987); y  $\beta$ -quinovosa, en 105.12 y 4.59 ppm (d,  $J=8.0$ ) (Enriquez, et al., 1992).

En  $^{13}\text{C}$ , en la región de los metilos (**Espectro 6**), se encuentra, además de la señal del metilo del ácido graso, en 14.48, un metilo en 16.90 que es característico de metilo de fucosa (Lipkind, G., et al., 1988); en 18.19 un metilo de quinovosa y en 18.46 el metilo de la rhamnosa (Enriquez, et al., 1992); en RMN de  $^1\text{H}$  en la región de los metilos las señales acopladas a esos carbonos (**Espectro 7**) aparecen en 0.9 ppm para el metilo del ácido jalapínico, en 1.28 para el metilo de fucosa; en 1.30 ppm para el metilo de rhamnosa; y en 1.26 ppm el metilo de quinovosa. El metileno de la posición 6 de la glucosa se comprueba por la señal en DEPT (**Espectro 6**) en 63.62 ppm y en HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  esta señal se acopla a las señales de hidrógeno en 3.55 y 3.85 ppm.

En el espectro de  $^{13}\text{C}$ -DEPT del ácido graso glicosilado de la resina A (**Espectro 20**) no se observa la señal alrededor de 16.9 ppm característica de fucosa, mientras que se puede

observar una señal en 18.17 característica de quinovosa.

En su trabajo, Enríquez, et al., 1992 propone que su producto de hidrólisis esta formado por el ácido jalpinólico unido a una cadena de cuatro azúcares conformada por una quinovosa inicial, glucosa, rhamnosa y una quinovosa terminal. En sus experimentos hace notar que la quinovosa inicial (unida al ácido jalpinólico) tiene desplazamientos diferentes en RMN de  $^{13}\text{C}$  y de  $^1\text{H}$  a la quinovosa terminal de la cadena de azúcares, como se observa en la siguiente tabla.

C	Quinovosa inicial		Quinovosa terminal	
	$^{13}\text{C}$	$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$	$^1\text{H}$
1	103.08	4.31 (8.0)	105.11	4.59 (8.0)
2	79.19	3.58 (9.1)	76.08	3.21 (9.2)
3	78.77	3.65 (9.0)	77.68	3.36 (9.3)
4	77.28	2.99 (8.8)	76.93	3.02 (8.8)
5	72.99	3.29 (6.2)	73.28	3.34 (6.2)
6	18.17	1.26	18.20	1.28

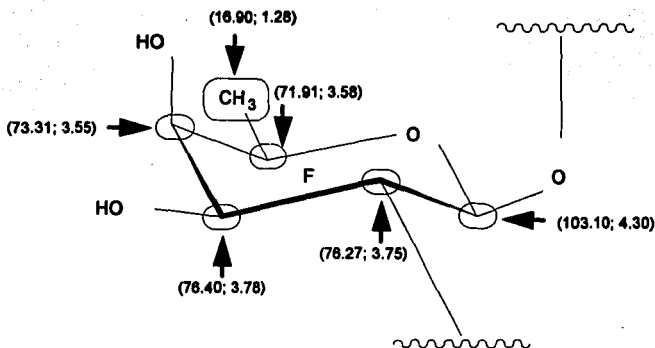
Al comparar los datos de RMN del ácido graso glicosilado de la glicorresina A, con los del ácido graso glicosilado de las glicorresinas B y C se observa que los desplazamientos químicos de la quinovosa terminal de A se asemejan a la quinovosa de B y C por lo que se propone que la quinovosa del ácido glicosilado en B y C es también una quinovosa terminal. En la siguiente tabla se observan los datos de correlación HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  para las quinovosas de B y de A observados en nuestros espectros y reportados para A por Enríquez, et al. (1992) respectivamente.

ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

	C	B <sup>13</sup> C	B <sup>1</sup> H	A <sup>13</sup> C Obs.	A <sup>1</sup> H Obs.	A <sup>13</sup> C Rep	A <sup>1</sup> H Rep
	1	105.12	4.59	105.13	4.59	105.11	4.59 (8.0)
	2	76.10	3.21	76.11	3.21	76.08	3.21 (9.2)
QUINOVOSA	3	77.71	3.37	77.74	3.39	77.68	3.36 (9.3)
Terminal	4	76.94	3.01	76.95	3.02	76.93	3.02 (8.8)
	5	73.24	3.30	73.25	3.34	73.28	3.34 (6.2)
	6	18.19	1.26	18.20	1.28	18.20	1.28

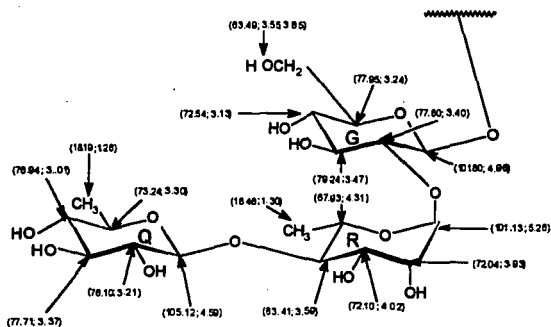
Del análisis espectrométrico se deduce que el tetrasacárido del ácido glicosilado de la resina A está formado por quinovosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa y el de las glicorresinas B y C, por fucosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa. Difiere pues, este último en la presencia de fucosa en lugar de la quinovosa inicial de A. Esto se comprueba, por las señales en RMN de <sup>13</sup>C (Fig. 13) para el metilo de la fucosa, en 16.9 ppm, a campo más alto que el de la quinovosa inicial en la resina A, en 18.17 ppm, y por las 4 señales de correlación HETCOR <sup>13</sup>C-<sup>1</sup>H de los carbonos 2 a 5 de la fucosa, que aparecen en las glicorresinas B y C (el carbono 2 con señales en 76.27 y 3.75 ppm, el carbono 3 con señales en 76.40 y 3.78 ppm, el carbono 4, en 73.31 y 3.55 ppm, y el carbono 5, en 71.91 y 3.58 ppm) y que no aparecen en el compuesto de referencia. Estos valores de RMN de <sup>13</sup>C para la fucosa, se asemejan a los reportados por Noda, et al. (1987) para la fucosa del producto de hidrólisis de las orizabinas I a IV.





**Fig. 13** Desplazamientos químicos ( $^{13}\text{C};^1\text{H}$ ) en ppm de la fucosa, obtenidos por correlación  $^{13}\text{C}-^1\text{H}$ .

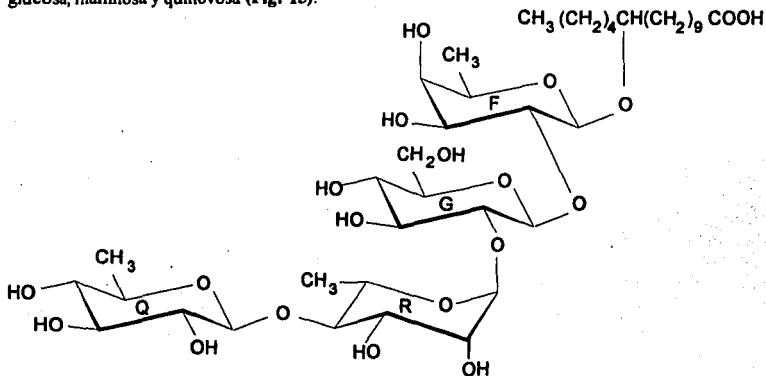
Los desplazamientos químicos de  $^{13}\text{C}$  y de  $^1\text{H}$  de los azúcares restantes (Fig. 14) fueron prácticamente iguales a las señales correspondientes del compuesto de referencia con lo que se confirma la presencia de los azúcares glucosa, rhamnosa y quinovosa, que se sugiere estén concatenados en ese orden.



**Fig. 14** Desplazamientos químicos de ( $^{13}\text{C};^1\text{H}$ ) en ppm de los azúcares glucosa, rhamnosa, y quinovosa, obtenidos por correlación heteronuclear.

Por otro lado la secuencia de los azúcares de los productos de hidrólisis de las orizabinas I, II, III y IV reportados por Noda, et al., 1987 es también fucosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa siendo estos ácidos glicosilados idénticos al ácido glicosilado de las resinas B y C, todos ellos obtenidos de la misma especie, *Ipomoea orizabensis*.

Todo esto apoya que la estructura sugerida para el ácido glicosilado de las glicorresinas, B y C, formado por el ácido jalapínico unido a un tetrasacárido, cuyos azúcares son: fucosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa (Fig. 15).



**Fig. 15:** Acido 11- O - (β quinovopiranosil-(1-4) - α rhamnopiranosil-(1,2) - β glucopiranosil-(1-2) - β fucopiranosil) 11-hidroxi palmítico

### 6.6.2 Glicorresinas B y C

Las glicorresinas, B y C, están formadas por el ácido graso glicosilado descrito anteriormente, al cual se unen los ácidos volátiles. En la glicorresina B se encuentran esterificando a los azúcares los ácidos α-metilbutírico, β-hidróxi α-metilbutírico y tíglico; y en la glicorresina C,

los ácidos  $\alpha$ -metilbutírico y dos unidades de  $\beta$ -hidróxi  $\alpha$ -metilbutírico.

La glicorresina C es diferente de las orizabinas reportadas por Noda, et al. (1987), ya que esta molécula no tiene entre sus ácidos volátiles al ácido tíglico; mientras que la glicorresina B es similar a la orizabina I de Noda, en cuanto a los ácidos volátiles enlazados en la molécula. Sin embargo, en ambas moléculas, B y C, falta por determinar la posición del cierre de la lactona y la posición de esterificación de los ácidos volátiles.

## 7. CONCLUSIONES

### A. ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE *Ipomoea orizabensis*, *I. purga* e *I. jalapa*

1) Los perfiles cromatográficos de glicorresinas, junto con la actividad purgante y el análisis farmacognóstico de la raíz, en los cuales se pudieron observar diferencias marcadas entre las especies estudiadas, proporcionan un medio para caracterizar especies de *Ipomoea* que se utilizan como purgante.

### B. ELUCIDACION ESTRUCTURAL DE DOS GLICORRESINAS DE RAIZ DE *Ipomoea orizabensis*

2) Mediante la fragmentación por hidrólisis de las moléculas de las glicorresinas B y C y el análisis espectrométrico de los fragmentos (ácido graso glicosilado, ácidos volátiles y ácido graso), se estableció la presencia del ácido jalapínico, de los ácidos  $\alpha$ -metilbutírico,  $\beta$ -hidróxi- $\alpha$ -metilbutírico y tíglico y se sugiere para el ácido graso glicosilado la siguiente estructura:

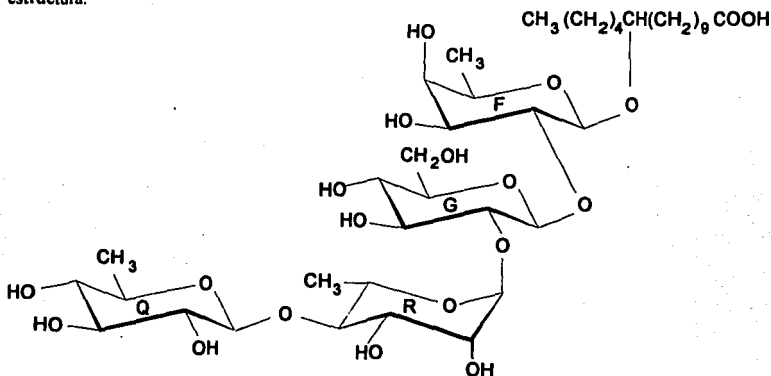


Fig. 16: Acido 11-O-( $\beta$ -quinovopiranosil-(1-4)O- $\alpha$ -rhamnopyranosil-(1,2))-B

**glucopiranosil-(1-2) -  $\beta$  fucopiranosil) 11-hidroxipalmítico.**

- 3) La glicorresina B tiene, como ácidos volátiles el  $\alpha$ -metilbutírico,  $\beta$ -hidróxi- $\alpha$ -metilbutírico y tiglico, y la glicorresina C los ácidos  $\alpha$ -metilbutírico y dos unidades de  $\beta$ -hidróxi  $\alpha$ -metilbutírico.
- 4) La glicorresina C es diferente de las orizabinas reportadas en la literatura, por no tener en su molécula ácido tíglico.

## **8 ESPECTROS**

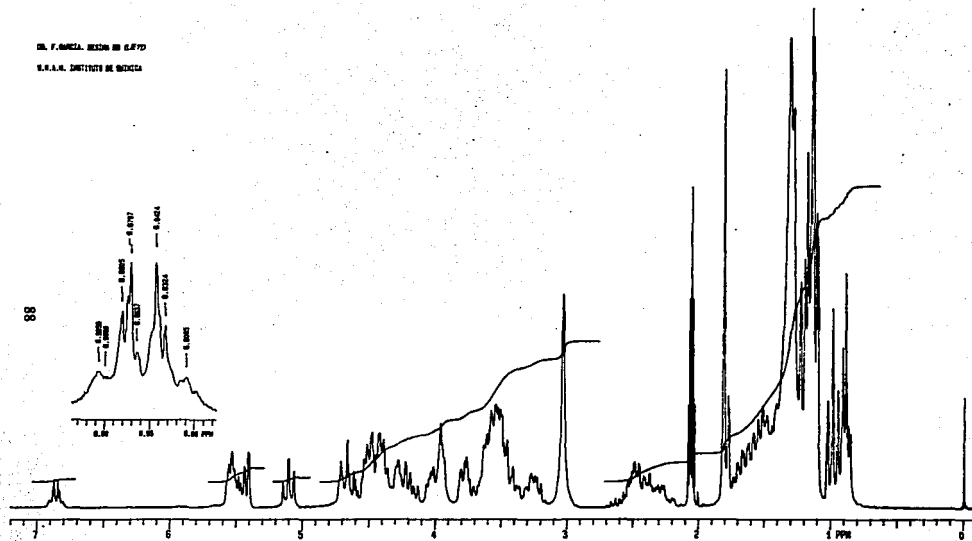
### **Lista de espectros:**

1. Espectro de Resonancia Magnética Protónica de la glicorresina B
2. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la glicorresina B
3. Espectro de Masas de las fracciones mayores de 1100 unidades de la glicorresina B
4. Espectro de Masas de la fragmentación total de la glicorresina B
5. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso glicosilado de la glicorresina B
6. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear  $^{13}\text{C}$ -DEPT del ácido graso glicosilado de la glicorresina B
7. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  del ácido graso glicosilado de la glicorresina B
8. Espectro de Resonancia Magnética Protónica de la glicorresina C
9. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la glicorresina C
10. Espectro de Masas de las fracciones mayores de 1100 unidades de la glicorresina C
11. Espectro de Masas de la fragmentación total de la glicorresina C
12. Espectro de Masas de los ácidos volátiles de la glicorresina C
13. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso glicosilado de la glicorresina C

14. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  del ácido graso glicosilado de la glicorresina C
15. Espectro de Infrarrojo del ácido graso hidroxilado de la glicorresina C
16. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso hidroxilado de la glicorresina C
17. Espectro de Resonancia Magnética Protónica de la glicorresina A
18. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la glicorresina A
19. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso glicosilado de la glicorresina A
20. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear  $^{13}\text{C}$ -DEPT del ácido graso glicosilado de la glicorresina A
21. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  del ácido graso glicosilado de la glicorresina A

DR. F. GARCÍA, RESUMEN DE S.F.77

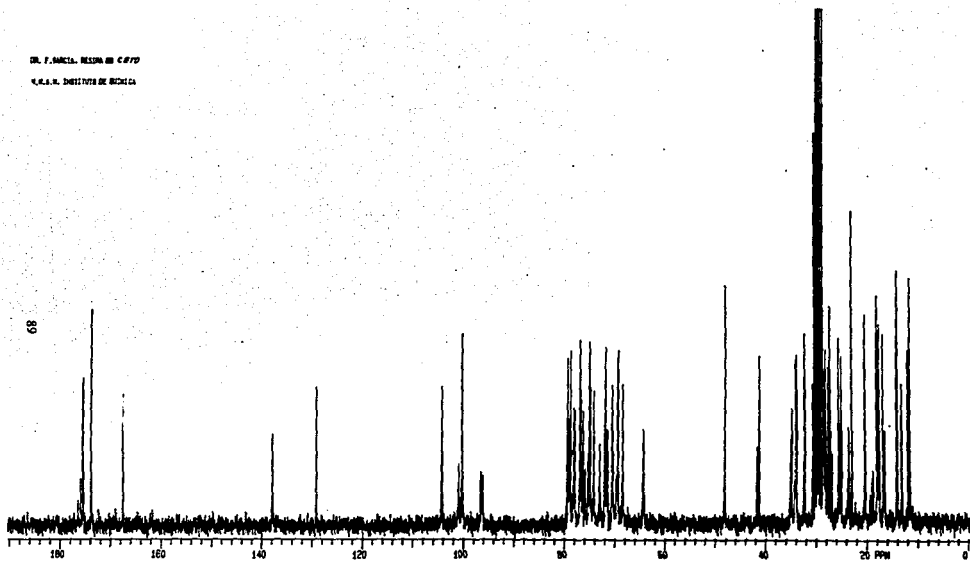
S.N.A.M. INSTITUTO DE QUÍMICA



1. Espectro de Resonancia Magnética Protónica de la glicorresina B

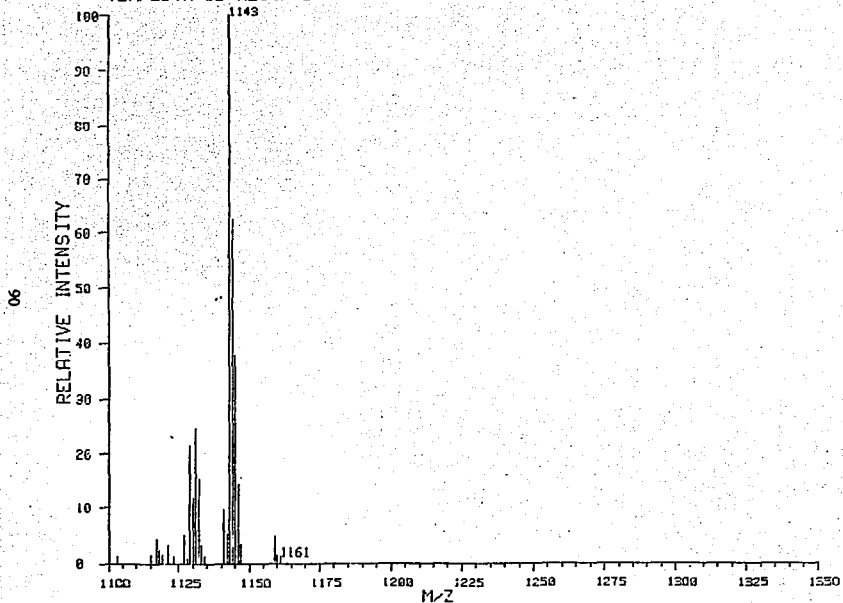


DR. F. SANCHEZ-REYES EN C.F.P.O.  
I.C.A.R.N. INSTITUTO DE QUÍMICA



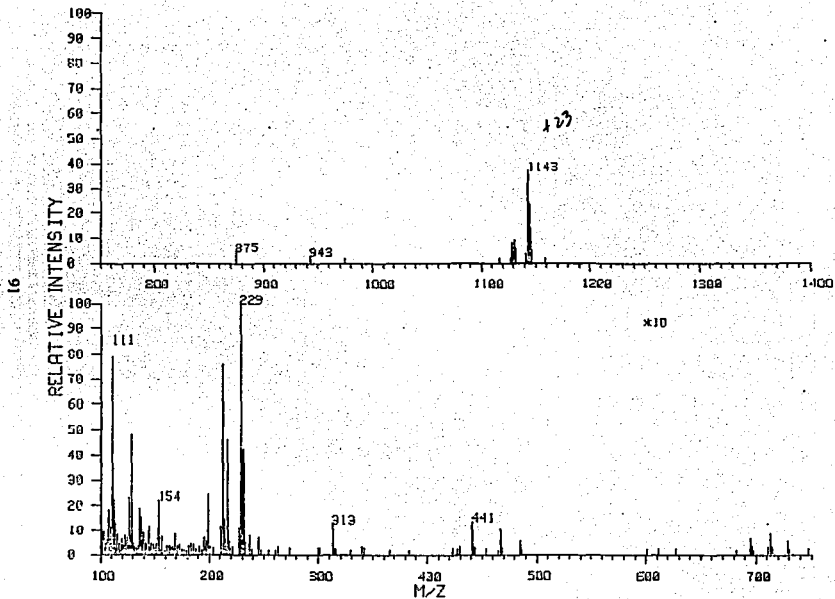
2. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la glicorresina B

1010 MASS INTENSITY REPORT    SCAN: 28067A.2    1024-05309  
TEMPESTA BB RESIN 3-NBA/GLYCEROL MATRIX

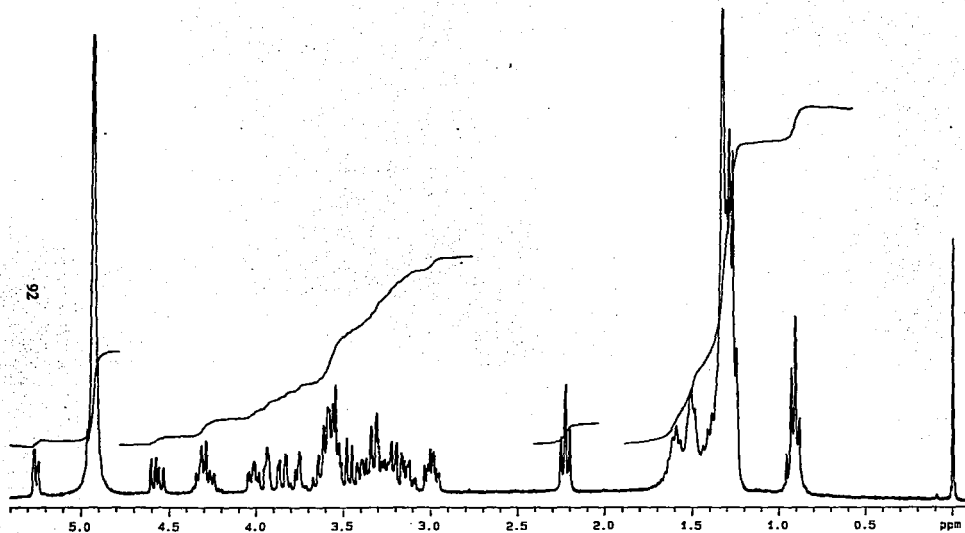


3. Espectro de Masas de las fracciones mayores de 1100 unidades de la glicorresina B

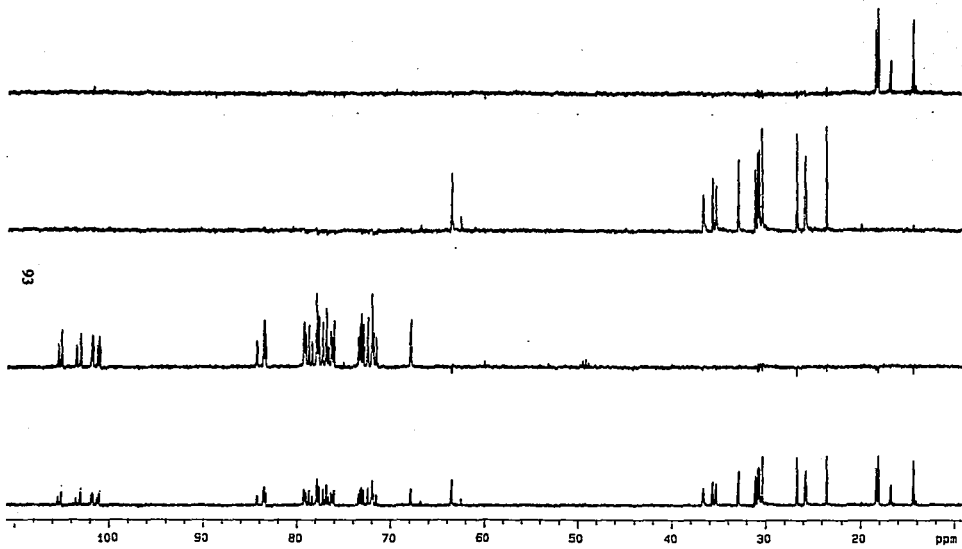
ION MASS INTENSITY REPORT    SCAN: 000078.2    100%AC000787  
TEMPESTA BB RESIN 3-NBA/GLYCEROL MATRIX



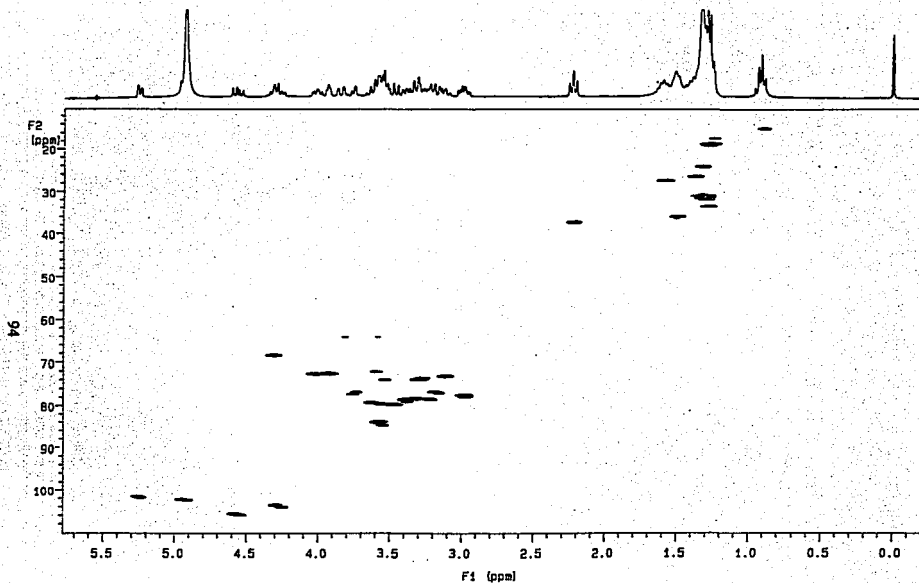
4. Espectro de Masas de la fragmentación total de la glicoresina B



5. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso glicosilado de la glicoresina B

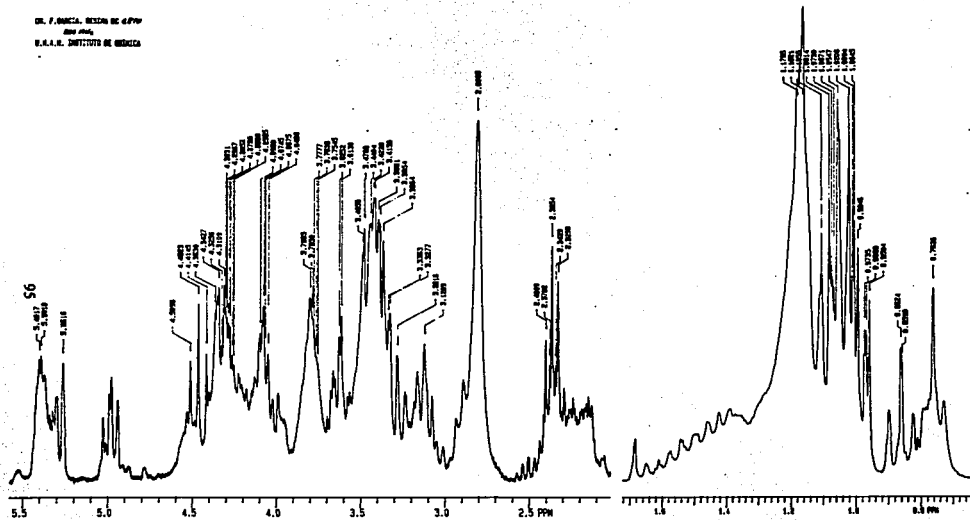


6. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear  $^{13}\text{C}$ -DEPT del ácido graso glicosilado de la glicorresina B



7. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  del ácido graso glicosilado de la glicoresina B

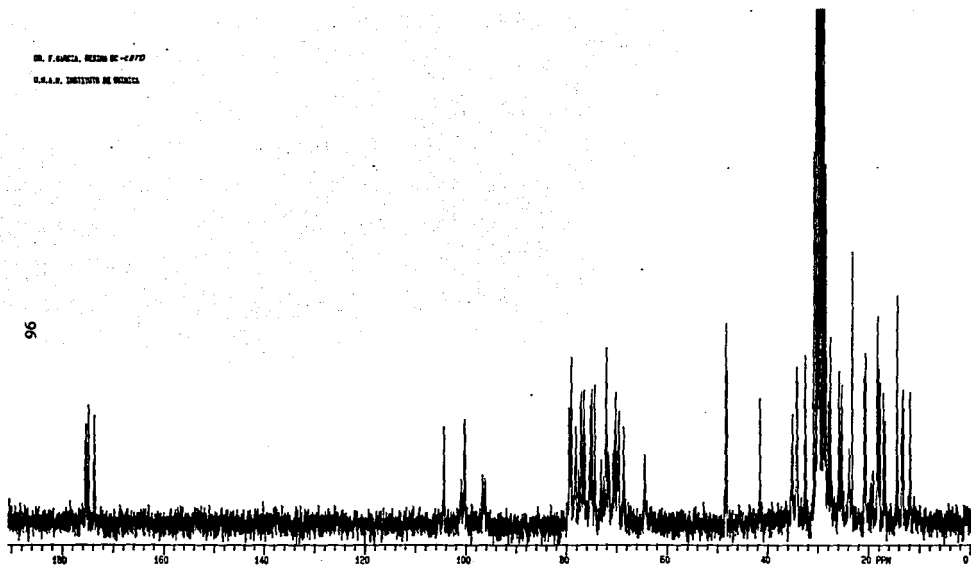
DR. F. BANCAL, RESON. DE G.P.P.  
1959-1960  
I.C.S.A.R. INSTITUTO DE QUIMICA



8. Espectro de Resonancia Magnética Protónica de la glicorresina C

DR. F. GARCIA, RESUM DE -1970

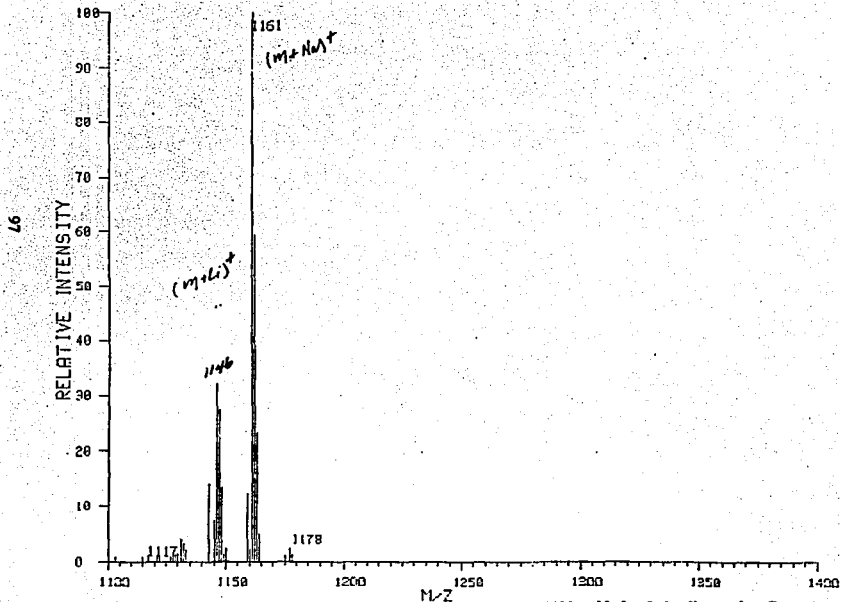
S.A.S.P. INSTITUTO DE QUÍMICA



9. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la glicorresina C

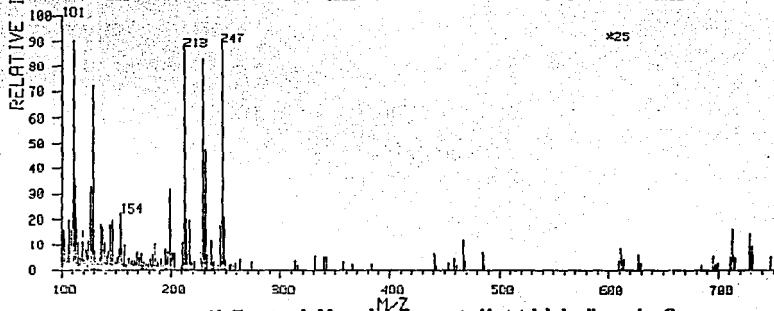
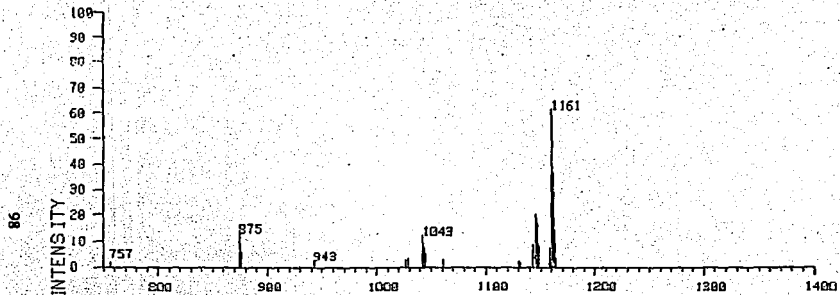


1015 MASS INTENSITY REPORT SCAN: 20059.2 100%-G-1520  
TEMPESTA BC RES IN 3-NBA/GLYCEROL MATRIX.

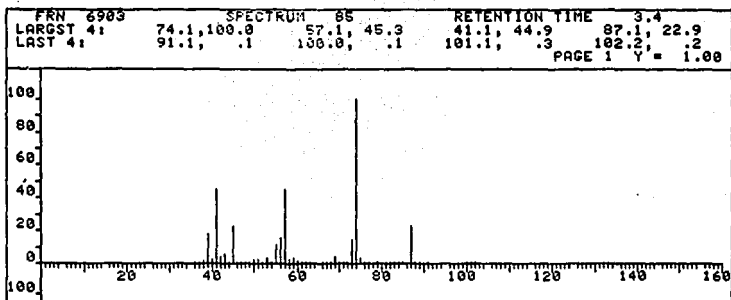


10. Espectro de Masas de las fracciones mayores de 1100 unidades de la glicoresina C

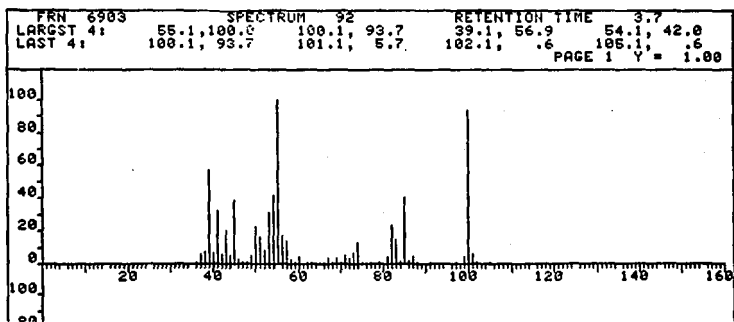
GC/MS MASS INTENSITY REPORT SCAN: 23723.2 100%-2611969  
TEMPESTA BC RESIN 3-NBA/GLYCEROL MATRIX



11. Espectro de Masas de la fragmentación total de la glicorrésina C

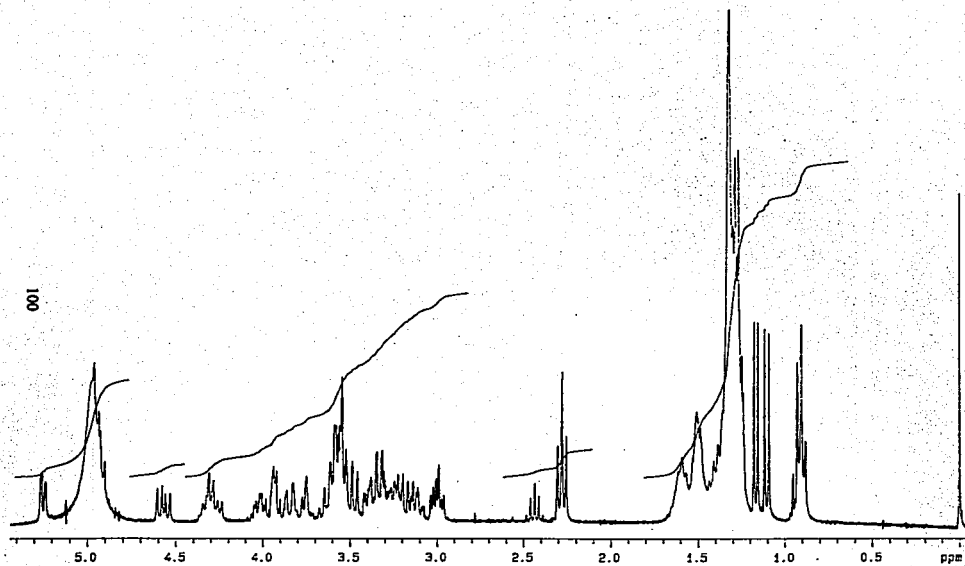


a).- espectro de masas del ion molecular  $M^+ = 102$

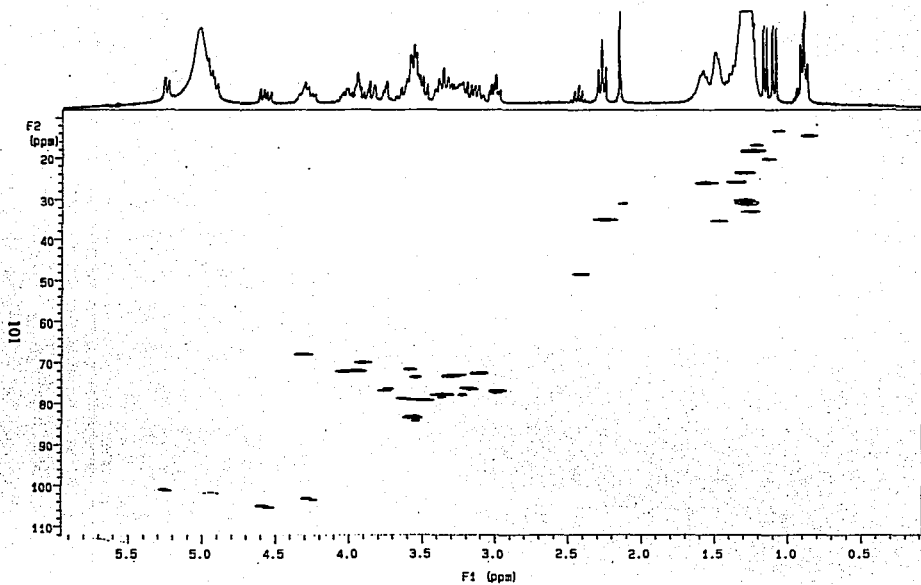


b).- espectro de masas del ion molecular  $M^+ = 100$

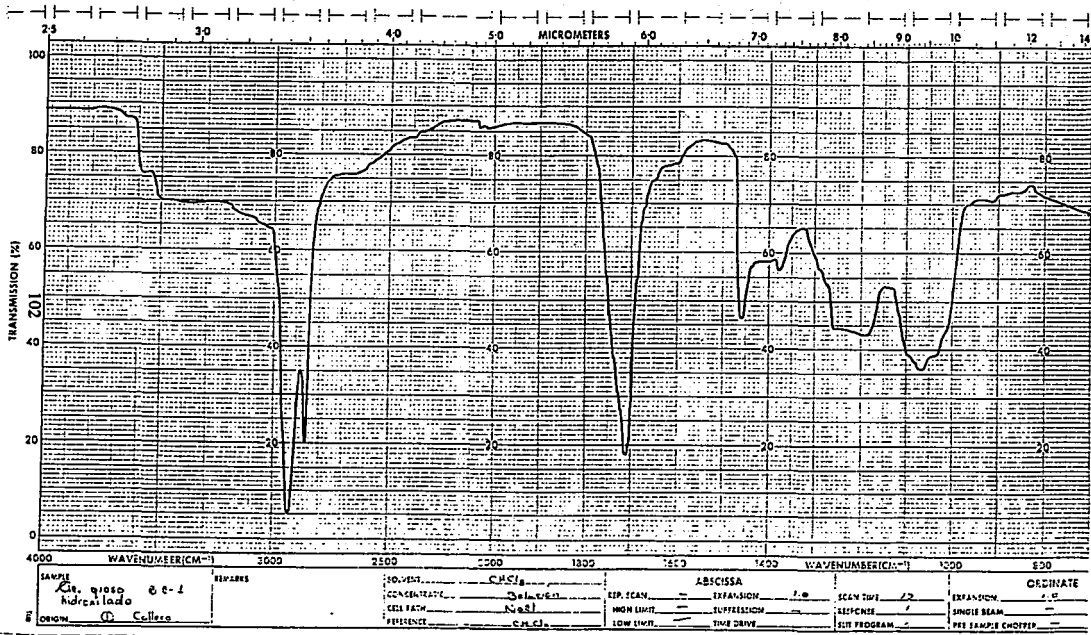
## 12. Espectro de Masas de los ácidos volátiles de la glicorresina C



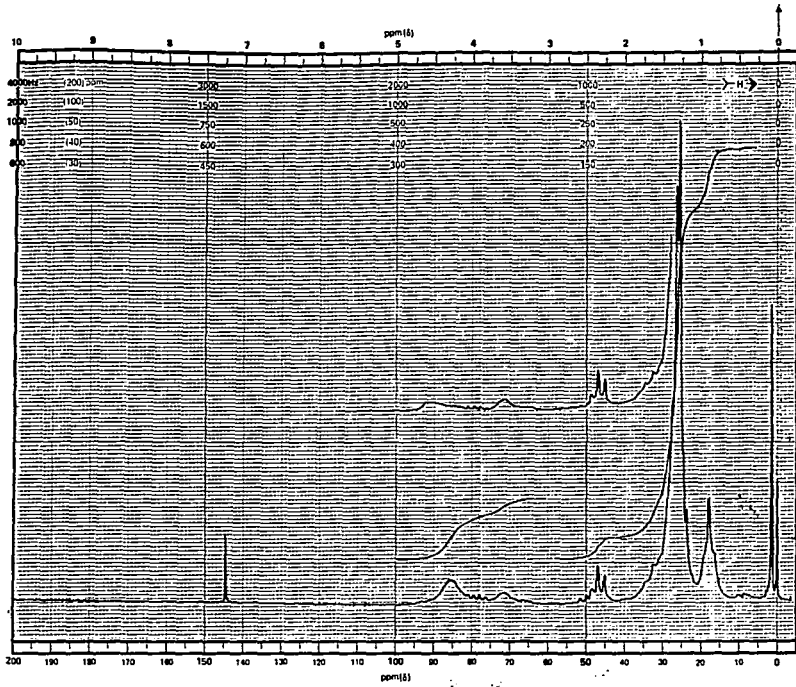
13. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso glicosilado de la glicorresina C



14. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  del ácido graso glicosilado de la glicorresina C



15. Espectro de Infrarrojo del ácido graso hidrolizado de la glicerresina C



CFT-20  
 SPECTRUM NO. 2838  
 OPERATOR VC DATE 26/12  
 SAMPLE F. G. res. C  
 TUBE OD: 5mm  8mm  10mm

BC1

NUCLEI:  <sup>1</sup>H  <sup>13</sup>C  <sup>19</sup>F  <sup>31</sup>P

LOCK: INTERNAL  EXTERNAL

LOCK SIGNAL: BC1

SPIN RATE: \_\_\_\_\_ RPM TEMP: \_\_\_\_\_ °C

ACQUISITION

SPECTRAL WIDTH (SW) \_\_\_\_\_ MHz

NO. OF TRANSIENTS (NT) 25

ACQUISITION TIME (AT) \_\_\_\_\_ SEC

PULSE WIDTH (PW) \_\_\_\_\_ μ SEC

PULSE DELAY (PD) \_\_\_\_\_ SEC

DATA POINTS (DP) \_\_\_\_\_

TRANSMITTER OFFSET (TO) \_\_\_\_\_

HIGH FIELD \_\_\_\_\_ LOW FIELD \_\_\_\_\_

RECEIVER GAIN (RG) \_\_\_\_\_

DECOUPLER MODE (DM) \_\_\_\_\_

DECOUPLER OFFSET (DO) \_\_\_\_\_

NOISE BANDWIDTH (NB) \_\_\_\_\_ kHz

ACQUISITION MODE (AM) \_\_\_\_\_

DISPLAY

SENS. ENHANCEMENT (SE) \_\_\_\_\_ SEC

WIDTH OF PLOT (WP) \_\_\_\_\_ MHz

END OF PLOT (EP) \_\_\_\_\_ MHz

WIDTH OF CHART (WC) 500 MHz

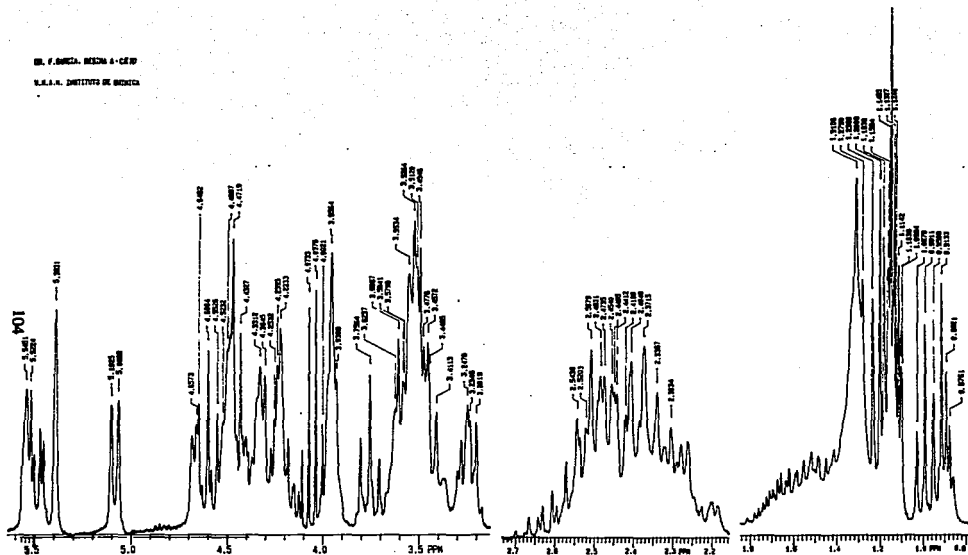
END OF CHART (EC) \_\_\_\_\_ MHz

VERTICAL SCALE (VS) 100

REFERENCE LINE (RL) 77.5

**W** WILMUND GLASS CO., INC.  
 U.S. Route 49 and Oak Road  
 BUENA, N.J. 07009 U.S.A.  
 Printed in U.S.A. CHART NO. WCV-20

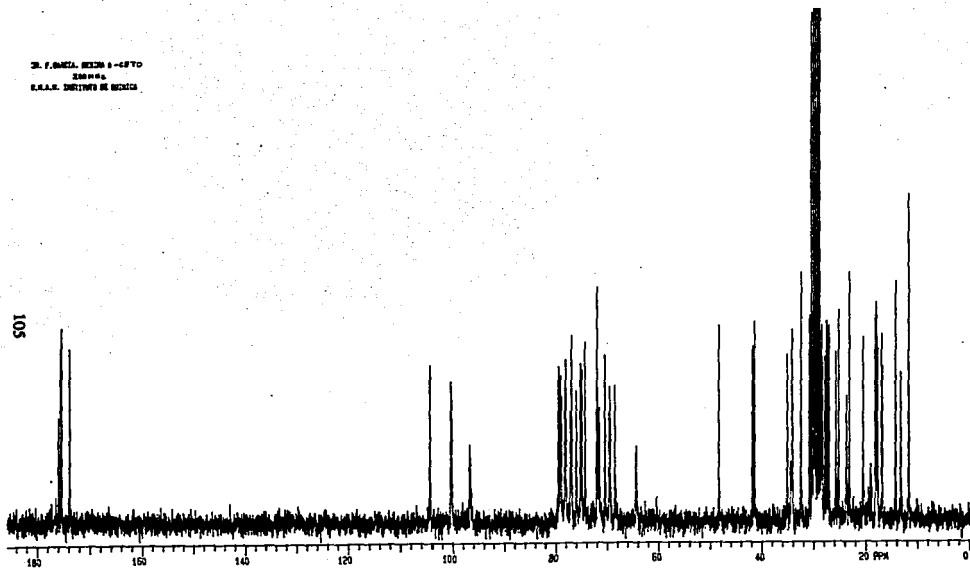
16. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso hidroxilado de la glicorresina C



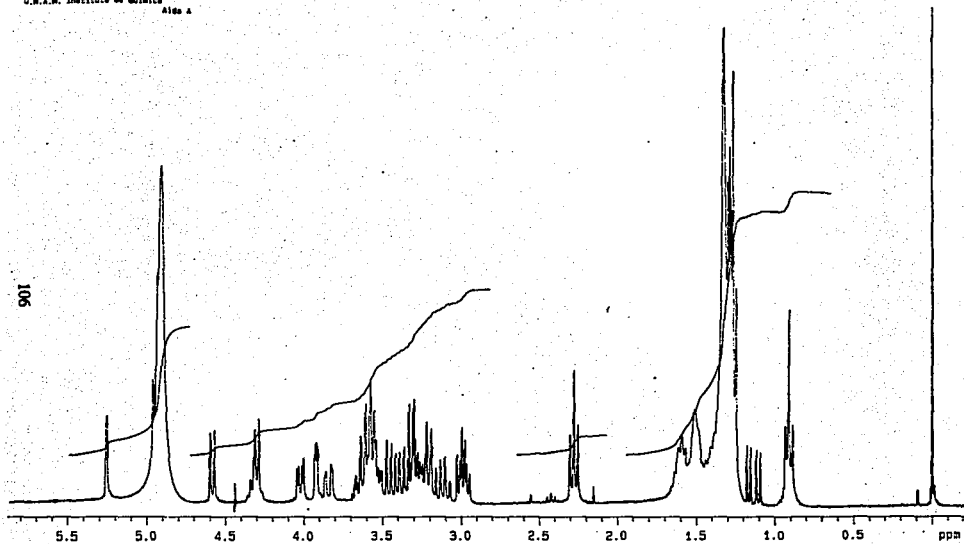
17. Espectro de Resonancia Magnética Protónica de la glicoresina A



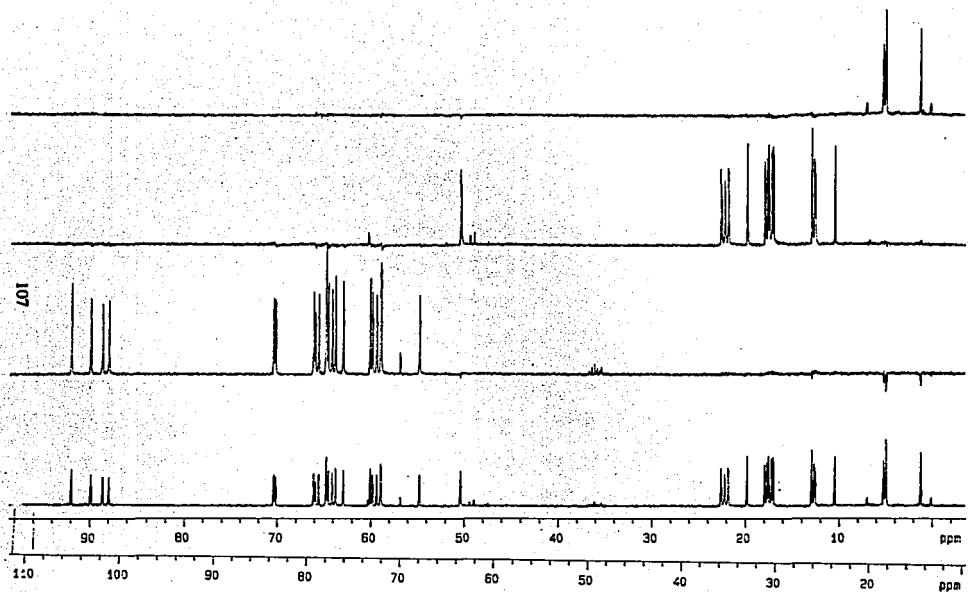
Dr. F. GARCÍA, VICERRECTOR  
UNIVERSIDAD  
NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO



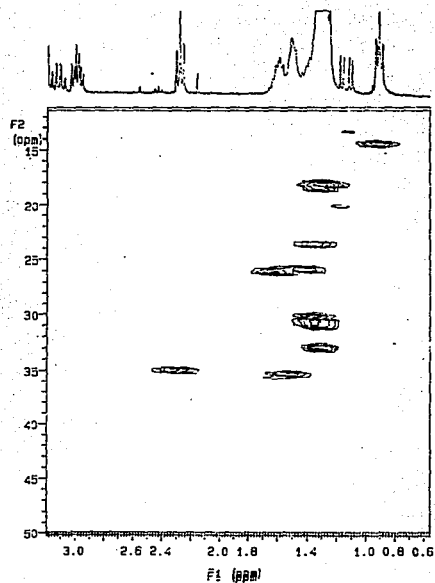
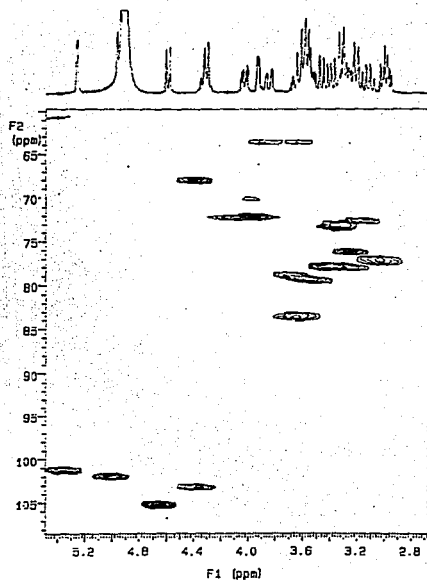
18. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la glicorresina A



19. Espectro de Resonancia Magnética Protónica del ácido graso glicosilado de la glicorresina A



20. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear  $^{13}\text{C}$ -DEPT del ácido graso glicosilado de la glicorresina A



21. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear HETCOR  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$  del ácido graso glicosilado de la glicorresina A

## **9 BIBLIOGRAFIA**

- Asahina, Y. & Yaoi, J. (1925). Constitution of jalapinic acid. J. Pharm. Soc. Japan. (523) 786-791.
- Auterhoff, H. & Demleitner, H. (1955). Vergleichende Untersuchungen an Convolvulaceen-Harzen. Arzneimittel-Forsch. 5, 402-7.
- Bauer, K. H. & Junge, R. (1934). Scammony Resins. Archiv der Pharmazie. 272, 841-848.
- Bieber, W. L. et al. (1986). Anticancer and antimicrobial glycosides from *Ipomoea bahiensis*. Phytochemistry. 25 (5) 1077-1081.
- Blanco, M. G. (1949). El cultivo de las plantas medicinales en México tiene gran porvenir. Tierra. 4, 81-83.
- Duquenois, P. & Trease, G. E. (1951). La nomenclature des résines de jalap. Ann. pharm. franc. 9, 114-116.
- Enriquez, R. E. , León, I., Pérez, F., Walls, F., Carpenter, K. a., Puzzuoli, F. V. & Reynolds, W. F. (1992). Characterization, by two-dimensional NMR spectroscopy, of a complex tetrasaccharide glycoside isolated from *Ipomoea stans*. Can. J. Chem. 70, 1000-1008.
- Graf, E. & Dahlke, E. (1964). Über die Exogonsaure. Planta Medica. 12 (3) 293-295.
- Graf, E., Dahlke, E. & Voigtlander H. W. (1965). Über die Convolvuline; neue Bausteine und Unterscheidungsreaktionen. Archiv der Pharmazie. 298 (2) 81-91.
- Grant, E. H. (1920). New tests for some purgative drugs. J. Am. Pharm. Assoc. 9, 763-766.

- Hegnauer. (1964). Chemotaxonomie der Pflanzen III. Chemischereihe 18. Birkhauser Verlag Basel.
- Jáuregui, F. M. (1885). Algunos purgantes indígenas. La Naturaleza. 7 (14) 104-113.
- Jensen, W. A. (1962). Botanical Histochemistry. Principles and Practice. W. H. Freeman and Company. Sn. Francisco and London. pp. 175-198.
- Johansen, D. A. (1940). Plant Microtechnique. Mc. Graw Hill, Book Company, Inc. New York and London pp. 3-154.
- Khanna, S. N. & Gupta, P. C. (1967). Structure of muricatin. Phytochemistry. 6, 735-739.
- Kitagawa, I., Shibuya, H., Yokokawa, Y., Baek, N. I., Ohashi, K., Yoshikawa, M., Nitta, A. & Wiriadinata, H. (1988). Structures of merremosidos B and D, new antiserotonic resin-glycosides from the tuber of *Merremia mammosa*, an indonesian folk medicine. Chem. Pharm. Bull. Communications to the editor. 36 (4) 1618-1621.
- Legler, G. (1965). Die Bestandteile des Giftigen Glykosidharzes aus *Ipomoea fistulosa* Mart. et Chois. Phytochemistry. 4, 29-41.
- Lipkind, G., Shashkov, A., Knirel, Y., Vinogradov, E. & Kochetkov, N. (1988). A computer-assisted structural analysis of regular polysaccharides on the basis of <sup>13</sup>C-N.M.R. data. Carbohydrate Research. 175, 59-75.
- Liptak, A., Chari, M. V., Kreil, B. & Wagner, H. (1978). Structure proof of muricatin B: 11-Hydroxy hexadecanoic acid dirhamnoside. Phytochemistry. 17, 997-999.
- Mannich, C. & Schumann, P. (1938). Über Jalapenharz und dessen Hauptbestandteil, das Convolvulin. Archiv der Pharmazie. 276, 211-226.

- Matuda, E. (1964). El género *Ipomoea* en México (II). Anales del Instituto de Biología. **35**, 51.
- Mirsa, A. L. & Tewari, J. D. (1953). Chemical examination of *Ipomoea muricata* seeds. Part IV. Journal Indian Chem. Soc. **30** (6) 391-397.
- Nikolin, A., Nikolin, B. & Jankovic, M. (1978). Ipopurpurosido, a new glycoside from *Ipomoea purpurea*. Phytochemistry. **17**, 451-452.
- Noda, N., Kogetsu, H., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1990). Scammonins I and II, the resin glycosides of *Radix scammoniae* from *Convolvulus scammonia*. Phytochemistry. **29** (11) 3565-3569.
- Noda, N., Kogetsu, H., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1992). Scammonins VII and VIII, two resin glycosides from *Convolvulus scammonia*. Phytochemistry. **31** (8) 2761-2766.
- Noda, N., Kobayashi, H., Miyahara, K. & Kawasaki, T. (1988). Resin glycosides. II. Identification and characterization of the component organic and glycosidic acids of the crude resin glycoside from the seeds of *Ipomoea muricata*. Chem. Pharm. Bull. **36** (2) 627-633.
- Noda, N., Kobayashi, H., Miyahara, K. & Kawasaki, T. (1988a). Resin glycosides III. Isolation and structural study of the genuine resin glycosides, Muricatin I-VI, from the seeds of *Ipomoea muricata*. Chem. Pharm. Bull. **36** (3) 920-929.
- Noda, N., Nishi, M., Miyahara, K. & Kawasaki, T. (1988b). Resin glycosides. IV. Two new resin glycosides, Muricatin VII and VIII, from the seeds of *Ipomoea muricata*. Chem. Pharm. Bull. **36** (5) 1707-1713.
- Noda, N., Ono, M., Miyahara, K., Kawasaki, T. & Okabe, M. (1987). Resin glycosides I. Isolation and structure elucidation of orizabin-I, II, III and IV, genuine resin glycosides from the root of *Ipomoea orizabensis*. Tetrahedron. **43** (17) 3889-3902.

- Okabe, H. & Kawasaki, T. (1970). Structures of pharbitic acids C and D. Tetrahedron Letters. (36) 3123-3126.
- Ono, M., Kubo, K., Miyahara, K & Kawasaki, T. (1989). Operculin I y II, new ether-soluble resin glycosides ("jalapin") with fatty acid ester groups from rhizoma jalapae braziliensis (Roots of *Ipomoea operculata*). Chem. Pharm. Bull. Communications to the editor. 37 (1) 241-244.
- Ono, M., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1989a). Resin glycosides. V. Identification and characterization of the component organic and glycosidic acids of the ether soluble crude resin glycosides ("Jalapin") from rhizoma Jalapae Braziliensis (Roots of *Ipomoea operculata*). Chem. Pharm. Bull. 37 (12) 3209-3213.
- Ono, M., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1991). Resin glycosides. XI. Operculins III, IV, IX, X, XVI, XVII and XVIII, new ether soluble resins glycosides of Rhizoma Jalapae Braziliensis (Root of *Ipomoea operculata*). Chem. Pharm. Bull. 39 (10) 2534-2539.
- Pedraza, R. A. (1982). La raíz de Jalapa. INIREB informa. Comunicado No. 54 sobre recursos bióticos potenciales del país. México.
- Perusquía, J. S., Pérez-Amador, M. C. & García J. F. (1986). "Estudio químico de las resinas glicosídicas de *Ipomoea tyrianthina* Lindley (Convolvulaceae). I. Glicorresina B. I. Congreso Latinoamericano de Fitoquímica. México, D.F.
- Pérez-Amador, M. C., García Argáez, A., Osuna, F. M., García Jiménez, F. & Collera, O. (1989). Resinas glicosídicas en semillas de Convolvuláceas. PHYTON. 50, 35-39.
- Pérez-Amador, M. C., García, F., Herrán, J. & Flores, S. E. (1964). Structure of turbicoryn, a new glucoside from *Turbina corymbosa*. Tetrahedron. 20, 2099-3009.



- Pérez-Amador, M. C., González, E. A., Márquez, J., Bailín, J., García Jiménez, F. & Collera, O. (1980). Perfiles cromatográficos de semillas de algunas especies de Convolvuláceas. ΦΥΤΟΝ. **39**, 85-94.
- Power, F. & Rogerson, H. (1910). Chemical Examination of the root of *Ipomoea orizabensis*. Journal of the Chemical Society. Transactions. **101**, 1-26.
- Power, F. & Rogerson, H. (1910a). Chemical examination of Jalap. Journal American Chemical Society. **32**, 80-113.
- Sarin, J., Garg, H., Khanna, N. & Dhar, M. (1973). Ipolearoside: A new glycoside from *Ipomoea leari* with anti cancer activity. Phytochemistry. **12**, 2461-2468.
- Secoville, W. L. (1918). Brazilian Jalap. Journal of the American Pharmaceutical Association. **7**, 785-787.
- Shellard, E. J. (1961). The Chemistry of some convolvulaceous resins Part I. The Vera Cruz Jalap. Planta Medica. **9**, 102-116.
- Shellard, E. J. (1961a). The chemistry of some convolvulaceous resins Part II. Brazilian Jalap. Planta Medica. **9**, 141-145.
- Shellard, E. J. (1961b). The chemistry of some convolvulaceous resins Part III. Tampico, ipomoea and scammony resins. Planta Medica. **9**, 146-152.
- Singh, S. & Stacey, E. B. (1973). A new  $\beta$ -D-quinovoside from commercial *Ipomoea purga*. Phytochemistry. **12**, 1701-1705.
- Smith, C. R. Jr., Niece, L. H., Zoebel, H. F. & Wolff, I. A. (1964). Glycosidic constituents of *Ipomoea parasitica* seed. Phytochemistry. **3**, 289-299.

- Trease, G. E. & Evans, W. (1987). Tratado de Farmacognosia. Doceava edición. Ed. Interamericana. México, D. F., 846 pp.
- Velasco, I. (1885). Purgantes del reino vegetal. La Naturaleza. 7 (14) 127-152.
- Villada, M. (1903). Historia Natural Médica. Gaceta Médica de México. 850-853.
- Votocék, E. & Valentin, F. (1929). Sur le troisiéme composant sucré de la scammonine. Collection of Czechoslovak Chem. Com. 1, 606-609.
- Votocék, E. & Valentin, F. (1929a). Über die Rhamnoconvolvulinsäure. Chemisches Central Blatt. 2, 578.
- Votocék, E. & Prelog, V. (1929). Über die 3,12-Dioxyalmitinsäure, einen Bestandteil der Rhamnoconvolvulinsäure. Chemisches Central Blatt. 2, 579.
- Votocék, E. (1910). Über die Glykosidsäuren des Convolvulins und die Zusammensetzung der rohen Isorhodeose. Ber. Dtsch. Chem. Ges. 43, 476-482.
- Wagner, H. & Kazmaier, P. (1971). Struktur der Operculinsäure (Rhamnoconvolvulinsäure) aus *Ipomoea operculata* Martin. Tetrahedron Letters. (35) 3233-3236.
- Wagner, H. & Kazmaier, P. (1977). Struktur der Operculinsäure aus dem Harz von *Ipomoea operculata*. Phytochemistry. 16, 711-714.
- Wagner, H. & Schwarting, G. (1977). Struktur der Microphyllinsäure aus dem Harz von *Convolvulus microphyllus*. Phytochemistry. 16, 715-717.
- Wagner, H., Wenzel, G. & Chari, V. M. (1978). The turpethinic acids of *Ipomoea turpethum* L. Planta Medica. 33, 144-155.
- Warren, L. E. (1929). The assay of jalap. I. Assoc. Official Agr. Chem. 12, 324-332.

Warren, L. E. (1930). The assay of ipomoea. J. Assoc. Official Agr. Chem. **13**, 377-383.

Youngken, H. W. (1951). Tratado de Farmacognosia. Sexta edición. Ed. Atlante. México, 1375 pp.