



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO
EN CIENCIAS QUÍMICAS

CUATRO OLIGOSACÁRIDOS LIPOFÍLICOS DE LAS RESINAS
GLICOSÍDICAS DEL CAMOTE BLANCO (*Ipomoea batatas*)

TESIS
PARA OPTAR POR EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS

PRESENTA

Q.F.B: Daniel Genaro Rosas Ramírez



TUTOR: Dr. Rogelio G. Pereda Miranda

AÑO: 2007



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

J U R A D O A S I G N A D O

Presidente Dr. Alfonso Romo del Vivar Romo

Vocal Dra. Rachel Mata Esseyag

Secretario Dr. Carlos Martín Cerda García Rojas

Primer Suplemente Dr. Ricardo Reyes Chilpa

Segundo Suplente Dr. Alexandre Cardoso Taketa

Sitio donde se desarrolló el tema:

Departamento de Farmacia, Laboratorio 123, conjunto E.
Facultad de Química.
Universidad Nacional Autónoma de México

Asesor

Dr. Rogelio Pereda Miranda

Sustentante

Q. F. B. Daniel Genaro Rosas Ramírez

A G R A D E C I M I E N T O S

El logro de este trabajo sólo se ha alcanzado gracias al apoyo de las siguientes instituciones y personas a las que deseo expresar mi más sincero reconocimiento:

- Dirección General de Asuntos del Personal Académico (IN208307).
 - Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (4586IQ).
 - Al personal de la Unidad de Servicios y Apoyo a la Investigación (USAI) por la determinación de las rotaciones ópticas.
 - A mis compañeros del laboratorio 123 por su amistad y apoyo.
 - A la Dra. Mabel Fragoso Serrano por su apoyo técnico y cooperación en la realización de esta investigación.
 - Al Dr. Rogelio Pereda Miranda por la confianza brindada para desarrollar este proyecto de tesis y haberme permitido ser parte de su grupo de investigación.
-
-

*A mis padres; mis hermanos y sobrino; mis abuelitos y demás familia; mis amigos;
y en especial y con mucho cariño a mi adorada Haydee*

ÍNDICE

ÍNDICE	I
ÍNDICE DE CUADROS	II
ÍNDICE DE FIGURAS	III
ABREVIATURAS	V
INTRODUCCIÓN.....	1
1. ANTECEDENTES.....	4
1.1. PLANTAS CON FINES MEDICINALES.....	4
1.2. PLANTAS CON FINES DIVINOS.....	6
1.3. <i>IPOMOEA</i>	9
1.3.1. <i>CONVOLVULACEAE</i>	9
1.3.2. Propiedades biodinámicas del género <i>Ipomoea</i>	12
1.3.3. Características químicas del género <i>Ipomoea</i>	14
1.3.4. <i>Ipomoea batatas</i>	16
1.4. RESINAS GLICOSÍDICAS DEL CAMOTE.....	22
1.4.1. Núcleos pentasacáridos: ácidos simónicos A y B.....	23
2. OBJETIVOS	27
2.1. GENERALES.....	27
2.2. PARTICULARES.....	27
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	28
3.1. DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES FÍSICAS.....	28
3.2. METODOS CROMATOGRAFÍCOS.....	28
3.3. MATERIAL VEGETAL.....	29
3.4. PREPARACIÓN DEL EXTRACTO DEL MATERIAL VEGETAL <i>Ipomoea batatas</i>	DE 30
3.5. FRACCIONAMIENTO PRIMARIO.....	30
3.6. AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN DE GLICOLÍPIDOS DE LA FRACCIÓN PRIMARIA $\delta\epsilon$. 31	
3.6.1. SEPARACIÓN DE LOS ÁCIDOS GLICOSÍDICOS.....	31
3.6.2. AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN DE GLICOLÍPIDOS.....	34
4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	36
4.1. AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN DE LOS GLICOLÍPIDOS.....	36
4.2. SEPARACIÓN DE LOS GLICOLÍPIDOS 1-4.....	36
4.2.1. Elucidación estructural de los glicolípidos 1-4.....	39
4.2.3. Determinación de la secuencia de glicosidación y posiciones de esterificación	44
4.3. DIFERENCIACIÓN DE LOS GLICOLÍPIDOS MEDIANTE ESPECTROMETRÍA DE MASAS	50
4.3.1. Espectrometría de masas FAB (modo negativo) de los compuestos 1-4.....	50
4.3.1.1. Patrón de fragmentación del compuesto 1.....	51
4.3.1.2. Patrón de fragmentación del compuesto 2.....	52
4.3.1.3. Patrón de fragmentación del compuesto 3.....	52
4.3.1.4. Patrón de fragmentación del compuesto 4.....	52
4. CONCLUSIONES.....	59
5. BIBLIOGRAFÍA.....	61
6. ESPECTROS.....	73

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1. Distribución de algunas plantas y hongos utilizadas en ceremonias místico-religiosas.....	7
Cuadro 2. Clasificación científica de <i>Ipomoea batatas</i>	18
Cuadro 3. Reconstrucción lingüística de la palabra Kumara (para designar al camote) en proto-polinesio (tomando de Seminario, 2004)	20
Cuadro 4. Fraccionamiento realizado mediante cromatografía en columna abierta del extracto hexánico.....	31
Cuadro 5. Tiempos de retención de los 7 diferentes constituyentes ($\delta\epsilon$ A-D).....	33
Cuadro 6. Desplazamientos químicos en la RMN ^1H de los compuestos 1-4 ^a	48
Cuadro 7. Desplazamientos químicos en la RMN ^{13}C de los compuestos 1-4 ^a	49

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Fragmento del Mural de Teotihuacan (500 D.C.) representando al Tlalocan (Paraíso de Tláloc, Dios de la Lluvia) mostrando a la Diosa Madre con dos de sus asistentes sarcedotisas y en la parte de atrás una representación estilizada de las enredaderas alucinógenas mexicanas, posiblemente el "ololiuhqui".....	8
Figura 2.	<i>Ipomoea tricolor</i> (<i>Ipomoea violacea</i>) es una enredadera herbácea de flores con el limbo de la corola celeste violáceo y produce semillas que al ingerirse son alucinógenas y aún se usan como un medio adivinatorio en las tradiciones indígenas.....	11
Figura 3.	Ilustración de la jalapa (<i>I. purga</i>), ingrediente principal en la medicina herbolaria pre-Hispánica conocida como "cacamotli tlanoquinoli" (patata purgante), del herbario azteca conocido como Códice de la Cruz-Badiano (1552) (<i>Libellus de Medicinalibus Indorum Herbis</i> , 1552. Folio 32 recto).....	13
Figura 4.	Chanoclavina.....	15
Figura 5.	<i>Ipomoea batatas</i> (Historia General de las Plantas de John Gerard. Londres. J. Norton, 1597).....	16
Figura 6.	<i>Ipomoea batatas</i> (izquierda: partes aéreas; derecha superior: raíz tuberosa del camote amarillo; derecha inferior: variedades).....	17
Figura 7.	Dulce típico de los mercados en México.....	19
Figura 8.	Hipótesis sobre el origen del camote (<i>I. batatas</i>) en el neotrópico. Las áreas delineadas contienen el número de especies relacionadas con el camote. Los puntos en negro indican los límites de contacto probable entre los dos grupos de parientes hipotéticos, de los cuales se habrían originado. D indica la región geográfica de mayor diversidad de camote y d muestra las dos áreas que siguen en diversidad (tomado de Austin, 1987).....	21
Figura 9.	Los ácidos simónico A y B.....	24
Figura 10.	El ácido operculínico C (mamósido I).....	24
Figura 11.	Simonina I.....	24
Figura 12.	Simonina II.....	25
Figura 13.	Simonina III-V.....	25
Figura 14.	Batatinas I y II.....	26
Figura 15.	Batatinósido I.....	26
Figura 16.	Cromatograma en capa fina de las fracciones primarias del extracto hexánico (sistema de elución CHCl ₃ -MeOH 86:14).....	32
Figura 17.	Cromatograma preparativo de la muestra problema $\delta\epsilon$	33
Figura 18.	Cromatograma obtenido a nivel preparativo de la subfracción B.....	37
Figura 19.	Cromatograma obtenido a nivel preparativo para la subfracción C.....	38
Figura 20.	Cromatograma obtenido a nivel preparativo para la subfracción F.....	39
Figura 21.	Señales anoméricas del batatinósido V.....	40
Figura 22.	Cuadros de conectividad en el experimento COSY (conectividades ³ J _{H-H}).....	41
Figura 23.	Porción oligosacárida de la ramnosa (señales de los protones H-1 al H-5) del batatinósido V en el espectro TOCSY.....	42
Figura 24.	Asignación de las señales de RMN ¹³ C mediante la técnica HSQC.....	43

Figura 25. Identificación de las correlaciones a tres enlaces ($^3J_{C-H}$) entre H ₁ -C ₅ en el espectro HMBC	43
Figura 26. Identificación de las correlaciones a dos enlaces ($^2J_{C-H}$) entre H ₆ -C ₅ en el espectro HMBC	44
Figura 27. El núcleo oligosacárido del compuesto 3 lactonizado por la aglicona en la posición 3 de la ramnosa interna superior (Ram).....	45
Figura 28. El núcleo oligosacárido del compuesto 4 lactonizado por la aglicona en la posición C-2 de la ramnosa interna superior (Ram).....	46
Figura 29. Patrón de fragmentación de los glicolípidos 1 al 4.....	51
Figura 30. Espectro de masas modo FAB negativo para la Pescapreína I (1)	53
Figura 31. Espectro de masas modo FAB negativo para la Murucoïdina I (2)	53
Figura 32. Espectro de masas modo FAB negativo para la Pescrapeína VII (3)	54
Figura 33. Espectro de masas modo FAB negativo para el Batatinósido V (4)	54
Figura 34. Estructuras moleculares propuestas para el compuesto 1: Pescapreína I	56
Figura 35. Estructura molecular propuesta para el compuesto 2: Murucoïdina I	56
Figura 36. Estructura molecular propuesta para el compuesto 3: Pescapreína VII	57
Figura 37. Estructura molecular propuesta para el compuesto 4: Batatinosido V	57

ABREVIATURAS

α	Rotación óptica observada en el polarímetro
δ	Desplazamiento químico
$[M-H]^-$	Ion pseudomolecular
CH_3CN	Acetonitrilo
$CHCl_3$	Cloroformo
CLAE	Cromatografía de Líquidos de Alta Eficiencia
COSY	Correlación espectroscópica homonuclear ($^1H-^1H$)
FAB⁻	Bombardeo rápido de átomos modalidad negativa
HMBC	Correlación heteronuclear a enlaces múltiples ($^{13}C-^1H$)
HSQC	Correlación espectroscópica heteronuclear a un solo enlace ($^{13}C-^1H$)
Hz	Hertz
J	Constante de acoplamiento
L	Litro
MeOH	Metanol
MHz	Megahertz
mL	Mililitros
m/z	Relación masa-carga
p. f.	Punto de fusión
ppm	Partes por millón
RMN	Resonancia Magnética Nuclear
RMN de ^{13}C	Resonancia Magnética Nuclear de Carbono 13
RMN de 1H	Resonancia Magnética Nuclear Protónica
TOCSY	Correlación espectroscópica total ($^1H-^1H$)

INTRODUCCIÓN

Las plantas pertenecientes al género *Ipomoea* (Convolvulaceae), ricas en resinas glicosídicas, han demostrado un poderoso efecto citotóxico (Pereda-Miranda, 1994), antimicrobiano (Pereda-Miranda et al., 2006a) y purgante (Pereda-Miranda y Bah, 2003; Pereda-Miranda et al., 2006) de posible interés terapéutico para el desarrollo de nuevos remedios herbolarios y el descubrimiento de compuestos con características estructurales novedosas.

La especie mexicana *Ipomoea batatas* (L.) Lam. var. *Batatas* representa una de las especies agrícolas con mayor importancia económica para el hombre ya que forma parte de la dieta básica en numerosos países. Esta especie, conocida en nuestro país como camote, constituye uno de los cultivos tradicionales más antiguos y valiosos fue seleccionada para dar continuidad a la investigación química de este género con el objetivo de ampliar el conocimiento sobre la diversidad estructural de las resinas glicosídicas de las convolvuláceas (Pereda-Miranda, 1995; Pereda-Miranda y Bah, 2003; Pereda-Miranda et al., 2006b). Así, el presente trabajo de investigación plantea la obtención de glicolípidos a partir de los extractos hexánicos de la raíz de la especie en estudio.

En México, el empleo de los camotes y de otras especies purgantes que constituyen el complejo medicinal de la raíz de jalapa (e.g. *Ipomoea purga*) data de la época precortesiana (Pereda-Miranda et al., 2006). Estos

remedios fueron conocidos por los médicos herbolarios aztecas con el término de “cacamótic tlanquiloni” (Náhuatl, raíces tuberosas purgantes) según lo documentó el Dr. Francisco Hernández (1515-1587) en su obra *Historia Natural de Nueva España* (1570-1577) en donde describe las propiedades de estos remedios para purgar el estómago “con suavidad y seguridad admirables, sacando además de las venas las bilis y los demás humores” (Hernández, 1959). Esta actividad purgante se encuentra asociada al alto contenido de resinas glicosídicas (10-20%) que caracteriza a los miembros de este complejo medicinal.

Las resinas glicosídicas están constituidas por una mezcla compleja de glicolípidos característicos de las especies pertenecientes al género *Ipomoea* y constituyen una serie de oligosacáridos macrocíclicos que tienen la particularidad de ser moléculas anfipáticas por la presencia simultánea en su estructura de un núcleo oligosacárido hidrofílico y una porción hidrofóbica. Se ha postulado que estos glicolípidos desempeñan un papel importante en la ecología química de las convolvuláceas (Pereda-Miranda y Bah, 2003), ya que un gran número de sus actividades biológicas pueden explicarse como un resultado de su posible acción ionofórica, e.g. la citotoxicidad (Pereda-Miranda y Bah, 2003). La presencia de la estructura macrocíclica constituye un requisito esencial para la actividad biológica (Rencusori *et al.*, 2004). Sin embargo, la naturaleza química y la complejidad estructural de las resinas glicosídicas ha constituido un obstáculo que ha dificultado durante mucho tiempo el aislamiento de sus constituyentes individuales (Wagner, 1973) y, por lo tanto, la caracterización de su estructura

molecular. El éxito en la purificación de los constituyentes individuales de las resinas glicosídicas ha dependido exclusivamente del empleo de la cromatografía de líquidos de alta eficacia (CLAE; Pereda-Miranda, *et al.*, 2005; Escalante-Sánchez y Pereda-Miranda, 2007; Chérigo y Pereda-Miranda, 2006; Escobedo-Martínez y Pereda-Miranda, 2007). El empleo de estas técnicas instrumentales en la presente disertación se enfocará a la búsqueda de condiciones cromatográficas que permitan la purificación de los constituyentes mayoritarios presentes en algunas de las fracciones de mayor polaridad de los extractos hexánicos de la variedad blanca del camote con el objetivo de establecer su estructura química mediante el empleo de técnicas espectroscópicas y espectrométricas.

1. ANTECEDENTES

1.1. PLANTAS CON FINES MEDICINALES

El conocimiento y la utilización de las plantas tienen una larga e interesante historia, reconociéndose que satisfacen muy diversas necesidades y una de ellas es la recuperación y el mantenimiento de la salud. En México, esta historia se remonta a tiempos antiguos en donde las costumbres eran recorrer el territorio buscando cobijo temporal en cuevas y sustento en la práctica de la caza, la pesca y la recolección de plantas silvestres. Estos grupos aborígenes, grandes conocedores de las posibilidades alimenticias y propiedades curativas de las plantas, heredaron toda su sabiduría a los pueblos agrícolas sedentarios, origen de las diversas culturas del México antiguo. El aprovechamiento de los recursos naturales por las sociedades prehispánicas para la salud incluía, además de tratamientos curativos, prácticas de higiene, cuidados y embellecimiento del cuerpo humano (Lozoya, 1998).

Por otra parte, la medicina prehispánica estuvo íntimamente vinculada a la religión y a la magia, ambas con una fundamentación de tipo chamánica en sus rituales (Furst, 2000) de manera que los pueblos mesoamericanos asociaron e identificaron cualidades y poderes de plantas, animales y elementos de la naturaleza a los de sus divinidades. En la actualidad, existen amplios sectores sociales interesados en las plantas medicinales, entre ellos se cuentan desde quienes tienen un interés meramente pragmático, hasta los estudiosos e investigadores de un alto nivel de especialización en los distintos ámbitos del conocimiento desde donde se puede uno acercar a este objeto de estudio. Uno de éstos es la etnobotánica, ciencia que aborda las relaciones históricas entre las sociedades

humanas y el entorno vegetal bajo un enfoque de investigación multidisciplinario. En México, se han desarrollado estudios referidos a plantas medicinales, comestibles, de ornato, para la construcción, místico-religiosas; de empleo en los sistemas agrosilvícolas y huertos; sobre la domesticación y la agricultura tradicional y de carácter histórico.

Entre los Mexicas, cultura mesoamericana de la que mayor información tenemos, el tianguis (del náhuatl, tianguiztli, mercado) era el espacio donde se reunían un día a la semana los productores de sitios aledaños al lugar del establecimiento físico, para vender, comprar e intercambiar sus muy diversos productos. En el mercado se establecían los comerciantes que además de suministrar los productos propios de la región, traían de sus largos viajes frutos exóticos, ricas plumas y pieles de animales, cerámicas e instrumentos líticos de lujo y ceremoniales, piezas de joyería y, por supuesto, hierbas medicinales. Mucho admiraron los conquistadores españoles los mercados mexicanos, así lo demuestra la relación hecha por Hernán Cortés cuando escribió en su Segunda Carta dirigida a Carlos V el 30 de octubre de 1520:

"Tiene esta ciudad muchas plazas donde hay continuo mercado y trato de comprar y vender... Hay calle de herbolarios, donde hay todas las raíces y hierbas medicinales que en la tierra se hallan. Hay casas como de boticarios donde se venden las medicinas hechas, así potables como unguentos y emplastos".

México no solamente se distingue por su diversidad de especies sino también por su alto índice de endemismos. En

cuanto a la diversidad, existen 220 familias que abarcan 2410 géneros y cerca de 26000 especies, lo que sitúa a nuestro país en el cuarto lugar mundial en diversidad florística (Mittermeier y Mittermeier, 1992), en su inventario están representadas prácticamente todos los tipos de vegetación conocidos y su aporte a la herbolaria se calcula en más de 5,000 especies con uso medicinal. El universo de la herbolaria mexicana es infinito. En cada una de las regiones de nuestro país es posible encontrar en los mercados un área donde se conjuntan los puestos especializados en estos productos. Los lugareños son desde luego los clientes habituales que acuden en busca de la sabiduría de los curanderos y los comerciantes herbolarios conocedores de las virtudes de las plantas.

1.2. PLANTAS CON FINES DIVINOS

La medicina prehispánica, tan ligada a la religión, sufrió cambios y aún mutilaciones durante la época colonial pues el uso de algunas plantas a las que se les otorgaba un sentido mágico y religioso fue prohibido o restringido y, en algunos casos, los médicos herbolarios perseguidos pues sus prácticas se consideraron heréticas por los evangelizadores españoles.

Aunque las culturas prehispánicas americanas destacan por el gran número de reportes sobre el consumo de plantas psicoactivas (contra media docena del viejo mundo) con el objetivo primordial de la búsqueda de una identidad divina y lograr el éxtasis místico que constituye la base de sus religiones chamánicas (Pereda-Miranda, 2003). Existen estudios de diferentes épocas y pueblos alrededor del mundo buscando dicha identidad extática (Furst, 2000). Las

culturas prehispánicas mostraron tener un gran acervo de plantas vinculadas con ceremonias divinas, siendo México uno de los mayores propietarios de todas estas riquezas por su gran diversidad de zonas climáticas y por el alto endemismo de su flora (Cuadro 1).

Cuadro 1. Distribución de algunas plantas y hongos utilizadas en ceremonias místico-religiosas.

NOMBRE CIENTIFICO	LOCALIZACIÓN
<i>Lophophora williamsii</i>	México y E.U.
<i>Psilocybe mexicana, P. mazatecorum, P. wassonii</i>	México
<i>Salvia divinorum</i>	México
<i>Datura metel</i>	México, China y la India
<i>Ribea corymbosa</i>	México
<i>Ipomoea violacea</i>	México
<i>Claviceps paspali</i>	Grecia
<i>Anadenanthera peregrina</i>	Venezuela y Brasil
<i>Banisteriopsis caapi</i>	Colombia y Brasil
<i>Tabernanthe iboga</i>	África
<i>Trichocereus pachanoi</i>	Perú y Bolivia
<i>Amanita muscaria</i>	Siberia, Norteamérica y la India

Todas estas especies contienen principios activos los cuales provocan diferentes estados alterados de conciencia por lo que simplemente llamarlos psicoactivas no abarcaría los estados físicos, mentales y de ánimo que provocan. Por lo tanto, los términos como narcóticos (latín *narcoticus*, para conciliar el sueño y entorpecer los sentidos), alucinógeno (latín *hallucinor* o *allucinor*, " ofuscar, seducir o engañar haciendo que se tome una cosa por otra) y psicotomimético o psicotogénico (creado a partir de la combinación de *psychotic-* y *mimetic*, para designar a aquellas drogas cuyos efectos se *asemejan* a los de una psicosis, causante de psicosis) no serían los términos más acertados dado el carácter y significado divino de estas

plantas. De acuerdo a esta percepción se debe de tomar en cuenta que la denominación más adecuada para referirse a estas plantas corresponde al término creado por Wasson, Hofmann y Ruck: enteógeno (Wasson *et al.*, 1970), que procede de la palabra griega *entheos*, cuyo significado etimológico es "dios (theos)", y designa "aquellas plantas que producen visiones y de las cuales puede mostrarse que han figurado en ritos religiosos o de carácter divino".



Figura 1. Fragmento del Mural de Teotihuacan (500 D.C.) representando al Tlalocan (Paraíso de Tláloc, Dios de la Lluvia) mostrando a la Diosa Madre con dos de sus asistentes sacerdotisas y en la parte de atrás una representación estilizada de las enredaderas alucinógenas mexicanas, posiblemente el "ololiuhqui".

Dentro de estas plantas, destacan las enredaderas mexicanas conocidas como quiebraplato, maravillas o enredadera de la serpiente (Figura 1). Estas plantas alucinógenas pertenecen a la familia de las convolvuláceas y destacan dos especies, *Ipomoea violacea* y *Rivea corymbosa* que constituyeron importantes agentes alucinógenos y medicinales entre los aztecas (Furst, 1995). Sus semillas fueron conocidas como "ololiuhqui", *R. Corymbosa*, (náhuatl, esférico) y "tlitliltzin", *I. violacea*, (náhuatl, negro más un sufijo que indica reverencia) y actualmente se utilizan

por los indígenas zapotecas y chatinos (kitse cha'tnio, en referencia a su lengua cha'cña) del estado de Oaxaca. Los compuestos alucinógenos del "ololiuqui" y del "tlitliltzin" son alcaloides del ácido lisérgico, siendo las semillas de *I. violacea* seis veces más potentes que las de *T. corymbosa* (Schultes y Hofmann, 1979).

1.3. IPOMOEA

1.3.1. Convolvulaceae

El género *Ipomoea* pertenece a la familia *Convolvulaceae*, la cual está compuesta aproximadamente por 60 géneros y más de 1650 especies. El género *Ipomoea* abarca cerca de 500 especies (Mabberley, 1989; McDonald y Mabry, 1992), siendo éste el más grande. El nombre de la familia se deriva del latín *convolvere* que significa entrelazarse ya que un gran número de estas plantas son rastreras o enredaderas que se enroscan a un soporte.

Las flores de la familia *Convolvulaceae* son a menudo grandes y vistosas, que aparecen en dicasios terminales o axilares, o a menudo solitarias en las axilas, rara vez en inflorescencias racemosas o paniculadas, generalmente sostenidas por un par de brácteas que a veces se agrandan para formar un involucre, hermafroditas o rara vez unisexuales (*Hildebrandtia*), pentámeras excepto en el gineceo (tetrámeras en *Hildebrandtia*). El perianto es en sépalos imbricados, a veces desiguales, generalmente libres o connados sólo en la base, rara vez connados en la mayor parte de su longitud. Corola simpétala, comúnmente infundibuliforme, clara o débilmente lobada, actinomorfas (oblicuamente zigomorfa en *Humbertia*), generalmente

induplicado-valvada y a menudo también convoluta en sentido horario, al menos en *Convolvulus* e *Ipomoea*. El androceo consta de estambres isómeros y alternos con los lóbulos de la corola, insertos en la base del tubo de la corola, filamentos a menudo desiguales. Disco nectarífero lobulado generalmente presente alrededor de la base del ovario. El gineceo es de 2 (3-5) carpelos unidos; ovario súpero, plurilocular, rara vez unilocular; estilo terminal, simple o a menudo más o menos profundamente dividido o con estilos libres; primordios seminales generalmente 2 por carpelo (numerosos en *Humbertia*) basales o basal-axilares. Presentan fruto en forma de una cápsula loculicida (dehiscencia en el fruto de tipo cápsula cuando se abren por los nervios medios de los carpelos), o a veces irregularmente dehiscente, o menos a menudo indehiscente y baciforme o nuciforme.

La familia *Convolvulaceae* representa una de las más grandes y diversas de México, ya que se ha reportado que hay quince géneros y aproximadamente 217 especies, siendo el género *Ipomoea* uno de los mayoritarios y teniendo alrededor de 60 especies endémicas. El género está concentrado en las regiones subtropicales de la costa del Pacífico, representado desde Baja California hasta Chiapas con un aproximado de 213 especies y, por lo menos, 38 especies endémicas (McDonald, 1991).

La palabra *Ipomoea* procede del griego *ips*, *ipos*, que significa gusano y *homoios*, que significa semejante, aludiendo a la forma de crecimiento de estas plantas rastreras. La mayoría de las plantas del género *Ipomoea* no presentan una variedad importante en su morfología, siendo que la mayoría de estas plantas son enredaderas con tallos enroscados que alcanzan de 1 a 5 metros (Figura 2), aunque

existen unas cuantas especies que se presentan como lianas tropicales y alcanzan alturas de hasta 15 metros. Otras especies crecen a la misma longitud pero han perdido la capacidad de enroscarse, creciendo de manera tendida para formar extensas cubiertas sobre arenas costeras (*Ipomoea pes-caprae*). Otras especies de las zonas áridas son arbustos perennes leñosos y herbáceos (*Ipomoea stans*), que crecen hasta 1 metro, habiendo otras especies que forman árboles de madera suave y alcanzan de 4 a 8 metros de altura (*Ipomoea murucoides*; McDonald, 1991).



Figura 2. *Ipomoea tricolor* (*Ipomoea violacea*) es una enredadera herbácea de flores con el limbo de la corola celeste violáceo y produce semillas que al ingerirse son alucinógenas y aún se usan como un medio adivinatorio en las tradiciones indígenas.

Las especies del género *Ipomoea* se distribuyen a través de las regiones tropicales y subtropicales del mundo. Los usos populares de este género han sido variados desde alimento para el consumo humano y como forraje. También, se ha utilizado a numerosas especies como remedios caseros en la medicina tradicional (Millspaugh, 1974).

1.3.2. Propiedades biodinámicas del género *Ipomoea*

El género de *Ipomoea* se ha estudiado desde varios aspectos. En diversos estudios se ha descrito su naturaleza alelopática (Shinghvi y Sharma, 1984; Villamayor y Pérez, 1983) de utilidad en la agricultura tradicional como cultivos de cobertura debido a su potencial herbicida (Pereda-Miranda et al., 1993). También, destacan sus diversas propiedades antibacterianas, anticancerígenas (Bieber et al., 1986; Noda et al., 1992; Pereda-Miranda et al., 1993), anticonvulsivas (Díaz, 1976; Contreras et al., 1996), carminativas (Noda et al., 1988), antihelmínticas (Trease y Evans, 1988), diuréticas (Martínez, 1989), antisépticas (Linajes Palacios, 1991), antidiabéticas, antihemorrágicas, hipotensivas y antianémicas, aunque el principal atributo medicinal de la mayoría de las especies del género es su actividad laxante (Alzulgaray y Alzulgaray, 1984; Díaz, 1977; Millispaugh, 1974; Roig y Mesa, 1974; Wagner, 1973). A pesar de que el uso en la medicina tradicional de las especies del género *Ipomoea* es muy antiguo, tanto en el viejo como el nuevo mundo, muy pocas especies han sido estudiadas desde el punto de vista farmacológico.

En México, el empleo de los “camotes” de las especies purgantes que constituyen el complejo medicinal de la raíz de jalapa data de la época precortesiana (Pereda-Miranda et al., 2006). Estos remedios conocidos por los médicos herbolarios aztecas con el término “cacamótic tlanquiloni” (Náhuatl, raíces tuberosas purgantes) según lo documentó el Dr. Francisco Hernández (1515-1587) en su obra *Historia Natural de Nueva España* (1570-1577) en donde describe las propiedades de estos remedios para purgar el estómago “con

suavidad y seguridad admirables, sacando además de las venas las bilis y los demás humores" (Hernández, 1959).



Figura 3. Ilustración de la jalapa (*I. purga*), ingrediente principal en la medicina herbolaria pre-Hispánica conocida como "cacamotli tlanquinoli" (patata purgante), del herbario azteca conocido como Códice de la Cruz-Badiano (1552) (*Libellus de Medicinalibus Indorum Herbis*, 1552. Folio 32 recto).

En la actualidad, las especies que integran este complejo medicinal se han identificado como la especie *I. purga* o raíz de jalapa (especie dominante de este complejo) y sus sucedáneos conocidos como las falsas jalapas, *I. orizabensis* (escamonea mexicana), *I. stans* (raíz de tumbavaquero), *I. batatas* (camote blanco), *I. jalapa* (raíz de Michoacán), e *I. simulans* (raíz de Tampico), entre otras. Una de las ilustraciones del Códice de la Cruz-

Badiano (1552), primer libro de *materia medica* del continente americano, representa a una enredadera llamada "Uelicpahtli" (Náhuatl, *uelic* = de sabor agradable, *pahtli* = medicina) con las características anatómicas de una enredadera de flores rojas con una raíz tuberosa grande (Figura 3). La leyenda en latín que describe las propiedades terapéuticas de este remedio herbolario azteca dice "*purgativo ventris*" (para purgar el vientre) y es similar a la descripción del Dr. Hernández para el complejo "cacamótic tlanquiloni". Así, este conjunto de evidencias sugiere que se trata de la raíz de jalapa (*Ipomoea purga*).

1.3.3. Características químicas del género *Ipomoea*

Las especies del género *Ipomoea* sintetizan alcaloides de grupos estructurales diversos, como pirrolizidínicos (Jenett-Siems *et al.*, 1993; 1997), alcaloides altamente tóxicos sin función terapéutica, tropánicos e indólicos (Molyneux *et al.*, 1995 Schimming *et al.*, 1998). Los alcaloides del ergot y las resinas glicosídicas constituyen la principal característica quimiotaxonómica de las especies del género *Ipomoea*.

Los glicolípidos característicos de este género constituyen una serie de oligosacáridos que tienen la particularidad de ser moléculas anfipáticas por la presencia simultánea en su estructura de un núcleo oligosacárido hidrofílico y una porción hidrofóbica constituida por la aglicona (como el ácido 11-hidroxihexadecanoico). Se han descrito las estructuras de oligosacáridos que abarcan desde disacáridos hasta hexasacáridos de metilpentosas (D-fucosa, D-quinovosa y L-ramnosa) y hexosas (D-glucosa). Uno de los rasgos anatómicos más sobresalientes de este género de plantas es

la presencia de hileras de células secretoras de resinas glicosídicas en los tejidos foliares y en sus raíces.

También ha sido fuente de varios estudios los alcaloides del ergot, característicos del género (Chao y Der Maderosian, 1973; Schimming *et al.*, 1998; Jennet-Siems *et al.*, 1993; 1994a, 1994b; Henrici *et al.*, 1994). Estos principios alucinógenos son los responsables del uso de algunas especies de *Ipomoea* en los rituales autóctonos de América Central y del sur de México (Schultes, 1941) y el alto contenido de este tipo de alcaloides en sus partes aéreas ha sido responsable de la intoxicación en ganado ovino y bovino (Molyneux *et al.*, 1995; MacLeod y Ward, 1997, Harbone, 1993) o su empleo como antiespasmódicos en la medicina tradicional, de forma similar a los remedios herbolarios preparados con las especies de *Datura* (Osuna *et al.*, 1996).

Los primeros alcaloides aislados en la familia de las convolvuláceas fueron la amida del ácido lisérgico, la amida del ácido isolisérgico y la chanoclavina, Figura 4 (Hofmann, 1963; Stoll y Hofmann, 1965). Un hallazgo muy importante fue la identificación en *Ipomoea argyrophylla* de alcaloides peptídicos, la ergosina y la ergosinina (Der Marderosian, 1967; Chao y Der Maderosian, 1973), los cuales también constituyen los productos metabólicos de varias especies de hongos del género *Claviceps* (Floss, 1976).

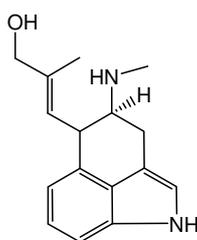


Figura 4. Chanoclavina

1.3.4. *Ipomoea batatas*

Ipomoea batatas (L.) Lam. var. *batatas* (Figura 5) es una planta rastrera con raíces adventicias, algunas de las cuales presentan tubérculos hinchados. Se ha reportado que sus hojas y raíces son efectivas para el tratamiento de la leucemia, la anemia, la hipertensión, la diabetes y las hemorragias (Noda et al., 1992b).



Figura 5. *Ipomoea batatas* (Historia General de las Plantas de John Gerard. Londres. J. Norton, 1597).

Se conoce con diferentes nombres comunes como batata, boniato, aje, haje, jage, camote, moniato, papa dulce, batata azucarada, patata dulce y batata de Málaga, entre otros. Age (o aje) y batata son términos taínos de los pueblos amerindios de lengua arahuaco que habitaban las Antillas. Boniato, por su parte es un término también taíno, que se aplica a las variedades más dulces (Pardo Tomás y López Terrada, 1993). El nombre de camote proviene del náhuatl ("camotli") palabra que servía para nombrar a toda raíz alargada comestible (Rogers, 1963). Los nombres de cumara, kumara y sus derivados, provienen del quechua y se cree que se originaron a partir de los vocablos polinesios de kumar y kumale incorporados a esta lengua andina unos 1,000 años antes de Cristo (O'Brien, 1972).

Apichu proviene del aimara, indígenas que habitan en la región del lago Titicaca, entre Perú y Bolivia.

Ipomoea batatas (Figura 6) es un miembro de la familia Convolvulaceae de suma importancia económica para el hombre. Es un hexaploide a diferencia de la mayor parte de los miembros del género que son diploides o tetraploides. Posiblemente, se originó como un híbrido de las especies *Ipomoea trifida* (H.B.K.) G. Don e *Ipomoea tiliacea* (Willd.) Choisy. Es un cultivo de zonas tropicales y subtropicales. Se sabe que el camote florece libremente en zonas tropicales pero en zonas templadas la floración es reducida (Martín, 1988). Sus flores se abren al alba o poco después y comienza a cerrarse al comenzar la noche, dependiendo de las condiciones ambientales. La corola puede marchitarse y caer en 24 horas, y el ovario no fertilizado puede caer a los 2 ó 3 días. El estigma es receptivo en las primeras horas de la mañana (Jones, 1980). Es una planta anual, herbácea, rastrera, en ocasiones con ápices volubles, glabra o pubescente, con raíces adventicias y tuberosas, se propaga vegetativamente por segmentos de tallos y raramente por las raíces tuberosas y semillas.



Figura 6. *Ipomoea batatas* (izquierda: partes aéreas; derecha superior: raíz tuberosa del camote amarillo; derecha inferior: variedades).

La serie de las Batatas, Subgenero Eriospermum, sección Eriospermum, contiene, además de la *Ipomoea batatas* (cuadro 2), 13 especies salvajes estrechamente relacionadas al camote. Todos estas especies, excepto *Ipomoea littoralis* (se encuentra en África, Asia, Australia y América; Austin, 1991), son endémicas de América. Se considera que dos son de origen híbrido. *Ipomoea leucantha* se ha considerado ser el intermedio de los híbridos *Ipomoea cordatotriloba* e *Ipomoea lacunosa*. *Ipomoea grandifolia* se ha supuesto que incluya derivados de los híbridos *Ipomoea cordatotriloba* y de *Ipomoea batatas* (Austin, 1978). Dos especies que eran consideradas dentro de este grupo son *Ipomoea peruviana* de Perú y Ecuador, ahora se clasificó dentro de la sección Eriospermum, serie Setosae, e *Ipomoea gracilis* de Australia, ahora en la sección Erpipomoea.

Cuadro 2. Clasificación científica de *Ipomoea batatas*.

CLASIFICACIÓN CIENTÍFICA	
Reino	Plantae
Filo	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Solanales
Familia	Convolvaceae
Género	<i>Ipomoea</i>
Especie	<i>Ipomoea batatas</i> <i>Batatas edulis</i> ,
Sinónimos	<i>Convolvulus batatas</i> , <i>Ipomoea mammosa</i>

Ipomoea batatas es uno de los cultivos tradicionales más antiguos y valiosos, sembrado ampliamente en los países en vías de desarrollo. Destaca por su rusticidad y su alta productividad por unidad de área y de tiempo y es un cultivo rico en vitaminas y minerales. En muchos países su principal uso está dado en la alimentación humana (Figura

7) y como alimento para aves, conejos y ganado porcino y bovino (Martín, 1988).



Figura 7. Dulce típico de los mercados en México.

Las primeras noticias americanas sobre *Ipomoea batatas* corresponden a Colón en 1492 y también a Fernández de Oviedo, quien la describió en 1526, en la isla Española (Pardo Tomás y López Terrada, 1993). Se conoce además que a la llegada de los españoles, el cultivo estaba extendido en toda sudamérica y centroamérica (Montaldo 1994; Austin 1987). Los españoles la introdujeron a Europa y lo dispersaron hacia China, Japón, Malasia y las islas Molucas. Los portugueses la llevaron a la India, Indonesia y Africa. Existe la teoría de que la planta fue introducida a la Polinesia antes de Magallanes y de allí fue dispersada al resto del Pacífico. La evidencia de la introducción del camote antes de Magallanes hacia la Polinesia radica en la reconstrucción lingüística de la palabra Kumara (para designar al camote) en proto-polinesio (Cuadro 3) (Seminario, 2004). Esta palabra ha sido empleada para mostrar el contacto directo entre los polinesios y las poblaciones andinas de habla quechua. Aparentemente, la palabra es un vocablo proto-polinesio introducido en el quechua. La evidencia lingüística, cuando se combina con la arqueológica sugiere que la planta arribó ya sea al área de Fiji cerca del año 500 A.C. (la alternativa más temprana y

más radical) o en el grupo de las islas Sammoa cerca del año 1 D.C. (probabilidad mayor) o en las islas marquesas, aproximadamente en el año 400 D.C. (O'Brien, 1972, Seminario, 2004).

Cuadro 3. Reconstrucción lingüística de la palabra Kumara (para designar al camote) en proto-polinesio (tomando de Seminario, 2004)

NOMBRES REGIONALES	IDIOMA / REGIÓN
Apichu	Aymara
	Quechua
Cumara, cjumara, ckumara, cumar, kumara, ku	Quechua: Perú, Ecuador
umala/kuala	Colombia
Kumar, (a), umara, uma's, kumala	Polinesio
Umala y uwala	Polinesio
Camote (camotli)	Nahuatl: México
Batata	Español: Argentina, Puerto Rico

Vavilov (Montaldo 1994, Seminario, 2004) consideró que el camote se originó en la región comprendida entre el sur de México, Guatemala, Honduras y Costa Rica. O'Brien (O'Brien, 1972) considera que el camote tiene su origen en algún lugar de Centro América o el noroeste de Sudamérica, cerca de 3,000 A.C., como parte del desarrollo de la agricultura de las plantas con tubérculos comestibles en los bosques tropicales.

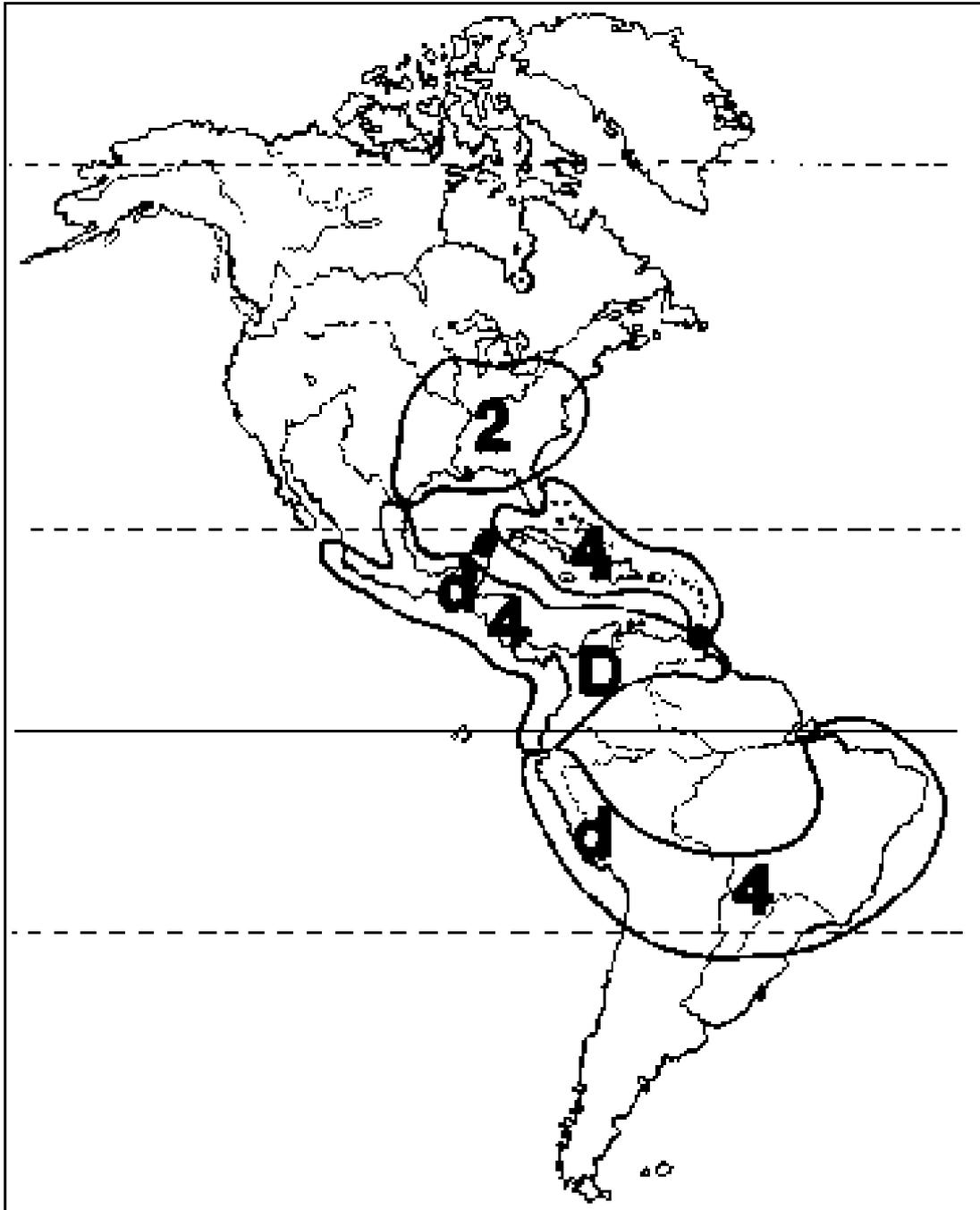


Figura 8. Hipótesis sobre el origen del camote (*I. batatas*) en el neotrópico. Las áreas delineadas contienen el número de especies relacionadas con el camote. Los puntos en negro indican los límites de contacto probable entre los dos grupos de parientes hipotéticos, de los cuales se habrían originado. D indica la región geográfica de mayor diversidad de camote y d muestra las dos áreas que siguen en diversidad (tomado de Austin, 1987).

Posiblemente, *Ipomoea batatas* se originó como un híbrido o a través de alteraciones cariotípicas de una planta desconocida del género *Ipomoea*. Austin (Austin, 1987; Seminario, 2004) considera que la edad estimada por O'Brien y otros para el camote, por lo menos debe ser duplicada; es decir, que es mucho más antiguo. Esta propuesta concuerda con los hallazgos de camotes, en la costa peruana que datan de 8,000 a 10,000 años. En este sentido, concuerda con Yen (Yen, 1974; Seminario, 2004), quien considera que el camote puede estar entre las primeras plantas domesticadas del mundo.

Actualmente, la mayor variabilidad del camote se presenta en el Perú (172 variedades), Guatemala (160 variedades) y Colombia (115 variedades). Austin (Austin, 1988) considera que protochibchas, chibchas o poblaciones influenciadas por los chibchas, descubrieron el camote y lo llevaron a su cultivo por lo menos 2,500 A.C. Los mayas y los incas habrían tomado la planta domesticada y produjeron nuevas líneas mejor adaptadas a las condiciones locales.

1.4. RESINAS GLICOSÍDICAS DEL CAMOTE.

La característica estructural común que poseen los constituyentes individuales de las resinas glicosídicas encontradas en la familia de las convolvuláceas es el núcleo oligosacárido acilado en la mayoría de los casos por ácidos grasos y formando un éster macrocíclico a través de la lactonización (esterificación intramolecular) con el grupo carboxílico de la aglicona.

La diversidad estructural de estos compuestos depende de las diferencias observadas en cuanto al tipo y al número

de unidades monosacáridas que constituyen el núcleo oligosacárido, en la secuencia de glicosilación y la posición de lactonización en el núcleo oligosacárido. También, la diversidad estructural de estos compuestos está asociada al tipo, el número y la posición de los ácidos que se encuentran acilando al oligosacárido.

Los ácidos (11*S*)-11-hidroxihexadecanoico (ácido jalapínico) y el (11*S*)-11-hidroxitetradecanoico (ácido convolvulinico) representan las agliconas que con mayor frecuencia se encuentran en estos glicolípidos.

1.4.1. Núcleos pentasacáridos: ácidos simónicos A y B

En *Ipomoea batatas* se han caracterizado a los ácidos simónicos A, B (Figura 9) y operculínico C (Noda *et al.*, 1992b, Figura 10) como los principales núcleos oligosacáridos constitutivos de las resinas glicosídicas. Se han purificado ocho glicorresinas a partir de la jalapina de esta raíz, las simoninas I-V, las batatinas I-II y el batatinósido I (Escalante-Sánchez y Pereda-Miranda, 2007). La simonina I (Figura 11) está constituida por el núcleo oligosacárido del ácido operculínico C y es un glicolípido esterificado en uno de los monosacáridos con el ácido *trans*-cinámico.

La simonina II (Figura 12) es la única que posee el núcleo del ácido simónico A, constituido por una unidad de glucosa y cuatro de ramnosa.

Las simoninas III-V (Figura 13), constituidas por el ácido simónico B, en el cual el monosacárido que realiza el enlace glicosídico con la aglicona es una unidad de fucosa en lugar de glucosa como en el ácido simónico A.

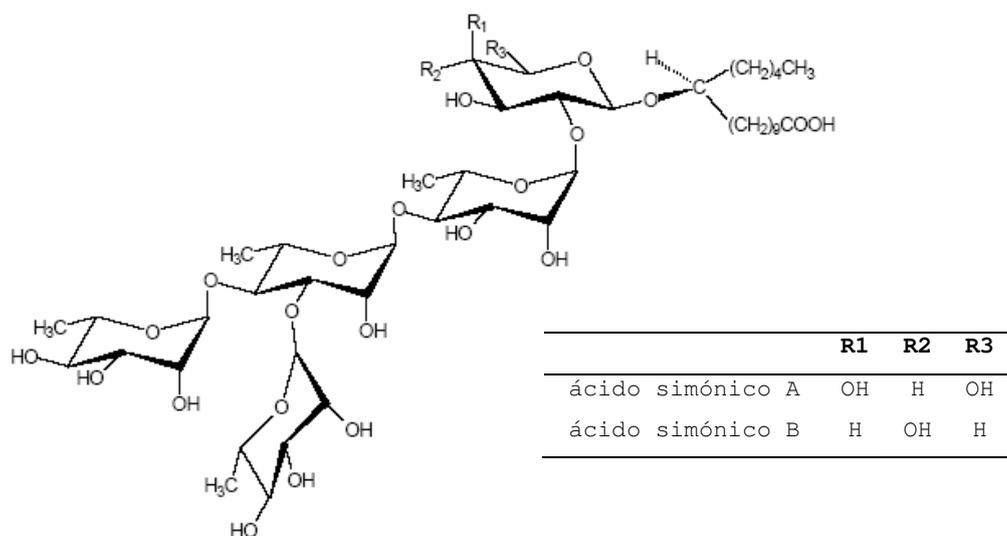


Figura 9. Los ácidos simónico A y B

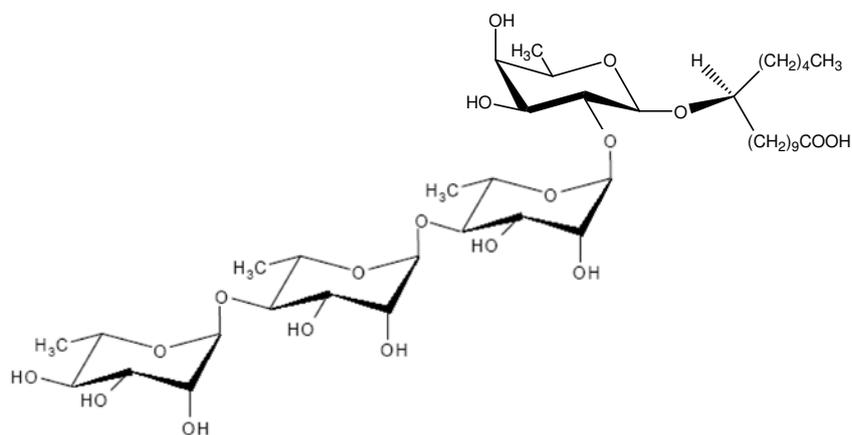


Figura 10. El ácido operculínico C (mamósido I).

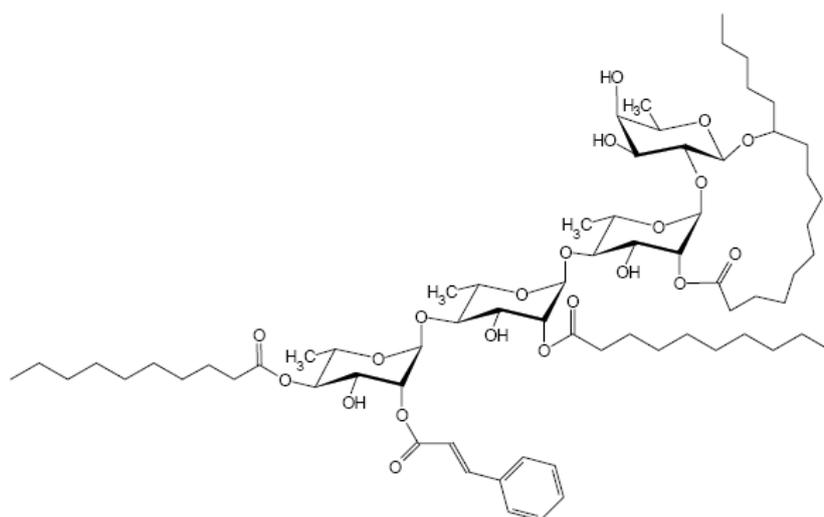


Figura 11. Simonina I

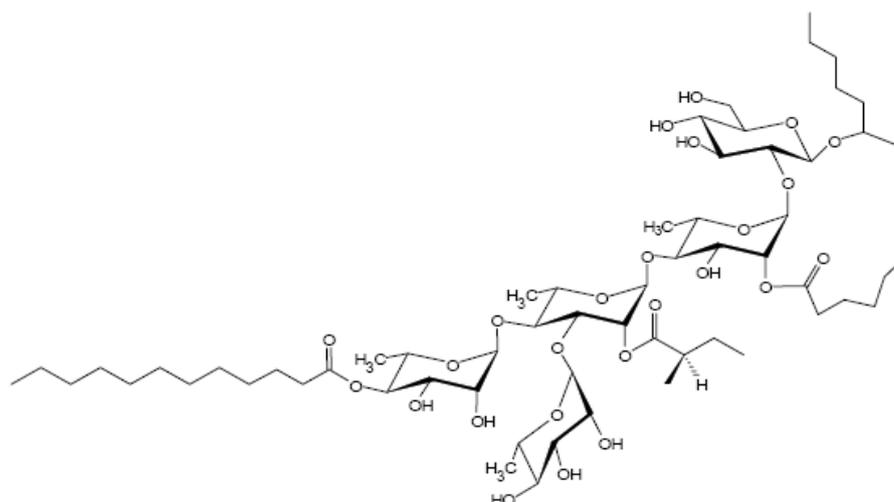
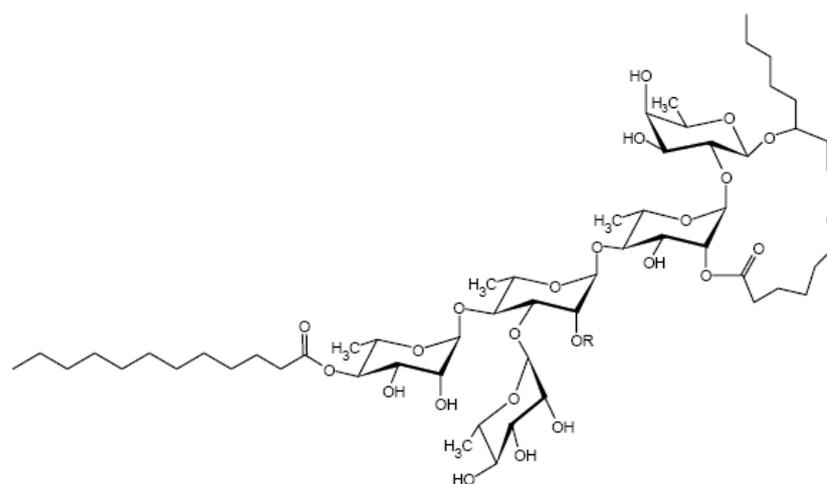


Figura 12. Simonina II



R	
simonina III	2-metilbutanoilo
simonina IV	decanoilo
simonina V	octanoilo

Figura 13. Simonina III-V

Las batatinas I y II (Figura 14), dímeros tipo éster del batatinósido I, un pentasacárido poliacilado (Figura 15) cuyo núcleo oligosacárido corresponde al ácido simónico B.

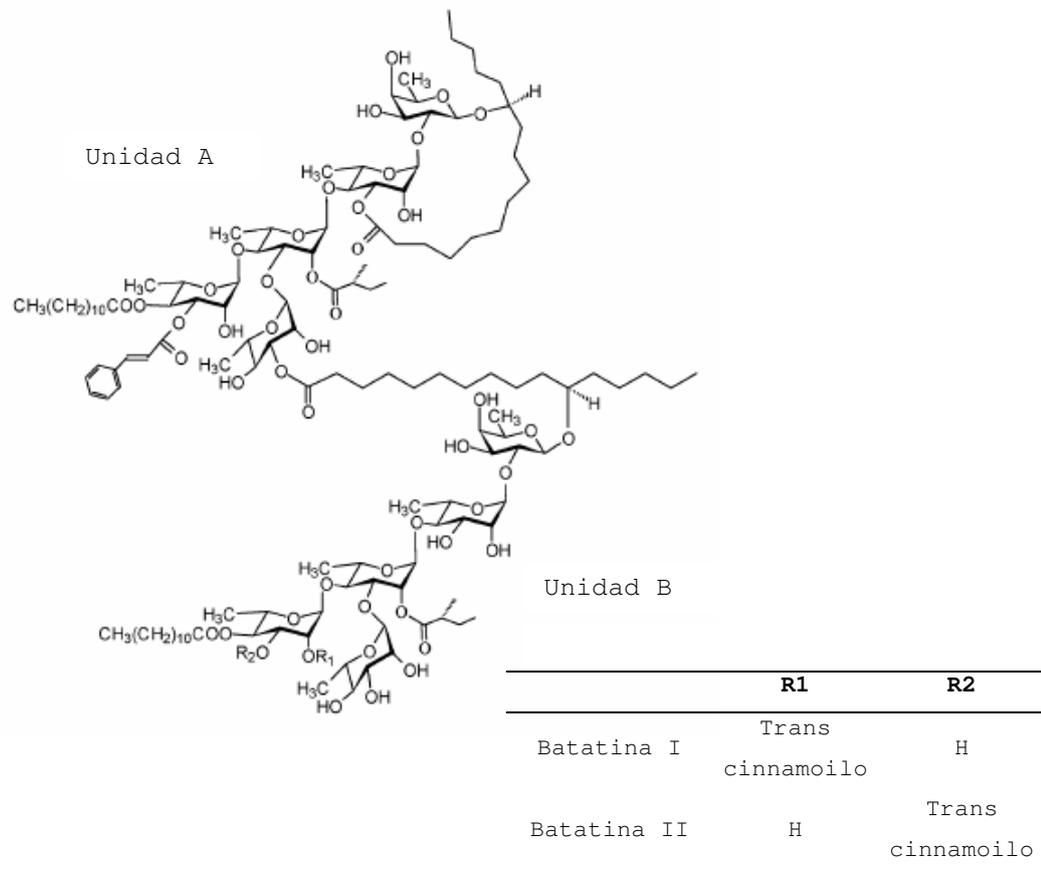


Figura 14. Batatinas I y II

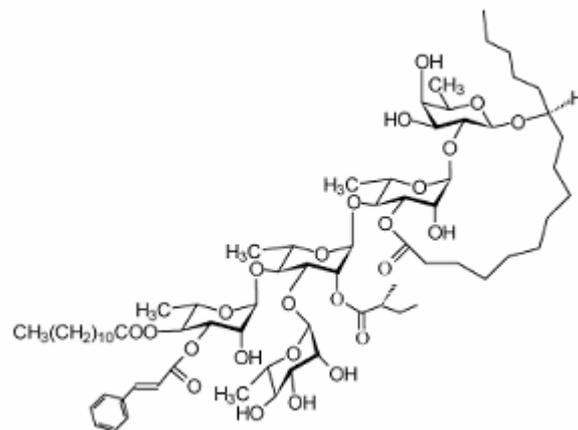


Figura 15. Batatinósido I

2. OBJETIVOS

2.1. GENERALES

- 2.1.1. Aislamiento y purificación mediante la aplicación de la cromatografía de alta eficiencia (CLAE) de los glicolípidos individuales mayoritarios que constituyen las complejas mezclas de las resinas glicosídicas presentes en *Ipomoea batatas*.
- 2.1.2. Caracterización de las estructuras moleculares de los ácidos glicosídicos mayoritarios presentes en el extracto hexánico de *Ipomoea batatas* con la finalidad de ampliar el conocimiento relacionado con la diversidad estructural de estos metabolitos biodinámicos.

2.2. PARTICULARES

- 2.2.1. Establecer las condiciones instrumentales en la cromatografía líquida de alta eficiencia (CLAE) a una escala analítica para aislar los constituyentes individuales mayoritarios presentes en *Ipomoea batatas*.
- 2.2.2. Llevar a cabo la purificación en una escala preparativa de los ácidos glicosídicos mayoritarios utilizando métodos cromatográficos de alta eficiencia (CLAE).
- 2.2.3. Caracterizar las estructuras de los núcleos oligosacáridos de las resinas glicosídicas de *Ipomoea batatas* mediante técnicas espectroscópicas (RMN) y espectrométricas (EM-FAB).

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1. DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES FÍSICAS Y ESPECTROSCÓPICAS.

Los espectros de RMN de ^1H y ^{13}C se determinaron con un espectrómetro Varian VXL-500 (500 MHz) y Bruker AMX-500 (500 MHz). Se utilizó piridina deuterada como disolvente ($\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$) y los desplazamientos químicos están dados en ppm (δ) y las constantes de acoplamiento (J) se reportan en Hertz (Hz). Se utilizó TMS como referencia.

Las rotaciones ópticas se determinaron en un polarímetro Perkin-Elmer 241 utilizando metanol como disolvente.

Los espectros de masas se determinaron en un equipo JEOL SX-102 A, utilizando como método de ionización el bombardeo rápido de átomos (EM-FAB) en el modo negativo y la trietanolamina como matriz.

Los puntos de fusión se determinaron en un aparato Fisher-Johns y no están corregidos.

3.2. METODOS CROMATOGRÁFICOS

Los procedimientos cromatográficos involucrados para la realización del presente trabajo consistieron en la aplicación de la cromatografía en columna abierta para lograr el fraccionamiento primario del extracto hexánico. Se utilizó gel de sílice 60 Merck (70-230 malla) para empacar las columnas. El análisis de la homogeneidad de las fracciones obtenidas en el fraccionamiento primario se realizó mediante la cromatografía en capa fina,

utilizándose cromatoplasmas de gel de sílice 60 F₂₅₄ sobre aluminio. Las cromatoplasmas después de eluidas se humedecieron con un agente cromógeno (mezcla H₂SO₄-sulfato cérico) y se desarrolló el color por calentamiento sobre una parrilla a una temperatura de 80 °C.

Las separaciones que utilizaron la cromatografía líquida de alta eficiencia (CLAE) se realizaron empleando las siguientes columnas:

Columna analítica de fase inversa Symmetry C-18 (4.6 x 250mm, 5 µm).

Columna preparativa de fase inversa Symmetry C-18 (19 x 300mm, 7 µm).

La instrumentación estuvo constituida por una bomba (Waters 600 controller), un equipo Waters (Millipore Corp., Waters Chromatography División, Milford, MA, USA) y un refractómetro diferencial Waters 410 integrados a un equipo de cómputo (OptiPlex GX280, Dell). El control del equipo, la adquisición de datos, el proceso y el manejo de la información cromatográfica se hicieron a través del software Empower 1 (Water). Una válvula de reciclaje de muestra se adaptó al sistema cromatográfico.

3.3. MATERIAL VEGETAL

Para la obtención de las resinas glicosídicas se emplearon los tubérculos de *Ipomoea batatas* (L.) var. *batatas* que se recolectaron en el municipio de Salvatierra, estado de Guanajuato en 1999.

3.4. PREPARACIÓN DEL EXTRACTO DEL MATERIAL VEGETAL DE *Ipomoea batatas*

El material vegetal seco y pulverizado (2.6 kg) fue sometido a una maceración exhaustiva preliminar con hexano para obtener los constituyentes de baja polaridad. Al término de cada una de las extracciones, las soluciones se filtraron y se concentraron a sequedad a presión reducida. De esta manera, se obtuvo el extracto hexánico con un peso de 13.1 g.

3.5. FRACCIONAMIENTO PRIMARIO

El fraccionamiento de los 13.1 g del extracto hexánico se llevó a cabo mediante cromatografía en columna abierta, la cual se empacó con 150 g de gel de sílice. En primer lugar se inició la elución con hexano obteniéndose 9 eluatos de 150 mL cada uno. Posteriormente, se incrementó gradualmente la polaridad con los sistemas de elución constituidos por hexano-CHCl₃, CHCl₃-Me₂CO, y CHCl₃-Me₂CO-MeOH.

Se colectaron 95 eluatos de 200 mL cada uno (con excepción de los 9 primeros). Cada eluato se analizó mediante cromatografía en capa fina y se reunieron todos aquellos que resultaron similares. De esta forma, se generaron 12 fracciones diferentes, conteniendo 7 de éstas, las mezclas de glicolípidos nombradas como fracciones α , $\alpha\beta$, β , γ , δ , $\delta\epsilon$ y ϵ , respectivamente. En el cuadro 4 se resume el fraccionamiento realizado mediante cromatografía en columna abierta del extracto hexánico, así como también se ilustra la resolución lograda mediante esta técnica para la separación del extracto hexánico en

sus diferentes fracciones mediante un análisis en cromatografía en capa fina (Figura 16). Después de obtenidas estas fracciones fueron decoloradas utilizando carbón activado.

Cuadro 4. Fraccionamiento realizado mediante cromatografía en columna abierta del extracto hexánico.

Eluato	Solvente	Proporción	Reunión	Fracción	Peso (g)
1-3	<i>n</i> -hexano	100%	1-2	I	
3-9	<i>n</i> -hexano	100%	3-9	II	
10-14	<i>n</i> -hexano-CHCl ₃	9:1			
15-19	<i>n</i> -hexano- CHCl ₃	7:3			
20-34	<i>n</i> -hexano- CHCl ₃	1:1			
35-44	CHCl ₃	100%	10-44	III	
45-49	CHCl ₃ -Me ₂ CO	9:1			
50-54	CHCl ₃ -Me ₂ CO	7:3	45-54	IV	
55-58	CHCl ₃ -Me ₂ CO	7:3	55-58	V	
59-64	CHCl ₃ -Me ₂ CO	7:3	59-64	α	1.21
65-68	CHCl ₃ -Me ₂ CO	7:3:0.5	65-68	αβ	1.18
69-74	CHCl ₃ -Me ₂ CO-MeOH	7:3:0.5	69-74	β	1.46
75-81	CHCl ₃ -Me ₂ CO-MeOH	7:3:1	75-81	γ	1.12
82-84	CHCl ₃ -Me ₂ CO-MeOH	7:3:1	82-84	δ	0.180
85-87	CHCl ₃ -Me ₂ CO-MeOH	7:3:2	85-87	δε	0.590
88-94	CHCl ₃ -Me ₂ CO-MeOH	7:3:2	88-94	ε	1.18
95	CHCl ₃ -MeOH	1:1			

3.6. AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN DE GLICOLÍPIDOS DE LA FRACCIÓN PRIMARIA δε.

3.6.1. Separación de los ácidos glicosídicos

Se realizaron pruebas a nivel analítico de la mezcla de ácidos glicosídicos utilizando una columna fase reversa Symmetry C-18, ya que esta columna se ha descrito como adecuada para la separación y la purificación de

oligosacáridos lipofílicos a partir de las resinas glicosídicas (Escalante-Sánchez y Pereda-Miranda, 2007; Chérigo y Pereda-Miranda, 2006; Escobedo-Martínez y Pereda-Miranda, 2007). Se encontró una resolución total de los constituyentes presentes en la muestra al utilizar el sistema de elución binario constituido con CH₃CN:MeOH (9:1).

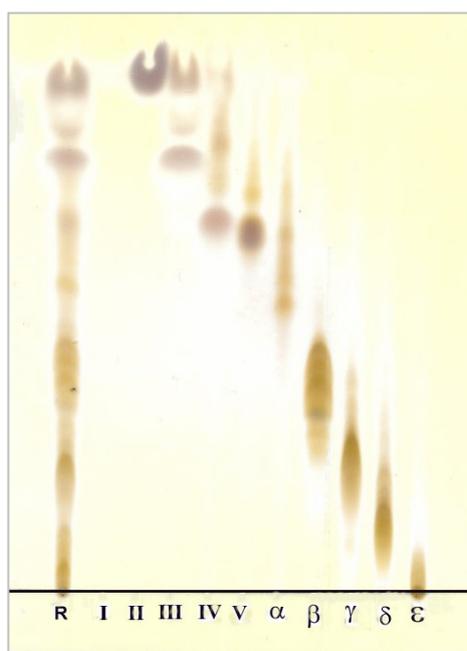


Figura 16. Cromatograma en capa fina de las fracciones primarias del extracto hexánico (sistema de elución CHCl₃-MeOH 86:14)

Una vez encontrada las condiciones a nivel analítico para la resolución de la muestra problema ($\delta\epsilon$), se procedió a extrapolar estas condiciones a un nivel preparativo para lograr el aislamiento y la purificación de los constituyentes individuales presentes en la muestra. Las condiciones instrumentales a nivel preparativo fueron las siguientes: columna de fase reversa Symmetry C-18; fase móvil CH₃CN:MeOH (9:1); flujo de 9 mL/min; detector, índice de refracción (sensibilidad 256 RIU); concentración de la muestra 50 mg/500 μ L; volumen de inyección, 500 μ L. Por

medio de CLAE a nivel preparativo aplicando las técnicas de sobrecarga de columna y corte del núcleo para garantizar la máxima pureza (>99%) de los constituyentes individuales de las resinas glicosídicas en estudio.

La muestra problema $\delta\epsilon$ (590 mg), Figura 17, se resolvió en 7 diferentes constituyentes ($\delta\epsilon$ A-D), cuyos tiempos de retención fueron los siguientes:

Cuadro 5. Tiempos de retención de los 7 diferentes constituyentes ($\delta\epsilon$ A-D), de la muestra problema $\delta\epsilon$.

Subfracción	Tiempo de retención (tR, min)	Peso muestra (mg)
A	6.28	13.20
B	7.58	30.51
C	12.80	27.00
D	14.00-17.50	17.20
E	17.70-25.00	34.90
F	29.21	58.70

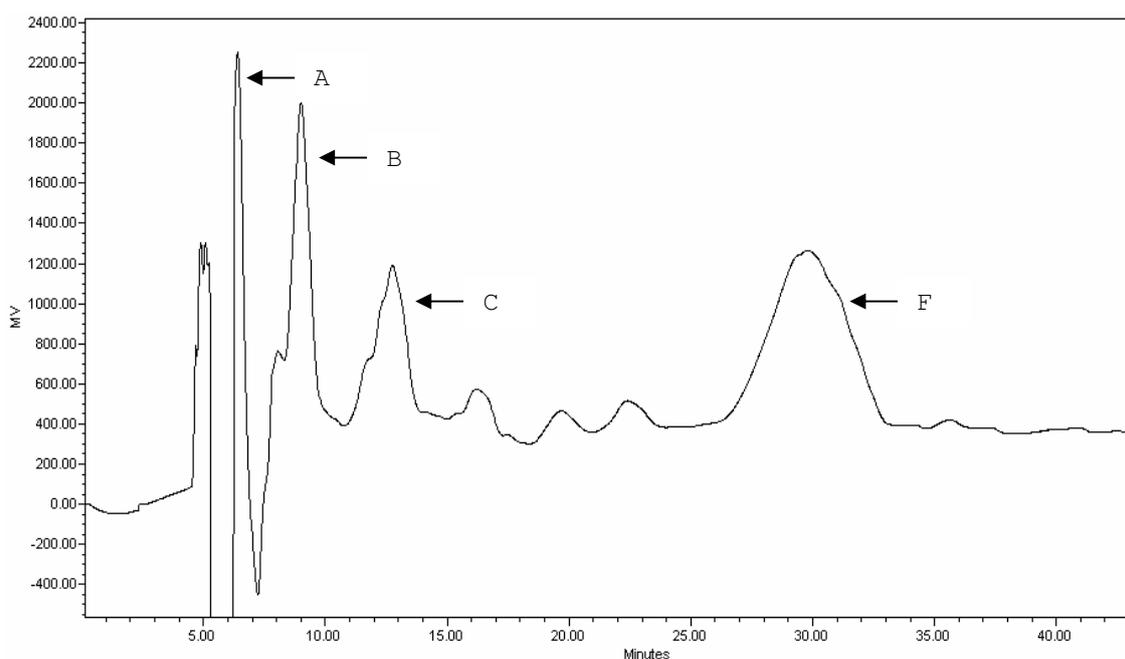


Figura 17. Cromatograma preparativo de la muestra problema $\delta\epsilon$.

3.6.2. Aislamiento y purificación de glicolípidos.

La subfracciones B y C se reinyectaron en una columna preparativa de fase reversa C-18, utilizando un sistema binario constituido con CH₃CN:H₂O (95:5). Se utilizó la técnica de reciclaje de la muestra (Escalante-Sánchez y Pereda-Miranda, 2007; Chérigo y Pereda-Miranda, 2006; Escobedo-Martínez y Pereda-Miranda, 2007), utilizándose de 8 a 10 ciclos para obtener la máxima separación de los constituyentes de esta subfracción. Se obtuvieron 2.5 mg de la **Pescapreína I (1)** de la subfracción B y 3 mg de la **Murucoïdina I (2)** de la subfracción C. Se realizó el análisis espectroscópico y espectrométrico de estos compuestos y se determinaron sus constantes físicas (punto de fusión y dispersión óptica rotatoria). La subfracción F se reinyectó en una columna preparativa de fase reversa C-18, utilizando un sistema binario constituido con CH₃CN:MeOH (3:2). Se utilizó la técnica de reciclaje de la muestra (Escalante-Sánchez y Pereda-Miranda, 2007; Chérigo y Pereda-Miranda, 2006; Escobedo-Martínez y Pereda-Miranda, 2007), completándose de 8 a 10 ciclos para obtener la máxima separación de los constituyentes de esta subfracción. Se obtuvieron 6.1 mg de la **Pescapreína VII (3)** y 12.1 mg del **Batatinósido V (4)**. Se realizó el análisis espectroscópico y espectrométrico de estos compuestos y se determinaron sus constantes físicas (punto de fusión y dispersión óptica rotatoria).

Pescapreína I (1): polvo blanco amorfo; pf 131-133°C; $[\alpha]_D$ -65 (c 0.06 MeOH); RMN ¹H y ¹³C, ver Cuadros 6 y 7; EM-FAB negativo *m/z* 1165 [M - H]⁻, 983 [M - H - C₁₂H₂₂O]⁻, 837 [983 - C₆H₁₀O₄]⁻, 545, 417, 271.

Murucoïdina I (2): polvo blanco amorfo; pf 154-156 °C; $[\alpha]_D$ -46 (c 0.12 MeOH); RMN ^1H y ^{13}C , ver Cuadros 6 y 7; EM-FAB negativo m/z 1067 $[\text{M} - \text{H}]^-$, 983 $[\text{M} - \text{H} - \text{C}_5\text{H}_8\text{O}]^-$, 921 $[\text{M} - \text{H} - \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4]^-$, 837 $[921 - \text{C}_5\text{H}_8\text{O}]^-$, 545, 417, 271.

Pescapreína VII (3): polvo blanco amorfo; pf 135 °C; $[\alpha]_D$ -72 (c 0.1 MeOH); RMN ^1H y ^{13}C , ver Cuadros 6 y 7; EM-FAB negativo m/z 1137 $[\text{M} - \text{H}]^-$, 983 $[\text{M} - \text{H} - \text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}]^-$, 837 $[983 - \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4]^-$, 545, 417, 271.

Batatinósido V (4): polvo banco amorfo; pf 136-138 °C; $[\alpha]_D$ -14 (c 0.1 MeOH); RMN ^1H y ^{13}C , Cuadros 6 y 7; EM-FAB negativo m/z 1137 $[\text{M} - \text{H}]^-$, 983 $[\text{M} - \text{H} - \text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}]^-$, 837 $[983 - \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4]^-$, 545, 417, 271.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El procedimiento de extracción realizado a los tubérculos de *Ipomoea batatas* permitió obtener 13.1 g de extracto hexánico. El total del extracto se sometió a un fraccionamiento primario en columna abierta para lograr la separación preliminar iniciando el sistema de elución con hexano; posteriormente se incrementó gradualmente la polaridad con los sistemas de elución constituidos por *n*-hexano-CHCl₃, CHCl₃-Me₂CO, y CHCl₃-Me₂CO-MeOH lo que permitió la obtención de doce fracciones diferentes, conteniendo siete de éstas, las mezclas de glicolípidos nombradas como fracciones α , $\alpha\beta$, β , γ , δ , $\delta\epsilon$ y ϵ , respectivamente.

4.1. AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN DE LOS GLICOLÍPIDOS

El fraccionamiento de $\delta\epsilon$ en una columna C18 a nivel preparativo mediante el corte de núcleo se efectuó para reunir cantidades suficientes de las subfracciones **A-F** (Figura 16). Esta operación permitió la obtención de mezclas de menor complejidad que pudieran ser resueltas con mayor facilidad posteriormente. De éstas se inyectaron las subfracciones **B**, **C** y **F** de manera independiente para utilizar la técnica de reciclaje de muestra y, así, poder separar sus constituyentes.

4.2. SEPARACIÓN DE LOS GLICOLÍPIDOS 1-4.

Para incrementar el tiempo de retención y mejorar la resolución de la subfracción B y C, se hicieron pruebas preliminares en una columna analítica de fase inversa

Symmetry C-18 empleando un sistema de detección de índice de refracción y un flujo de 0.5 mL/min. El sistema cromatográfico adecuado consistió en una columna analítica Symmetry C-18 (4.6 × 250 mm, 5 μm); flujo: 0.5 mL/min; fase móvil CH₃CN:H₂O (95:5). Se realizó el escalamiento de estas condiciones instrumentales analíticas a un nivel preparativo. La figura 18 ilustra el cromatograma obtenido para la subfracción B, la cual se encuentra constituida por dos compuestos mayoritarios, B1 ($t_R = 9.29$ min, 2.5 mg) y B2 ($t_R = 11.10$ min, 1.1 mg). Sólo el pico B2 se cortó y, posteriormente, fue reciclado mediante la técnica de sobrecarga de columna y corte del núcleo. Este análisis de la subfracción B proporcionó el compuesto **1**.

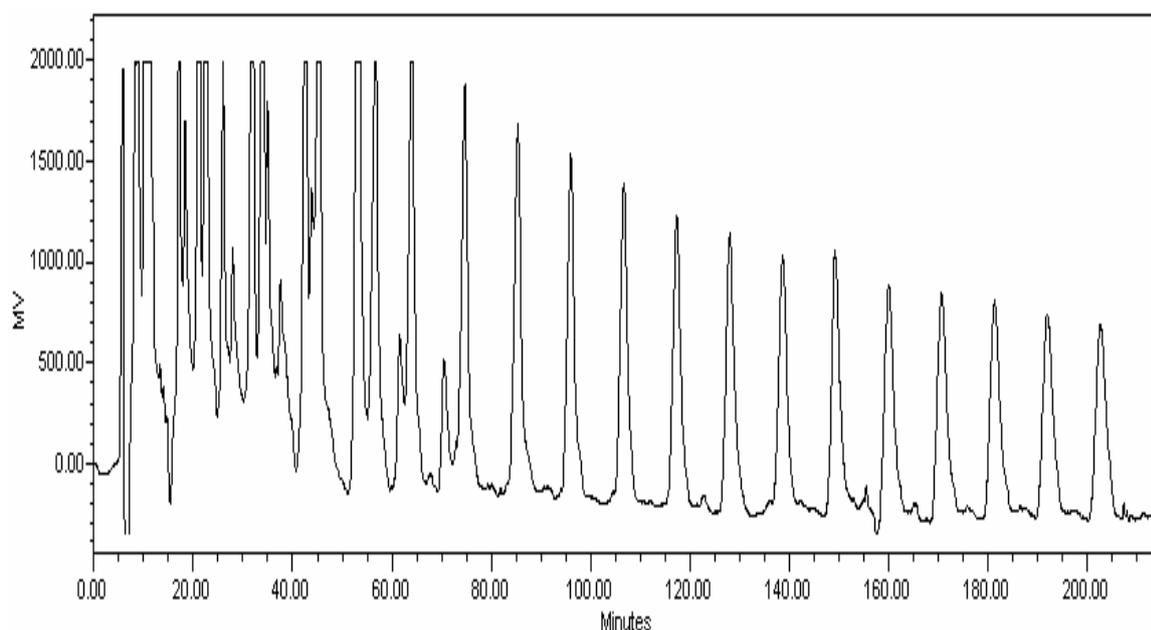


Figura 18. Cromatograma obtenido a nivel preparativo de la subfracción B.

La figura 19 ilustra el cromatograma obtenido a nivel preparativo para la subfracción C, la cual se encuentra constituida por dos compuestos mayoritarios, C1 ($t_R = 116.71$ min, 3 mg) y C2 ($t_R = 120.68$ min, 1.8 mg). Sólo el

pico C1 se cortó y, posteriormente, fue reciclado mediante las mismas técnicas descritas anteriormente. Este análisis de la subfracción C proporcionó el compuesto **2**.

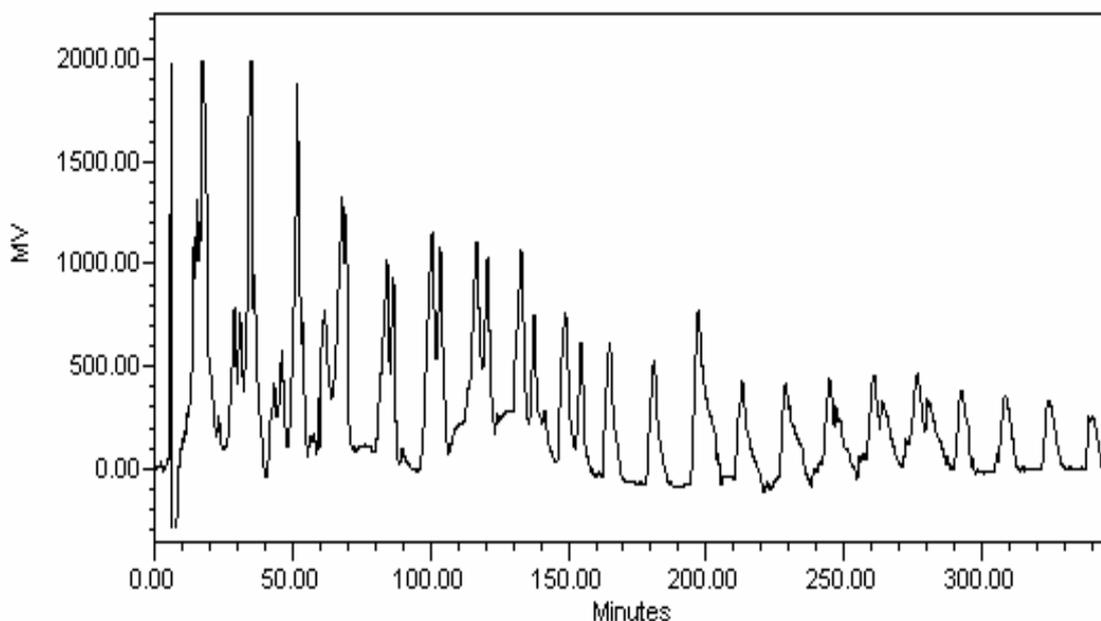


Figura 19. Cromatograma obtenido a nivel preparativo para la subfracción C.

Para acortar el tiempo de retención y mejorar la resolución de la subfracción F, se hicieron pruebas preliminares en una columna analítica de fase inversa C-18 con sistema de detección de índice de refracción y un flujo de 0.5 mL/min. El sistema cromatográfico adecuado consistió en una columna analítica Symmetry C-18 (4.6 × 250mm, 5 μ m); flujo: 0.5 mL/min; fase móvil CH₃CN:MeOH (3:2). Se realizó el escalamiento de estas condiciones instrumentales analíticas a un nivel preparativo. La figura 20 ilustra el cromatograma obtenido a nivel preparativo para la subfracción F, la cual se encuentra constituida por dos compuestos mayoritarios, F1 (t_R = 8.53 min, 6.1 mg) y F2 (t_R = 17.98 min, 12.1 mg). Cada uno de estos picos se cortó y, posteriormente, fueron reciclados mediante la técnica de

sobrecarga de columna y corte del núcleo. Este análisis de la subfracción F proporcionó los compuestos 3 (F1) y 4 (F2).

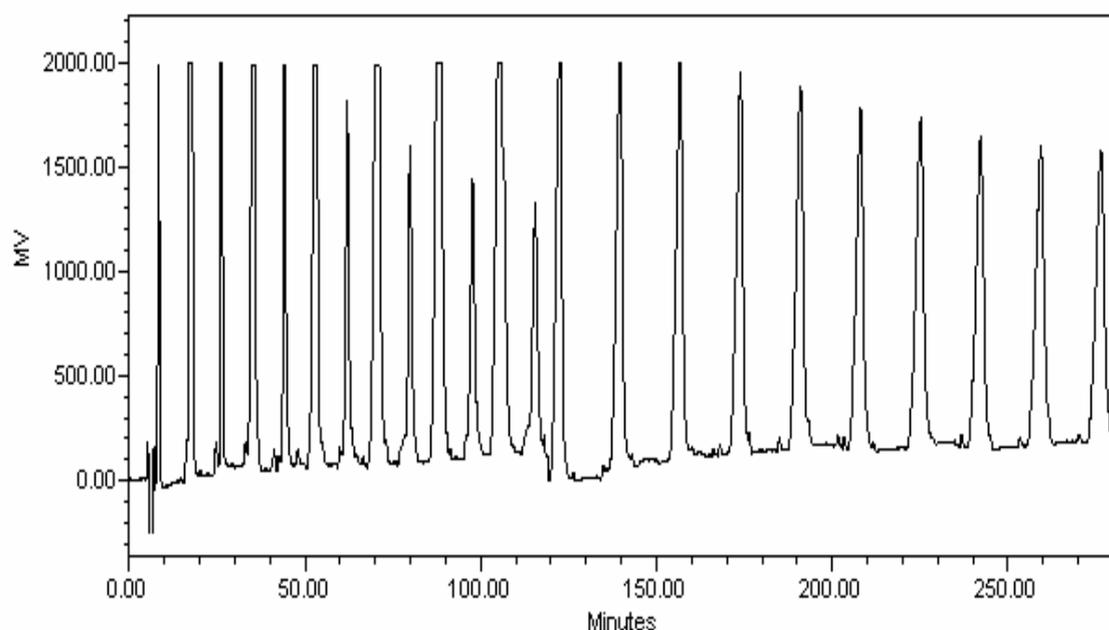


Figura 20. Cromatograma obtenido a nivel preparativo para la subfracción F.

4.2.1. Elucidación estructural de los glicolípidos **1-4**.

Debido a que los cuatro compuestos aislados contienen al ácido simónico B como su núcleo constitutivo, la elucidación estructural de cada uno de estos constituyentes individuales (obtenidos a partir de las mezclas de glicolípidos de la fracción hexánica **δe**), se realizó mediante la comparación de sus respectivas constantes espectroscópicas. Sin embargo, sus principales diferencias se encuentran en los ácidos que esterifican a los azúcares de la cadena oligosacárida, y su diferenciación se logró a través del análisis individual de cada uno de ellos mediante la espectrometría de masas (FAB-negativo) ya que presentan diferencias en sus pesos moleculares debido a la

diversidad en los ácidos que se encuentran esterificando a los azúcares de la cadena oligosacárida.

La elucidación estructural de los glicolípidos se realizó mediante técnicas espectroscópicas unidimensionales (RMN ^1H y ^{13}C) y bidimensionales (RMN HSQC, COSY, TOCSY y HMBC), cuadro 6, logrando identificar como núcleo oligosacárido de los compuestos **1** al **4** al ácido simónico B (Figura 9, sección 2.4.1 de los antecedentes). El procedimiento de asignación de las resonancias de los compuestos **1-4** se realizó iniciando con la localización de las señales mejor resueltas y diagnósticas como las cinco señales anoméricas, una de la fucosa y una por cada una de las ramosas que se nombran como Ram, Ram', Ram'' y Ram''' (Figura 21).

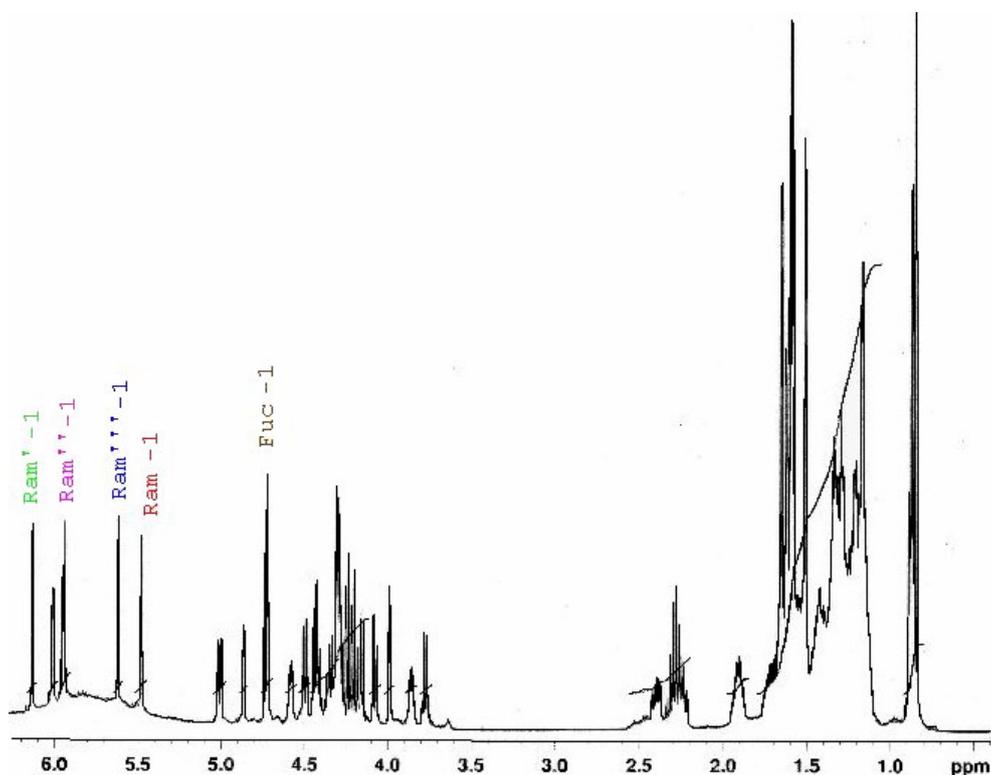


Figura 21. Señales anoméricas del batatinósido V.

Como siguiente paso, se establecieron los cuadros de conectividad para estas señales en el experimento COSY y TOCSY simultáneamente con el objetivo de asignar las señales correspondientes a cada unidad sacárida del núcleo. Con los cuadros de conectividad en el experimento COSY se obtiene la secuencia de conectividades ${}^3J_{H-H}$ para cada señal (Figura 22). En la figura 23 se muestra la porción oligosacárida del espectro TOCSY.

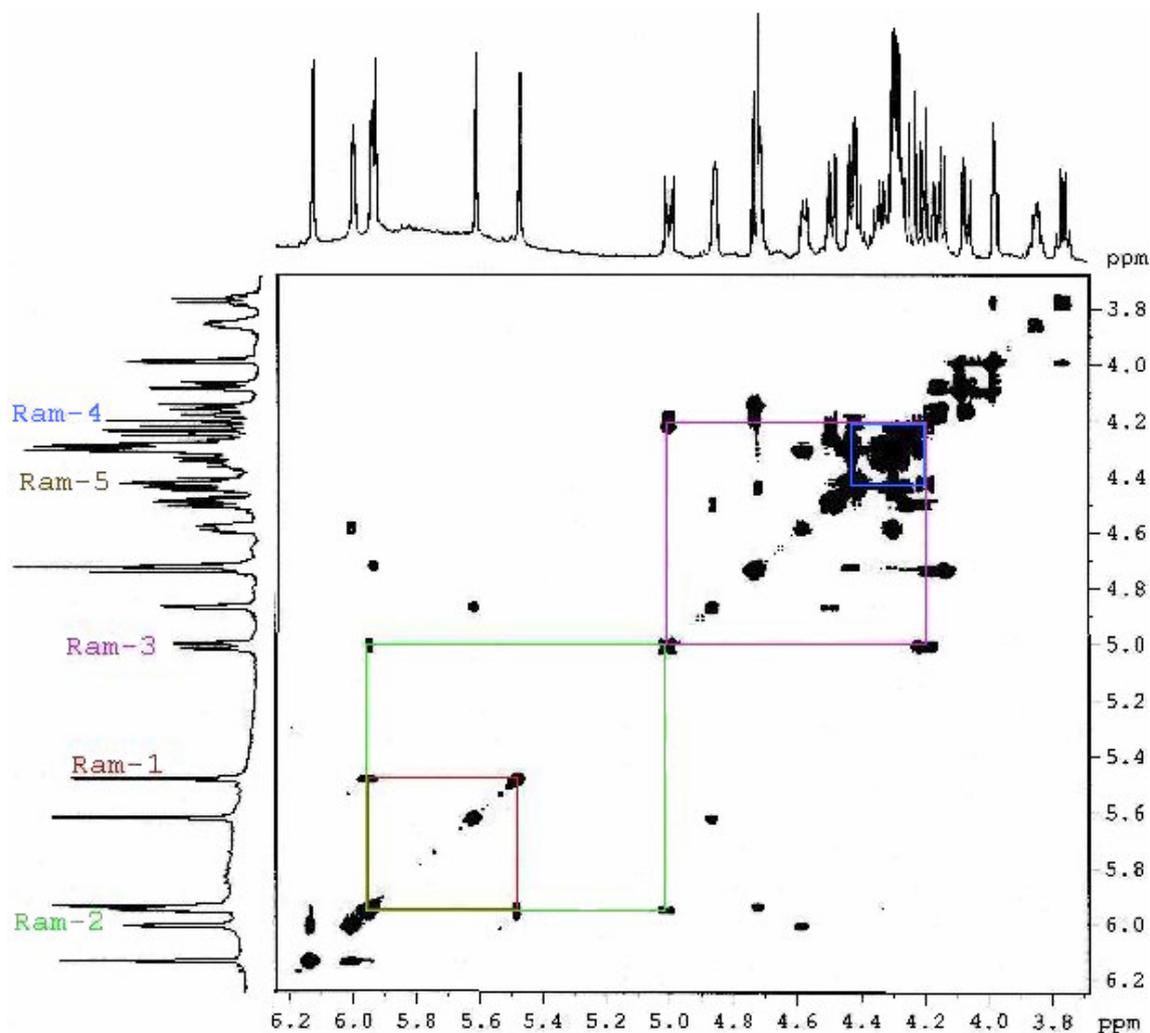


Figura 22. Cuadros de conectividad en el experimento COSY (conectividades ${}^3J_{H-H}$).

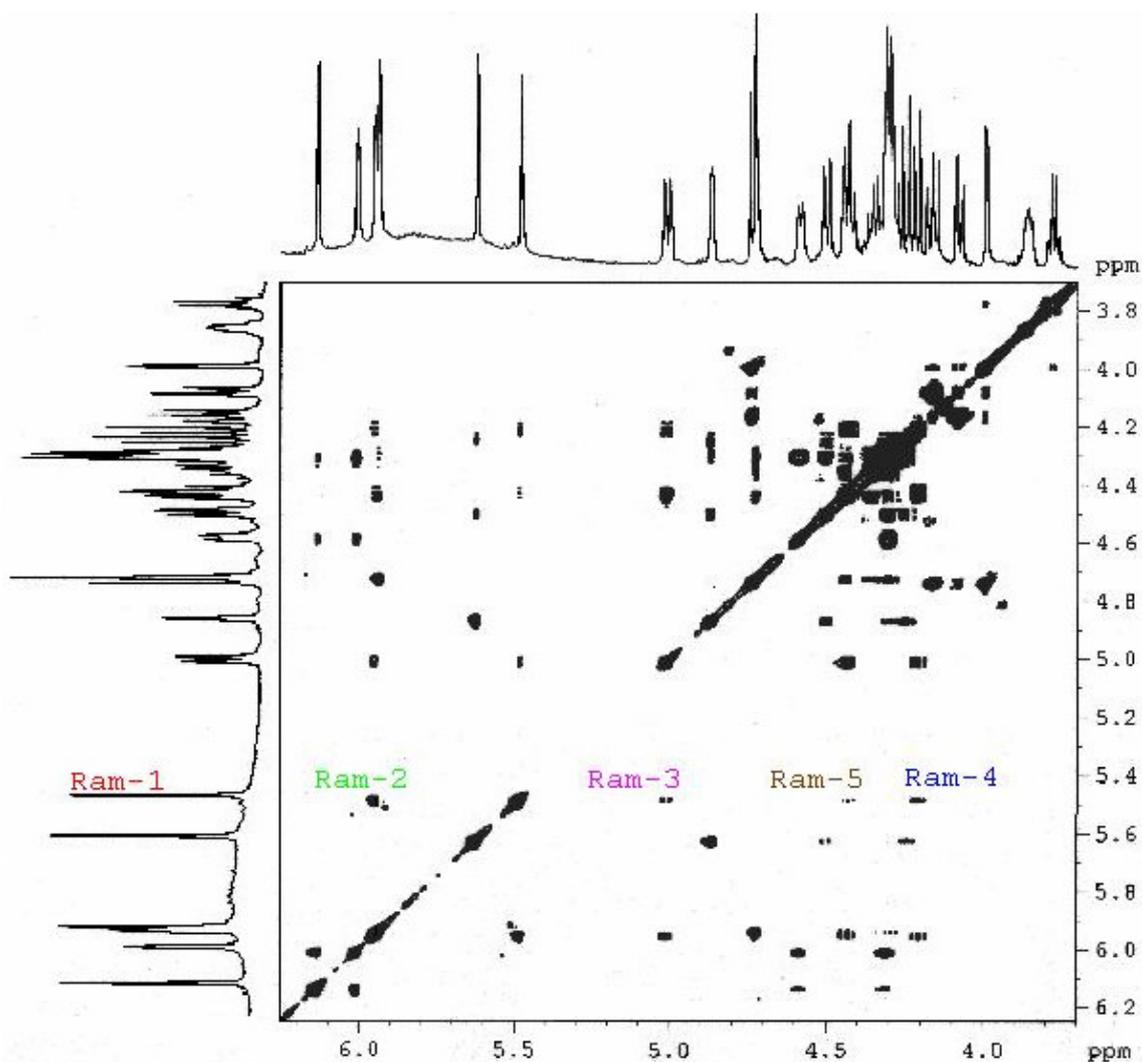


Figura 23. Porción oligosacárida de la ramnosa (señales de los protones H-1 al H-5) del batatinósido V en el espectro TOCSY.

Después de identificar y diferenciar las señales aportadas por los protones de cada unidad sacárida en la RMN ^1H , se procedió a la asignación de las señales de RMN ^{13}C mediante la técnica HSQC (Figura 24) cuadro 7. La identificación de las correlaciones a tres enlaces ($^3J_{\text{C-H}}$) entre $\text{H}_1\text{-C}_5$ (Figura 25) y a dos enlaces ($^2J_{\text{C-H}}$) entre $\text{H}_6\text{-C}_5$ (Figura 26) en el experimento HMBC permitió sustentar estas asignaciones en las diferentes unidades sacáridas que componen al oligosacárido.



Figura 24. Asignación de las señales de RMN ^{13}C mediante la técnica HSQC.

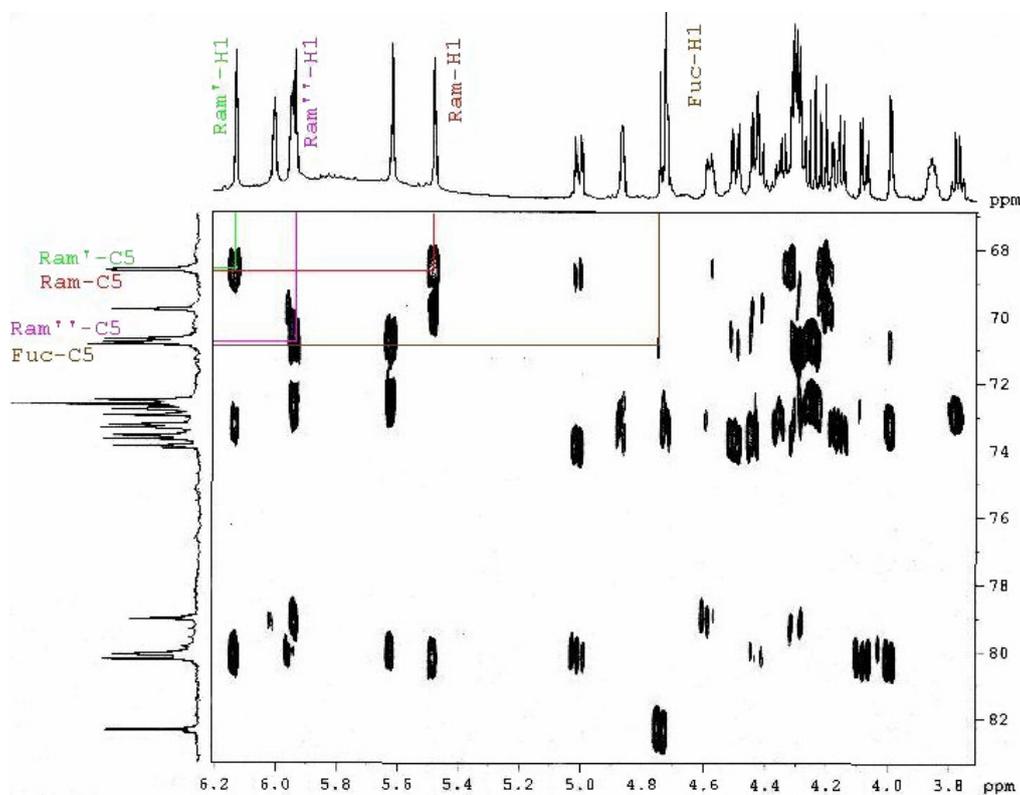


Figura 25. Identificación de las correlaciones a tres enlaces ($^3J_{C-H}$) entre $\text{H}_1\text{-C}_5$ en el espectro HMBC

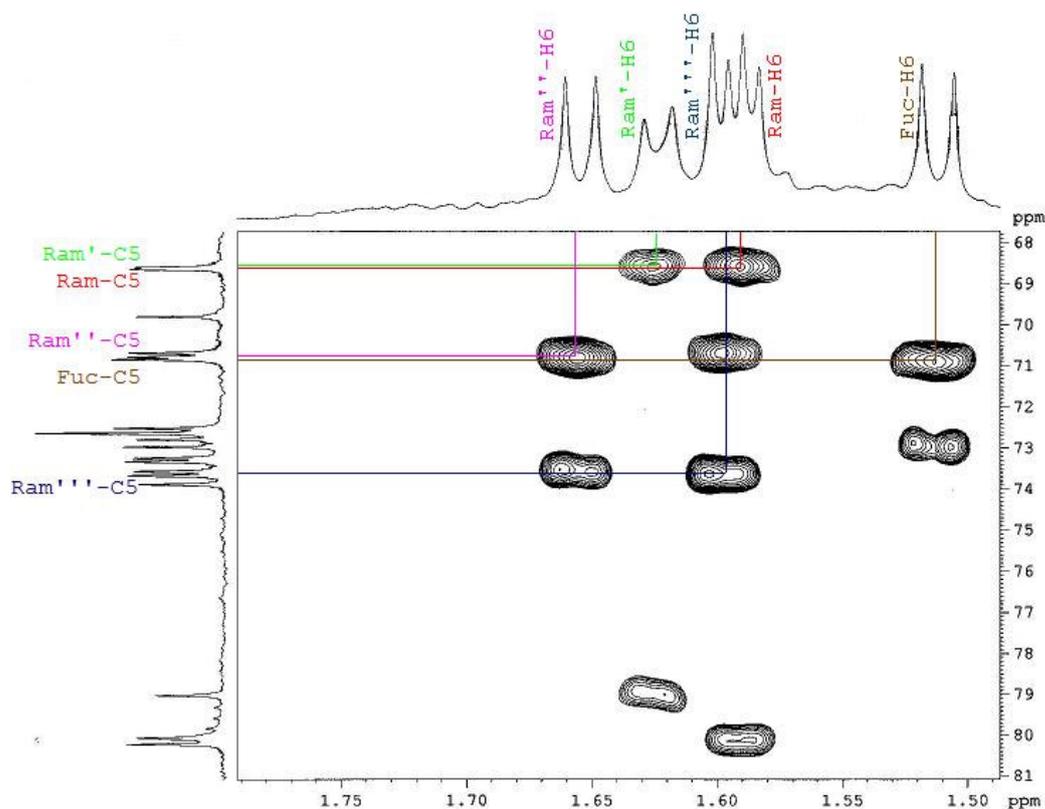


Figura 26. Identificación de las correlaciones a dos enlaces (${}^2J_{C-H}$) entre H_6-C_5 en el espectro HMBC

4.2.2. Determinación de la secuencia de glicosidación y posiciones de esterificación

La determinación de los sitios de esterificación se logró por la observación de las correlaciones C-H mediante los experimentos HMBC y HMQC (Pereda-Miranda y Bah, 2003). Para establecer la secuencia de glicosidación se utilizaron las correlaciones ${}^3J_{C-H}$ en los espectros HMBC. Las correlaciones más importantes presentes en los espectros HMBC son:

- La señal del carbono C-2 de la unidad fucosa con el H-11 de la aglicona.
- La señal del carbono C-1 de la unidad de ramnosa interna superior (Ram) con el H-2 de la fucosa

(Fuc).

- La señal del carbono C-1 de la unidad de ramnosa interna inferior (Ram') con el H-4 de la ramnosa interna superior (Ram).
- La señal del carbono C-1 de la unidad de ramnosa externa superior (Ram'') con el H-4 de la ramnosa interna inferior (Ram').
- La señal del carbono C-1 de la unidad de ramnosa externa inferior (Ram''') con el H-3 de a ramnosa interna inferior (Ram').

El núcleo oligosacárido de los compuestos **1** y **3** está lactonizado por la aglicona en la posición C-3 de la ramnosa interna superior (Ram) (Figura 27), mientras que el núcleo oligosacárido de los compuestos **2** y **4** está lactonizado C-2 de la ramnosa interna superior (Ram) (Figura 28).

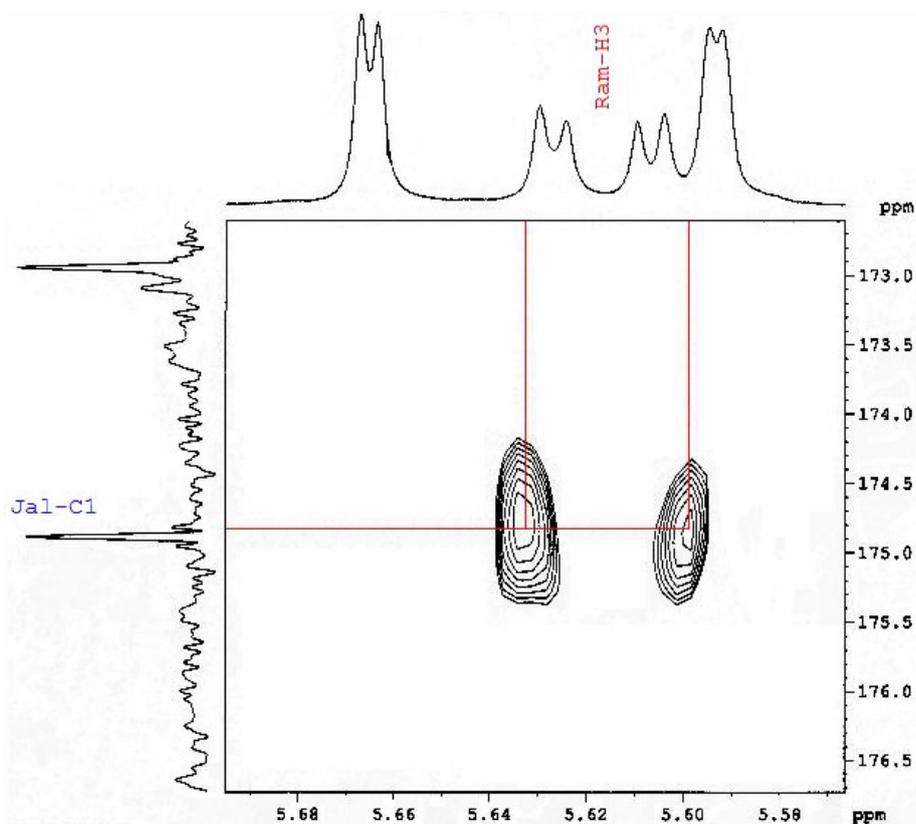


Figura 27. El núcleo oligosacárido del compuesto **3** lactonizado por la aglicona en la posición 3 de la ramnosa interna superior (Ram).

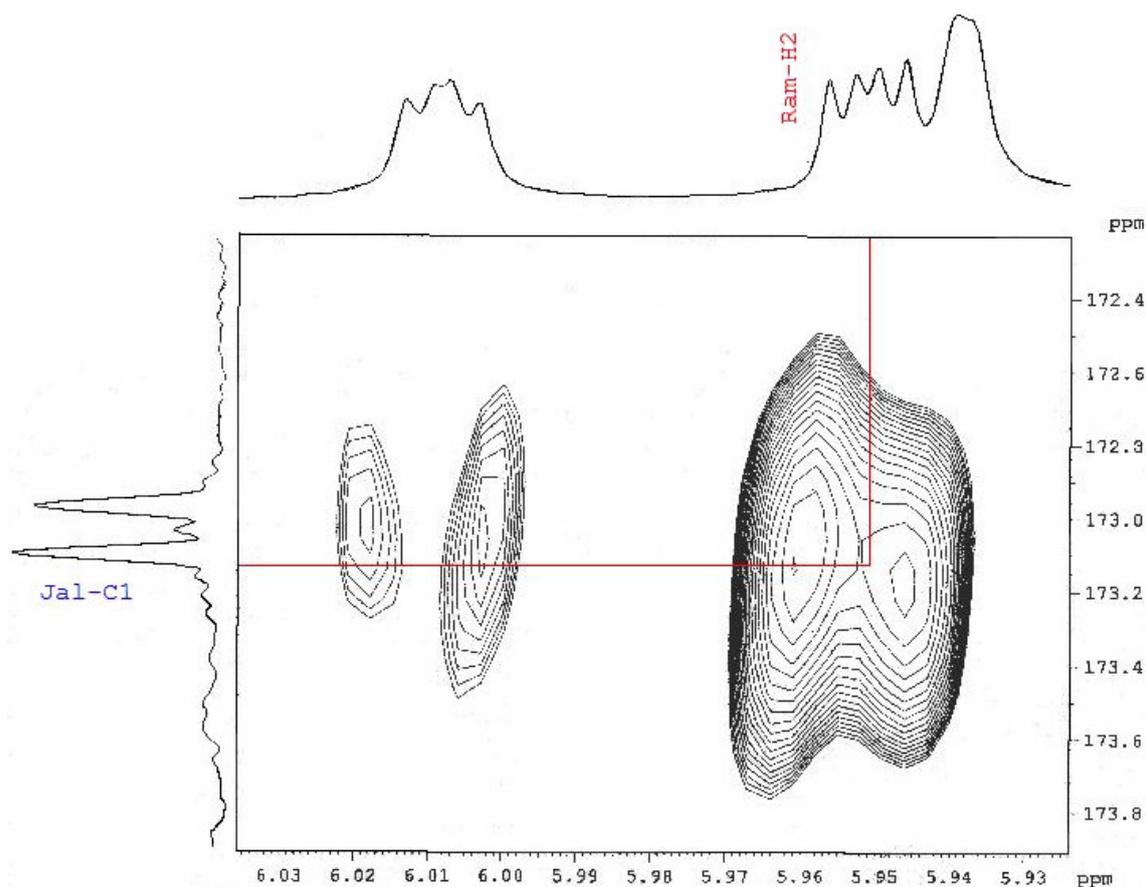


Figura 28. El núcleo oligosacárido del compuesto **4** lactonizado por la aglicona en la posición C-2 de la ramnosa interna superior (Ram).

Para localizar las posiciones de esterificación y lactonización en los oligosacáridos es de suma importancia realizar una asignación correcta para los núcleos de carbono correspondientes a los grupos carbonilo de los ácidos que se encuentran esterificando el núcleo oligosacárido, así como del grupo carbonilo aportado por la aglicona que forma la macrolactona característica de estos compuestos. Para esta asignación, se realizó un análisis de las interacciones que se presentan entre el núcleo del carbono de los grupos carbonilo y los protones H-2 de los correspondientes ácidos y de la aglicona.

Los sitios de esterificación se dedujeron a partir de las correlaciones a tres enlaces ($^3J_{C-H}$) entre los carbonos

C-1, i.e., el carboxilo, de cada uno de los ésteres con las señales protónicas geminales a estos grupos en el núcleo oligosacárido. A continuación se presentan algunas características de la acilación deducidas por el análisis espectroscópico de RMN para la estructura de los compuestos **1-4**:

- La posición C-2 de la ramnosa interna inferior (Ram') del compuesto **1** se encuentra sustituida por un residuo del ácido *n*-dodecanoílo.
- La posición C-2 de la ramnosa interna inferior (Ram') del compuesto **2** se localizó un residuo de ácido 2-metilbutanoico.
- La posición C-2 de la ramnosa interna inferior (Ram') de los compuestos **3** y **4** se esterifican por residuos del ácido *n*-decanoílo.

Cuadro 6. Desplazamientos químicos en RMN ¹H de los compuestos **1** al **4**^a.

Proton ^b	1	2	3	4
Fuc -1	4.79 d (7.8)	4.74 d (7.5)	4.81 d (8.0)	4.74 d (8.0)
2	4.49-4.52*	4.16 dd(9, 7.5)	4.52 dd (9.5, 8.0)	4.16 dd (9.0, 7.5)
3	4.18 dd (9.5,3.1)	4.08 dd (9.5, 3.5)	4.19 dd (9.5, 3.5)	4.08 dd (9.0, 3.5)
4	3.90 bs	4.00 d (3.5)	3.92 d (3.0)	3.99 d (3.5)
5	3.80 q (6.4)	3.78 dq (6.5)	3.82 q (6.5)	3.77 q (6.5)
6	1.50 d (6.4)	1.52 d (6.0)	1.52 d (6.5)	1.51 d (6.0)
Ram -1	6.33 bs	5.48 d (1.5)	6.3 d (1.5)	5.48 d (1.5)
2	5.30 bs	5.95 dd (3.0, 1.5)	5.31 bs	5.95 dd (3.0, 1.5)
3	5.60 dd (9.7,2.5)	5.01 dd (9.5, 3.0)	5.61 dd (3.0, 2.5)	5.01 dd (9.9, 2.7)
4	4.64 dd (9.7,9.7)	4.22 dd (9.5, 9.5)	4.64 dd (10.0, 3.0)	4.20 dd (9.9, 9.9)
5	4.98 dq (9.3,6.2)	4.44 dq (9.5, 6.5)	5.00 dq (9.8, 6.4)	4.43 dq (9.9, 6.1)
6	1.57 d (6.2)	1.58 d (6.5)	1.55 d (6.4)	1.59 d (6.0)
Ram' -1	5.65 d (1.0)	6.11 d (1.5)	5.60 d (1.5)	6.14 d (2.0)
2	5.81 dd (3.7,1.0)	5.97 dd (3.0, 1.5)	5.82 dd (3.0, 2.0)	6.01 dd (3.0, 2.0)
3	4.49-4.52*	4.60 dd (9.0, 3.0)	4.53 dd (9.0, 3.0)	4.58 dd (8.5, 3.0)
4	4.31 dd (8.5,8.5)	4.27 dd (9.0, 9.0)	4.38-4.32*	4.30 dd (9.0, 9.0)
5	4.29 dq (8.5,5.9)	4.31 dq (9.0, 6.0)	4.30 dq (9.0, 6.5)	4.31 dq (9.0, 6.0)
6	1.63 d (5.9)	1.63 d (6.0)	1.58 d (6.0)	1.62 d (5.5)
Ram'' -1	5.92 bs	5.92 d (1.0)	5.90 bs	5.94 bs
2	4.64*	4.75 dd (4.0, 1.0)	4.65 dd (3.0, 1.5)	4.72 dd (3.5, 1.5)
3	4.36 dd (9.5,3.1)	4.46 dd (9.0, 4.0)	4.36 dd (9.0, 3.0)	4.43 dd (9.0, 3.5)
4	4.25 dd (9.5,9.5)	4.30 dd (9.0, 9.0)	4.26 dd (9.5, 9.0)	4.30 dd (9.0, 9.0)
5	4.27-4.33*	4.37 dq (9.0, 6.0)	4.33-4.34*	4.36 dq (9.0, 6.0)
6	1.54 d (6.1)	1.66 d (6.0)	1.64 d (6.1)	1.66 d (6.0)
Ram''' -1	5.58 bs	5.66 d (1.5)	5.50 d (1.5)	5.62 d (1.0)
2	4.82 dd (2.9,1.3)	4.89 dd (2.5, 1.5)	4.83 bs	4.87 bs
3	4.49-4.52*	4.42 dd (9.0, 2.5)	4.53 dd (9.0, 3.0)	4.49 dd (9.5, 3.0)
4	4.27-4.33*	4.26 dd (9.0, 9.0)	4.23 dd (9.5, 9.0)	4.29 dd (9.0, 9.0)
5	4.27-4.33*	4.31 dq (9.0, 6.0)	4.35-4.29*	4.26 dq (9.5, 7.0)
6	1.71 d (6.0)	1.56 d (6.0)	1.71 d (6.1)	1.59 d (6.0)
Jal-2	2.25 ddd (15.3, 6.1, 2.0)	2.22 ddd (4.0, 8.0, 13.5)	2.25 ddd (15.5, 6.5, 3-0)	2.23 ddd (13.0, 6.0, 2.0)
	2.91 t (12.1)	2.38 ddd (4.0, 8.5, 13.5)	2.92 t (12.5)	2.40 ddd (13.0, 8.5, 3.5)
11	3.84 m	3.86 m	3.82 m	3.86 m
16	0.85 t (7.5)	0.88 t (7.0)	0.86 t (7.0)	0.85 t (7.0)
Mba-2		2.35 tq (7.0, 7.0)		
2-Me		1.06 d (7.0)		
3-Me		0.84 t (7.5)		
Deca-2			2.34 t (7.0)	2.33 t (8.0)
10			0.93 t (7.0)	0.88 t (6.5)
Dodeca-2	2.33 t (7.4)			
12	0.92 t (7.1)			

^aDatos registrados a 500 MHz en C₅D₅N. *Señales sobrepuestas. Entre paréntesis las constantes de acoplamiento en Hz. s = singulete, d = doblete, t = triplete, m = multiplete, dq = doblete de cuartetos, sept = septuplete. ^bAbreviaciones: Fuc = fucosa; Ram = ramnosa; Jal = ácido 11-hidroxihexadecanoico; mba = ácido 2-metilbutanoico; deca = ácido decanoico; dodeca = ácido dodecanoico.

Cuadro 7. Desplazamientos químicos en RMN ^{13}C de los compuestos **1** al **4**^a.

Carbon^b	1	2	3	4
Fuc 1	101.6	104.3	101.6	104.3
2	73.4	80.2	73.4	80.2
3	76.6	73.3	76.6	73.3
4	73.6	72.9	73.6	72.9
5	71.2	70.8	71.3	70.8
6	17.2	17.4	17.2	17.4
Ram 1	100.5	98.8	100.3	98.8
2	69.8	73.9	69.8	73.9
3	77.9	69.9	77.9	69.8
4	77.5	79.9	77.5	80.1
5	67.9	68.6	67.9	68.6
6	18.6	19.4	19.2	19.5
Ram' 1	99.4	99.2	99.1	99.2
2	73.0	73.1	73.0	73.2
3	80.4	79.6	80.4	80.1
4	78.5	79.9	78.6	79.0
5	68.5	68.5	68.5	68.6
6	18.3	18.7	18.7	18.7
Ram'' 1	103.2	103.9	103.7	103.6
2	72.6	72.8	72.6	72.6
3	72.5	72.7	70.7	72.8
4	73.8	73.9	73.8	73.6
5	70.7	70.8	70.7	70.8
6	19.1	18.3	18.4	18.4
Ram''' 1	104.4	104.9	104.4	104.7
2	72.6	72.5	72.7	72.5
3	72.5	72.6	72.6	72.6
4	73.6	73.5	73.8	70.7
5	70.7	68.7	70.7	73.7
6	18.8	18.5	18.8	18.6
Jal 1	174.9	173.1	174.9	173.1
2	33.7	34.2	33.7	34.3
11	79.4	82.3	71.3	82.3
16	14.3	14.3	14.3	14.3
Mba-1		175.5		
2		41.5		
2-Me		16.8		
3-Me		11.8		
Deca 1			172.9	172.5
2			34.4	34.5
10			14.4	14.3
Dodeca 1	172.9			
2	34.4			
10	14.4			

^aDatos registrados a 125 MHz en $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$. ^bAbreviaciones: Fuc = fucosa; Ram = ramnosa; Jal = ácido 11-hidroxyhexadecanoico; mba = ácido 2-metilbutanoico; deca = ácido decanoico; dodeca = ácido dodecanoico.

4.3. DIFERENCIACIÓN DE LOS GLICOLÍPIDOS MEDIANTE ESPECTROMETRÍA DE MASAS

La espectrometría de masas constituye una técnica esencial en la determinación estructural de los glicolípidos naturales. La técnica de bombardeo por átomos acelerados (EM-FAB) ha sido de una ayuda invaluable para el establecimiento de la estructura molecular de una gran variedad de polisacáridos al proporcionar los pesos moleculares a través de la detección de los iones pseudomoleculares $[M - H]^-$ y los iones fragmentos que permiten establecer la secuencia de glicosidación (Pereda-Miranda y Bah, 2003).

Los espectros de masas FAB (modo negativo) de los glicolípidos **1** al **4** permitieron determinar los pesos moleculares y con ello la fórmula molecular. En cada uno de los espectros se observaron los picos comunes provocados por las rupturas de los enlaces glicosídicos. Al analizar las diferencias de peso que hay entre cada uno de los iones pseudomoleculares $[M - 1]$ y los fragmentos de mayor peso formados por las eliminaciones de los grupos acilos se establecieron las unidades sacáridas esterificadas y sus respectivos sustituyentes.

4.3.1. Espectrometría de masas FAB (modo negativo) de los compuestos **1** al **4**.

Estos compuestos poseen el núcleo del ácido simónico B, el cual está constituido por una unidad de fucosa y cuatro de ramnosa. La Figura 29 ilustra el patrón de fragmentación característico de estos compuestos debido a las rupturas del enlace glicosídico, i.e. los iones de m/z

271, 417 y 545 (Pereda-Miranda, *et al.*, 2005; Escalante-Sánchez y Pereda-Miranda, 2007; Chérigo y Pereda-Miranda, 2006; Escobedo-Martínez y Pereda-Miranda, 2007).

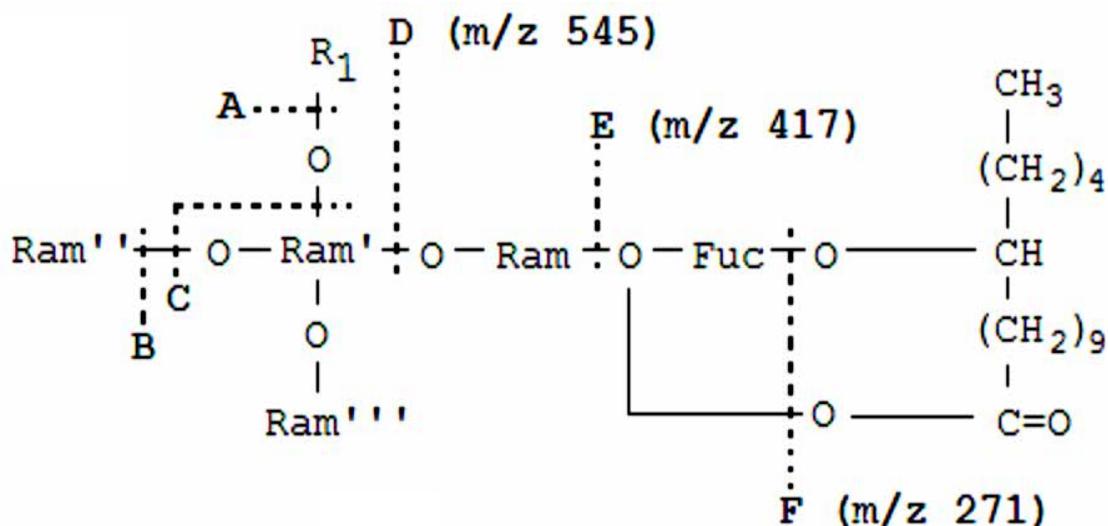


Figura 29. Patrón de fragmentación de los glicolípidos **1** al **4**.

Sin embargo, para establecer las diferencias entre los cuatro glicolípidos fue útil analizar las diferencias en peso que hay entre sus respectivos iones pseudomoleculares $[M - 1]$ y, en especial, los iones A. Estas diferencias corresponden a las pérdidas de los ácidos que esterifican los núcleos oligosacáridos y que representan los restos de los ácidos grasos que marcan la diferencia entre cada uno de los compuestos, es decir, la pérdida de los restos de metilbutanoílo así como de los residuos de ácidos grasos de cadena larga *n*-decanoico y *n*-dodecanoico.

4.3.1.1. Patrón de fragmentación del compuesto **1**

La espectrometría de masas FAB (modo negativo) del compuesto **1** indicó una fórmula molecular $C_{58}H_{102}O_{23}$, con base en el ión pseudomolecular $[M - H]^-$ de m/z 1165 (Figura 30). El fragmento **A** de m/z 983 corresponde a la pérdida del

residuo de dodecanoilo con una diferencia de 182 unidades con respecto al peso del ión pseudomolecular $[M - 1]$.

4.3.1.2. Patrón de fragmentación del compuesto **2**

La espectrometría de masas FAB (modo negativo) del compuesto **2** indicó una fórmula molecular $C_{51}H_{88}O_{23}$, con base en el ión pseudomolecular $[M - H]^-$ de m/z 1067 (Figura 31). El fragmento **A** de m/z 983 corresponde a la pérdida del residuo de 2-metilbutanoilo con una diferencia de 84 unidades con respecto al peso del ión pseudomolecular $[M - 1]$.

4.3.1.3. Patrón de fragmentación del compuesto **3**

La espectrometría de masas FAB (modo negativo) del compuesto **3** indicó una fórmula molecular $C_{56}H_{98}O_{23}$, con base en el ión pseudomolecular $[M - H]^-$ de m/z 1137 (Figura 32). El fragmento de m/z 983 corresponde a la pérdida de un residuo de decanoilo con una diferencia de 154 unidades con respecto al peso del ión pseudomolecular $[M - 1]$.

4.3.1.4. Patrón de fragmentación del compuesto **4**

La espectrometría de masas FAB (modo negativo) del compuesto **3** indicó una fórmula molecular $C_{56}H_{98}O_{23}$, con base en el ión pseudomolecular $[M - H]^-$ de m/z 1137 (Figura 33). El fragmento **A** de m/z 983 que corresponde a la pérdida del residuo de decanoilo con una diferencia de 154 unidades con respecto al peso del ión pseudomolecular $[M - 1]$.

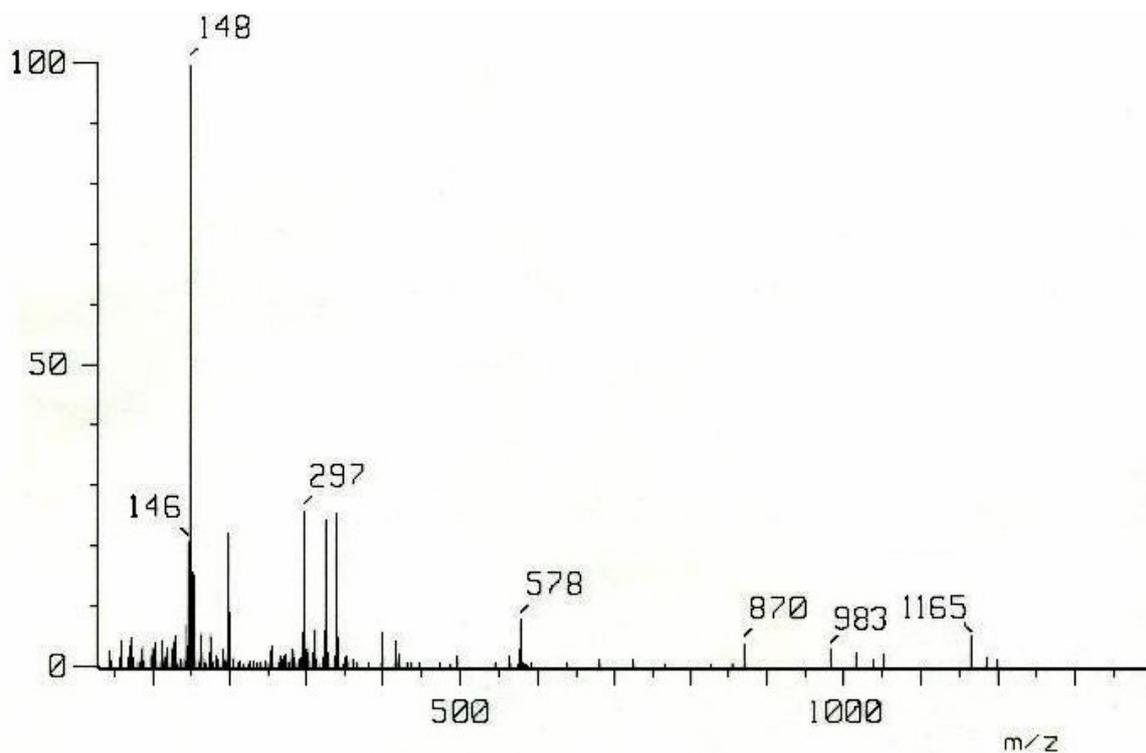


Figura 30. Espectro de masas modo FAB negativo para la **Pescapreína I (1)**.

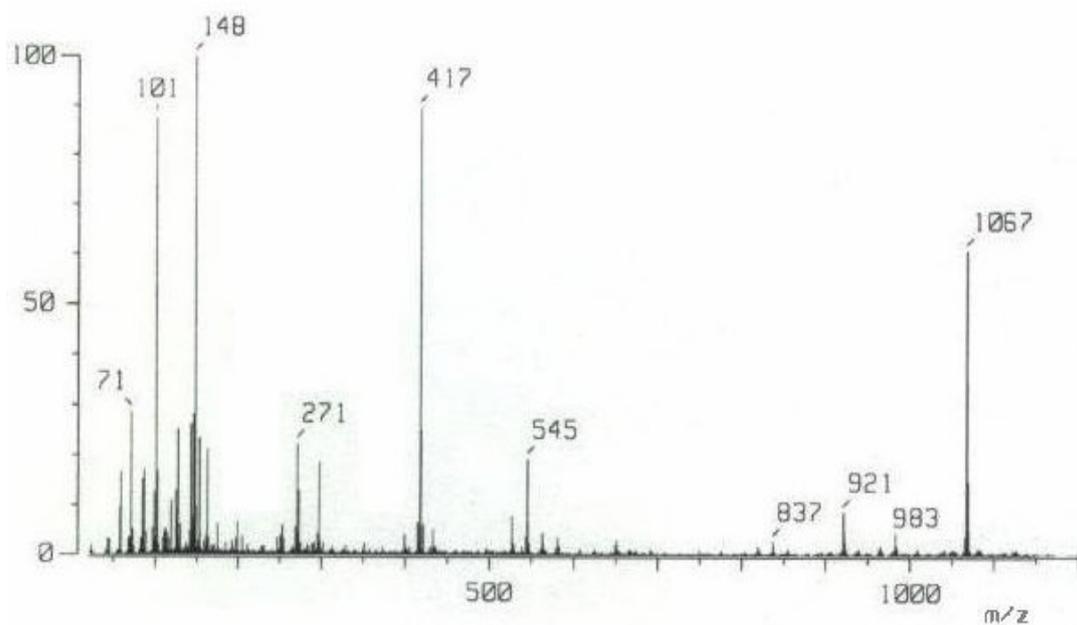


Figura 31. Espectro de masas modo FAB negativo para la **Murucoidina I (2)**.

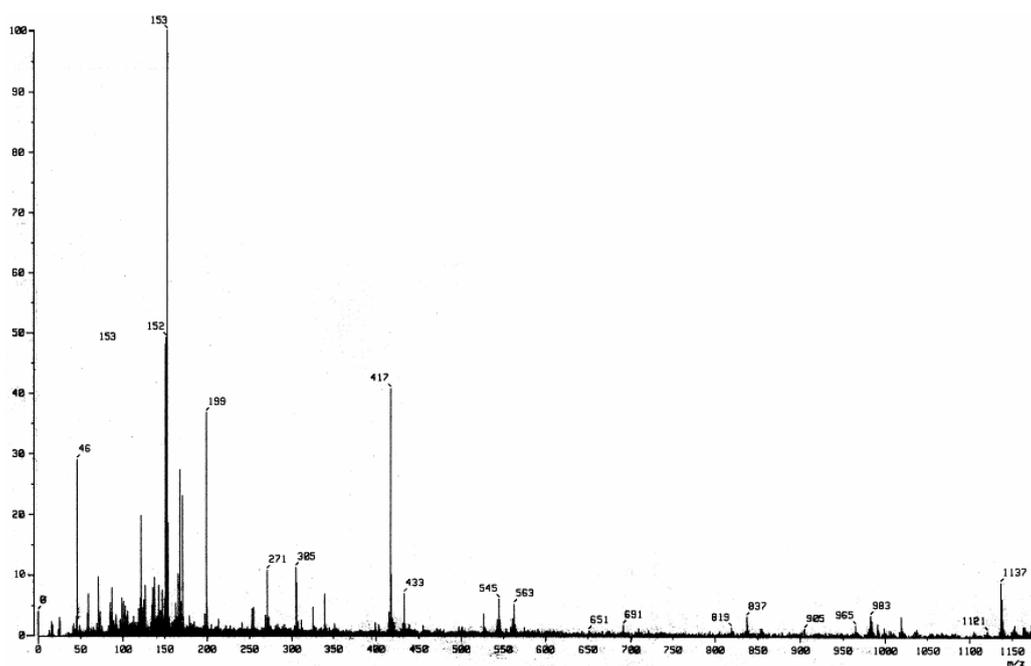


Figura 32. Espectro de masas modo FAB negativo para la **Pescapeína VII (3)**.

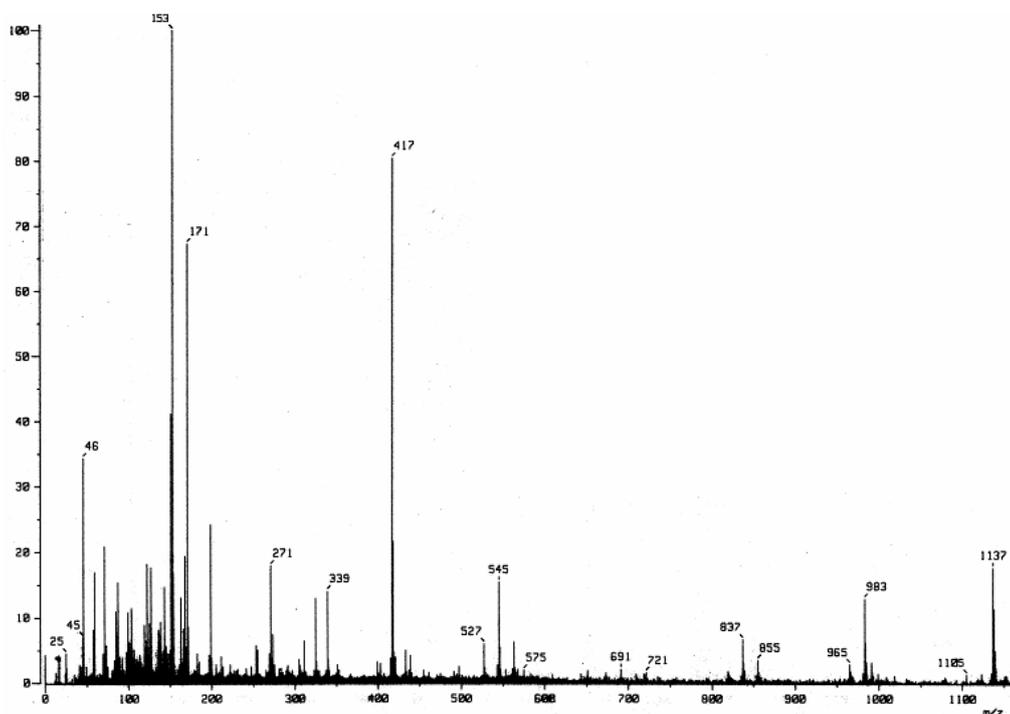


Figura 33. Espectro de masas modo FAB negativo para el **Batatinósido V (4)**.

El estudio de los datos espectroscópicos y espectrométricos permitió proponer las siguientes estructuras para los glicolípidos **1-4**.

Glicolípido **1**: éster intramolecular 1,3''-11-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 3)-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 4)-O-[2-O-*n*-dodecanoil] - α -L-ramnopiranosil- (1 \rightarrow 4)-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 2)- β -D-fucopiranosido del ácido jalapινόlico.

Glicolípido **2**: éster intramolecular 1,2''-11-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 3)-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 4)-O-[2-O-(2S)-metilbutanoil] - α -L-ramnopiranosil- (1 \rightarrow 4)-O- α -L-ramnopiranosil -(1 \rightarrow 2)- β -D-fucopiranosido del ácido jalapινόlico.

Glicolípido **3**: éster intramolecular 1,3''-11-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 3)-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 4)-O-[2-O- *n*-decanoil] - α -L-ramnopiranosil- (1 \rightarrow 4)-O- α -L-ramnopiranosil - (1 \rightarrow 2)- β -D-fucopiranosido del ácido jalapινόlico.

Glicolípido **4**: éster intramolecular 1,2''-11-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 3)-O- α -L-ramnopiranosil-(1 \rightarrow 4)-O-[2-O- *n*-decanoil] - α -L-ramnopiranosil- (1 \rightarrow 4)-O- α -L-ramnopiranosil - (1 \rightarrow 2)- β -D-fucopiranosido del ácido jalapινόlico.

En las figuras 34 a la 37 se ilustran las estructuras moleculares propuestas para los compuestos **1** al **4**.

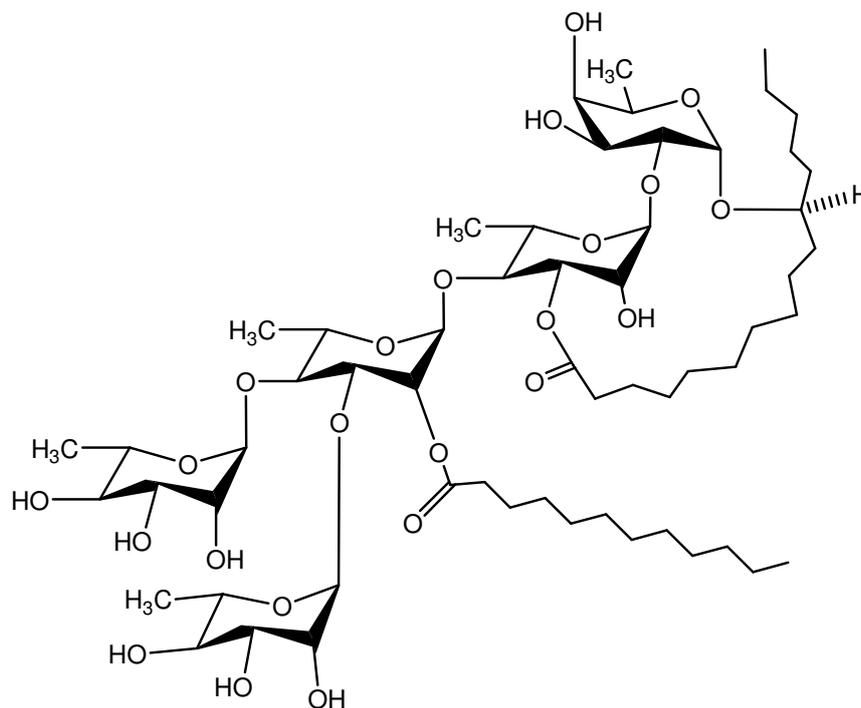


Figura 34. Estructuras moleculares propuestas para el compuesto **1: Pescapreína I.**

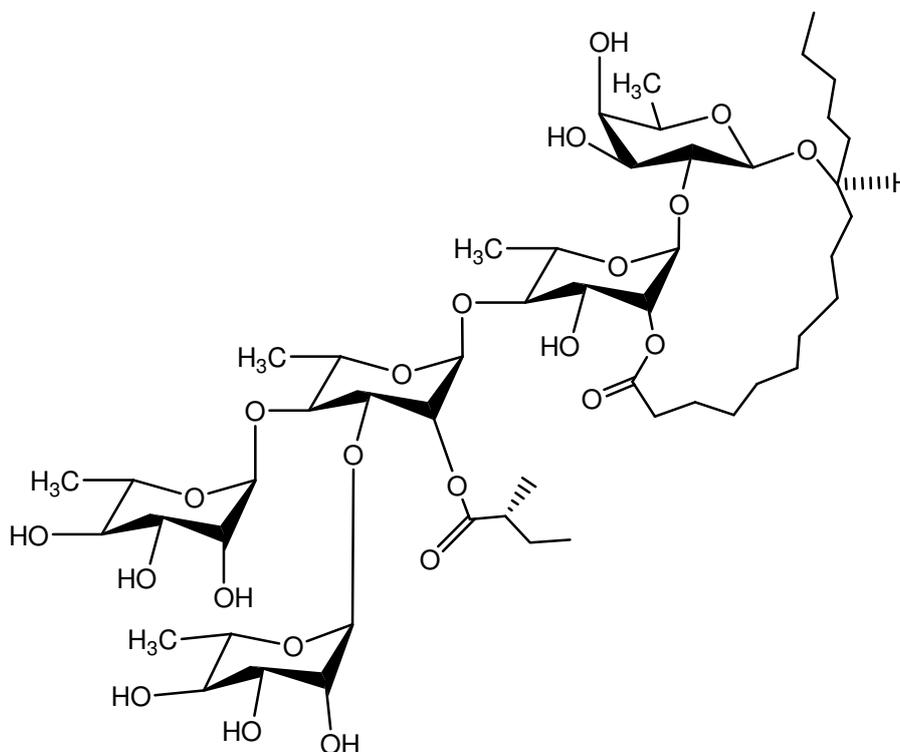


Figura 35. Estructura molecular propuesta para el compuesto **2: Murucoidina I.**

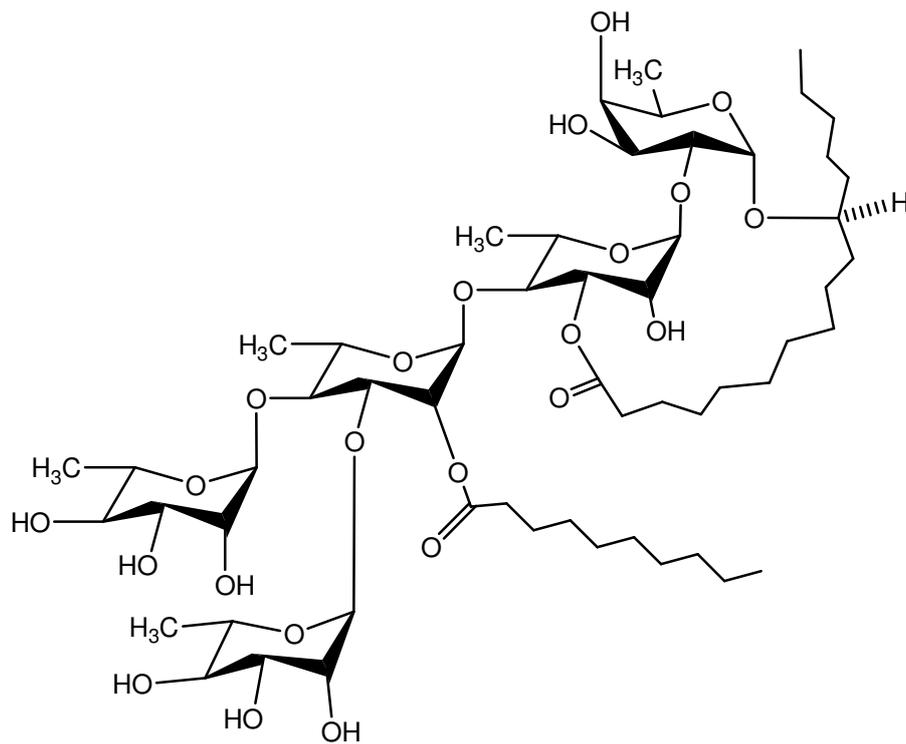


Figura 36. Estructura molecular propuesta para el compuesto **3: Pescapreína VII.**

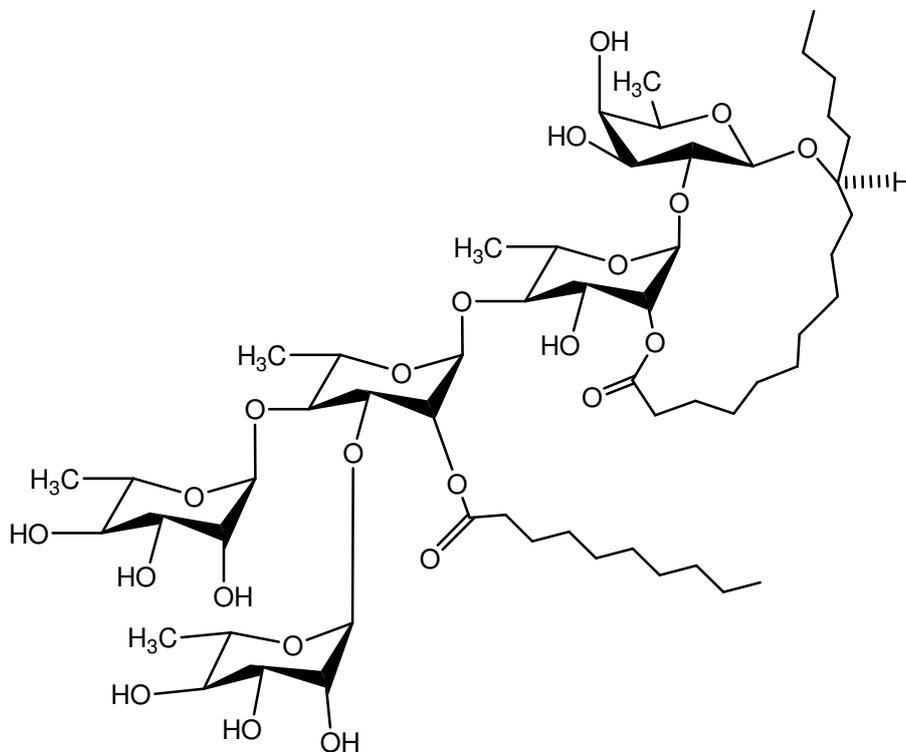


Figura 37. Estructura molecular propuesta para el compuesto **4: Batatinosido V.**

Después de haber comparado las estructuras de los cuatro glicolípidos obtenidos con las resinas correspondientes reportadas en la literatura (Pereda-Miranda *et al.*, 2005; Escalante-Sánchez y Pereda-Miranda, 2007; Chérigo y Pereda-Miranda, 2006; Escobedo-Martínez y Pereda-Miranda, 2007) se reporta lo siguiente:

- El compuesto **1** tiene la misma estructura molecular que la **Pescapreína I** previamente aislada de *Ipomoea pes-caprae* (Pereda-Miranda *et al.*, 2005).
- El compuesto **2** tiene la misma estructura molecular que la **Murucoïdina I** que constituye uno de los oligosacáridos mayoritarios de *Ipomoea murucoïdes* (Chérigo y Pereda-Miranda, 2006).
- El compuesto **3** tiene la misma estructura molecular descrita para la **Pescapreína VII** previamente aislada de *Ipomoea pes-caprae* (Escobedo-Martínez y Pereda-Miranda, 2007).
- El compuesto **4** (**Batatinósido V**) no ha sido descrito en la literatura y la principal diferencia estructural con respecto a la **Pescapreína VII** es la posición de lactonización que en el compuesto **3** se establece entre el núcleo C-1 de la aglicona con el hidroxilo en C-3 de la ramnosa interna superior (Ram) mientras que en el compuesto **4** la lactonización se establece entre el núcleo C-1 de la aglicona con el hidroxilo en C-2 de la ramnosa interna superior (Ram).

4. CONCLUSIONES

La cromatografía líquida de alta eficacia desempeñó un papel importante en el aislamiento de los glicolípidos **1-4** a partir de la fracción hexánica $\delta\epsilon$ del camote blanco ya que, al igual que las resinas glicosídicas descritas para otras especies, éstas se presentaron en forma de mezclas diastereoisoméricas complejas, dificultando su purificación mediante el empleo de las técnicas cromatográficas convencionales.

El análisis de los espectros unidimensionales de RMN ^1H y ^{13}C fueron el primer paso para la obtención de información general acerca de las estructuras de los glicolípidos individuales purificados. Los desplazamientos químicos alrededor de 98-106 ppm en el espectro de ^{13}C correspondientes a los carbonos anoméricos, asistido con el HSQC, permitieron establecer el número de unidades monosacáridas presentes en los compuestos. Con el análisis de las técnicas bidimensionales en la RMN (COSY y TOCSY), se resolvieron las asignaciones de las señales para los metinos entre 4.0-5.7 ppm para cada monosacárido. Después de identificar y diferenciar las señales aportadas por los protones de cada unidad monosacárida en la RMN ^1H por medio de los experimentos COSY y TOCSY, se completó la asignación de las señales de RMN ^{13}C mediante la técnica HMQC y, para sustentar estas asignaciones, se analizaron las conectividades entre los núcleos de carbono e hidrógeno en los espectros HMBC, tanto las correlaciones ($^3J_{\text{C-H}}$) $\text{H}_1\text{-C}_5$, como las correlaciones ($^2J_{\text{C-H}}$) $\text{H}_6\text{-C}_5$, de las mismas unidades monosacáridas. Finalmente, la técnica espectroscópica de RMN bidimensional HMBC permitió la asignación de la

secuencia de glicosidación y los sitios de acilación, mediante el estudio de los acoplamientos $^1\text{H}-^{13}\text{C}$ a larga distancia ($^{2,3}J_{\text{C-H}}$)

La espectrometría de masas FAB constituye una herramienta esencial para la elucidación de las estructuras de los oligosacáridos. Esta técnica proporcionó los pesos moleculares a través de la detección de los iones pseudomoleculares $[\text{M} + \text{H}]^+$ o $[\text{M} - \text{H}]^-$. Los iones fragmentos permitieron establecer la secuencia de glicosidación.

De la fracción $\delta\epsilon$ del extracto hexánico de *Ipomoea batatas* se obtuvieron cuatro glicolípidos de los cuales uno es novedoso, el "**Batatinósido V**". La diferencia entre la "**Pescapreína VII**" y el "**Batatinósido V**" radica en la posición de macrolactonización intermolecular por la aglicona. La aglicona establece un éster cíclico intramolecular mediante la formación de una lactona entre su grupo carboxílico y uno de los grupos hidroxilo en C-2 o C-3 de la segunda unidad sacárida. En el caso de la "**Pescapreína VII**", la aglicona establece un éster cíclico intramolecular mediante la formación de una lactona entre su grupo carboxílico y C-3 de la segunda unidad sacárida, mientras que en el caso del "**Batatinósido V**", la aglicona establece un éster cíclico intramolecular mediante la formación de una lactona entre su grupo carboxílico y C-2 de la segunda unidad sacárida.

5. BIBLIOGRAFÍA

Alzugaray, D. Y Alzulgaraay C. (1984). *Plantas que curan*. Grupo de Comunicação Tres, Sao Paulo, S.P., Brasil, Vol. 3, p. 264.

Instituto Nacional Indigenista (1994). *Atlas de las Plantas de la Medicina Tradicional Mexicana*. Biblioteca de la Medicina Tradicional Mexicana. México, p. 659.

Austin D.F. (1978). The *Ipomoea batatas* complex. I. Taxonomy. Bull. Torrey Bot. Club 105, 114-129.

Austin D.F. (1988). *The taxonomy, evolution and genetic diversity of sweet potatoes and related wild species*. In: Exploration, maintenance and utilization of sweet potato genetic resources. Report of the First Sweet Potato Planning Conference 1987. International Potato Center, Lima, Perú. p. 27-59.

Austin, D.F. (1991). *Ipomoea littoralis* (Convolvulaceae) - Taxonomy, distribution and ethnobotany. *Economic Botany* 45, 251-256.

Bernabéu, S., Fernández de Caleyá, P. B., Burdel, H. M., Sanpedro, E. C., Engstrand, I. H., García, E. (2000). *El Aguila y El Nopal. La Expedición De Sessé y Mociño A Nueva España*. Editores Lunweg, Madrid, p. 35.

Bieber, L.W., Alves da Silva Filho, A., Correa Lima, R.M.O., De Andrade Chiappeta, A., Chiappeta, A., Carneiro do Nascimento, S., De Souza, I.A., De Mélló, J.F. y Jurgen

Veith, H. (1986). Anticancer and antimicrobial glycosides from *Ipomoea bahiensis*. *Phytochemistry* 25, 1077-1081.

Chao, J.M., y Der Maderosian, A. (1973). Identification of ergoline alkaloids in the genus *Argyria* and related genera and their chemotaxonomic implications in the Convolvulaceae. *Phytochemistry* 12, 2435-2440.

Chérigo, L. y Pereda-Miranda, R. (2006). Resin glycosides from the flowers of *Ipomoea murucoides*. *J. Nat. Prod* 69, 595-599.

Clark, C. A. y Moyer, J. W. (1991). *Compendio de enfermedades de la Batata (camote, boniato)*. Publ. CIP. 96 pp., Lima.

Contreras, C.M., Chacón, L. y Enríquez, R.G. (1996). Anticonvulsant properties of *Ipomoea stans*. *Phytomedicine* 3, 41-44.

Decheco, E.A. (1993). *Evaluación del grado de resistencia relativa de clones de Camote al gorgojo Eucepes postjacciatu (Fairmaire) (Coleoptera: Curculionidae) bajo condiciones de campo y laboratorio*. Tesis M. Sc. Publ. CIP. Lima.

Der Maderosian, A. (1967). Hallucinogenic indole compounds from higher plants. *Lloydia (Journal of Natural Products)* 30, 23-38.

Díaz, J.L. (1976). *Usos de las Plantas Medicinales de México. Monografías Científicas II*. Instituto Mexicano para el Estudio de las Plantas Medicinales, A.C., México p. 66-67.

Díaz, J.L. (1977). *Usos de las Plantas Medicinales de México*. Instituto Mexicano para el Estudio de las Plantas Medicinales, A.C., México p. 66.

Eich, E. (1998). Distribution and taxonomic significance of Calystegines in the Convolvulaceae. *Phytochemistry* 49, 1989-1995.

Escalante-Sánchez, E. y Pereda-Miranda, R. (2007). Batatins I and II, Ester-Type Dimers of Acylated Pentasaccharides from the Resin Glycosides of Sweet Potato. *J. Nat. Prod.* 70, 1029-1034.

Escobedo-Martínez, C. y Pereda-Miranda, R. (2007). Resin glycosides from *Ipomoea pes-caprae*. *J. Nat. Prod.* 70, 974-978.

Floss, H.G. (1976) Biosynthesis of ergot alkaloids and related compounds. *Tetrahedron* 32, 873-912.

Furst, P.T. (1995) This Little Book of Herbs: Psychoactive Plants as Therapeutic Agents in the Badianus Manuscript of 1552. En. *Ethnobotany. Evolution of a Discipline*. Shultes, R.E.; von Reis, S. Eds.; Dioscorides Press-Timber Press: Portland, EE.UU., pp. 108-130.

Furst, P.T. (2000) *Hallucinogens and Culture*. Chandler and Sharp Publishers, Novato, California, 173 pp.

Grace Sirjucharran. (1983). *Some biochemical parameters associated with the tuberization of Sweet potato (Ipomoea batatas L. Lam.)*. In Proc. Caribbean Regional Workshop on Tropical Root Crops. Jamaica, Abril 10-16.

Harborne, J.B. (1988). *Introduction to Ecological Biochemistry*. 3a. ed., Academic Press, Cambridge, p. 353.

Henrici, A., Kaloga, M. y Eich, E. (1994). Jacpaniculines, the first lignanamide alkaloids from the Convolvulaceae. *Phytochemistry* 37, 1637.

Hernández, F. (1959). *Historia de las plantas de la Nueva España*. En: Obras Completas. Universidad Nacional Autónoma de México. Imprenta Universitaria. México D.F. Vol. 2, 227-229.

Hofmann, A. (1963). The active principles of seeds of *Rivea corymbosa* and *Ipomoea violacea*. Botanical museum Leaflets Harvard University 20, 194-212.

Jenett-Siems, K., Kaloga, M. y Eich, E. (1993). Ipangulines, the first pyrrolizidine alkaloids from the Convolvulaceae. *Phytochemistry* 34, 437-440.

Jenett-Siems, K., Kaloga, M. y Eich, E. (1994a). Ergobalansine/ergobalansinine, a proline free peptyde-type alkaloid of the fungal genus *balansia* is a constituent of *Ipomoea piurensis*. *J. Nat. Prod.* 57, 1304-1306.

Jenett-Siems, K., Kaloga, M. y Eich, E. (1994b). Hygrines and tropanes, alkaloids of considerable importance for the chemotaxonomy of the Convolvulaceae. *Eur J. Pharm. Sci.* 2, 122.

Jones A (1980). *Sweet Potato. Hybridization of Crop Plants American Crop Science Society of America*. Madison. Wisc. pp. 645-655.

Lin, M., He, L., Wen, L., Fang, Z. and Song, B. (1996). Mechanisms of morphological structure of sweet potato root nematode (*Ditylenchus destructor*). *Scientia Agricultura Sinica* (China) 29, 8-12.

Linajes Palacios, J.A. (1991). *La raíz de jalapa Ipomoea purga (Wender) Hayne (Convolvulaceae) en el municipio de Xico, Veracruz, México: sus sistemas de producción*. Tesis Licenciatura. Facultad de biología. Universidad Veracruzana. México.

Liu, S.Y. (1985). Studies on the physicochemical properties of the tubers of new Sweet potato lines. *Chunghua nun yeh yen chiu* 34, 21-32.

Lozoya, X., (1998). *La Herbolaria en México* Ed. CONACULTA, México, DF, p. 63.

Lowe, S.B. y Wilson, L. (1974). *Comparative analyses of tuber development in six Sweet potato (Ipomoea batatas L. Lam.) Cultivars*. 1. Tuber initiation, tuber growth and partition of assimilates. In *Ann. Bot. (London)* (N. S.) 38, 307-317.

Mabberley, D. J. (1989). *The plant-book*. Ed. 2. Cambridge.

MacLeod, J.K. y Ward, A. (1997). Structural investigation of resin glycosides from *Ipomoea lonchophylla*. *J. Nat. Prod.* 60, 467-471.

Marín, M. (1994). *Aspectos preliminares de la caracterización histológica de la raíz reservante de*

Ipomoea batatas L. Lam. En VI Congr. de Jóvenes Científicos. Univ. Cayetano Heredia, 1-5 marzo. Lima.

Martin F.W. (1988). *Genetic and Physiological Basis for Breeding and Improving the Sweet Potato*. VIIth Symposium of the International Society for Tropical Root Crops. Gosier (Gouldaloupe) 1-6 July 1985 Ed. INRA Paris. pp. 749-761.

Martínez, M. (1959). *Plantas Útiles de la Flora Mexicana*. Ed. Botas, México, pp. 276-279.

Martínez, M. (1987). *Catálogo de Nombres Vulgares y Científicos de Plantas Mexicanas*. Fondo de Cultura Económica. México.

Martínez, M. (1989). *Las plantas medicinales de México*. 6^a ed. Ed. Botas, México, pp. 276-279.

Matzuo, T. Moneda, T. y Itoo, S. (1983). Identification of free cytokinins and changes in endogenous levels during tuber development of sweet potato. *Plant Cell. Physiology* 24, 1305-1312.

Matzuo, T. (1988). Variations in the levels of major free cytokinins and free 108 abcisic acid during tuber development of sweet potato. *J. Plant Growth Regulation* 7, 249-258.

McDonald, A. (1991). Origin and diversity of Mexican Convolvulacea. *Anales Inst. Biol. Univ. Autón. México, Sec. Bot.* 62, 65-82.

McDonald, J. A. y Mabry, T. J. (1992). Phylogenetic systematics of New World *Ipomoea* (Convolvulaceae) based on chloroplast DNA restriction site variation. *Pl. Syst. Evol.* 180, 243-259.

Millspaugh, C.F. (1974). *American Medicinal Plants*. Dover Publications, New York, pp. 479-480.

Mittermeier, R.A. y Mittermeier, C.G. (1992). "La importancia de la diversidad biológica de México". En: J. Sarukhán y R. Dirzo (comps.). México ante los retos de la biodiversidad. conabio, México. pp. 63-73.

Molyneux, R.J., McKenzie, R.A., O'Sullivan, B.M. y Elbein, A.D. (1995). Identification of the glycosides inhibitors swainsonine and calystegine B2 in Weir vine (*Ipomoea* sp. Q6 [aff *calobra*]) and correlation with toxicity. *J. Nat. Prod.* 58, 878-886.

Montaldo, P. (1994). *La agricultura americana durante el siglo XVI y sus antecedentes*. Dirección de Investigación y Desarrollo, Universidad Austral de Chile. Valdivia, Chile.

Noda, N., Kobayashi, H. Miyahara, K. y Kawasaki, T. (1988a). 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, 627-633.

Noda, N., Kobayashi, H. Miyahara, K. y Kawasaki, T. (1988b). Resin glycosides. II. Isolation and structural study of the genuine resin glycosides, muricatins I-VI,

from the seeds of *Ipomoea muricata*. *Chem. Pharm. Bull.* 36, 920-929.

Noda, N., Kogetsu, H., M. Miyahara, K. y Kawasaki, T. (1992a). Scammonins VII and VIII, two resin glycosides from *Convolvulus scammonia*. *Phytochemistry* 31, 2761-2766.

Noda, N., Kogetsu, H., M. Miyahara, K. y Kawasaki, T. (1992b). Resin glycosides. XV. Simonins I-V, ether-soluble resin glycosides (jalapins) from the roots of *Ipomoea batatas* (cv. Simon). *Chem. Pharm. Bull.* 40, 3163-3168.

Noda, N., Nishi, M. Miyahara, K. y Kawasaki, T. (1988c). Resin glycosides. IV. Two new resin glycosides, muricatins VII and VIII, from the seeds of *Ipomoea muricata*. *Chem. Pharm. Bull.* 36, 1707-1713.

Noda, T., Takahata, Y. Sato, T., Hisamatsu, M., Yamada, Tetsuya. (1995). Physicochemical Properties of Starches Extracted from Sweetpotato Roots Differing in Physiological Age. *J. Agric. Food Chem.* 43, 12.

O'Brien P.J. (1972). The sweet potato: its origin and dispersal. *Anthropologist* 74, 343-365.

Osuna, L., Ponce-Monter, H., Campos, G.M., Rojas, J., y Meckes, M. (1996). Effect of *Ipomoea intrapilosa* methanol extract on the serotonergic response in rat uterus. *Phytotherapy Research* 10, 257-259.

Pardo Tomás, J. y López Terrada, M.L. (1993). *Las primeras noticias sobre plantas americanas en las relaciones de viajes y crónicas de Indias (1493-1553)*.

Instituto de Estudios Documentales sobre la Ciencia, Valencia.

Pereda-Miranda, R. (1995). *Bioactive Natural Products from traditionally used Mexican Plants*. En J.T.Arnason (Ed). *Phytochemistry of Medicinal Plants*. Plenum press, New York, pp. 83-112.

Pereda-Miranda, R. y Bah, M. (2003). *Biodynamic Constituents in the Mexican Morning Glories: Purgative Remedies Transcending Boundaries*. *Curr. Top. Med. Chem.* 3, 1-20.

Pereda-Miranda, R., Escalante-Sánchez, E., Escobedo-Martínez, C. (2005). *Characterization of lipophilic pentasaccharides from beach morning glory (*Ipomoea pes-caprae*)*. *J. Nat. Prod.* 68 , 226-230.

Pereda-Miranda, R. Fragoso-Serrano M., Escalante-Sánchez, E. Hernández-Carlos, B., Linares, E. y Bye, R. (2006b). *Profiling of the Resin Glycoside Content of Mexican Jalap Roots with Purgative Activity*. *J. Nat. Prod.* 69, 1460-1466.

Pereda-Miranda, R., Kaatz, G.W. y Gibbons, S. (2006a). *Polyacylated oligosaccharides from medicinal Mexican morning glory species as antibacterials and inhibitors of multidrug resistance in *Staphylococcus aureus**. *J. Nat. Prod.* 69, 406-409.

Pereda-Miranda, R., Mata, R., Anaya, A.L., Winckramaratne, D.B.M., Pezzuto, J.M. y Kinhorn, A.D. (1993). *Tricolorin A, major phyto-growth inhibitor from *Ipomoea tricolor**. *J. Nat. Prod.* 56, 571-582.

Reynolds, F.W., Yu, M., Enríquez, R.G., González, H., León, I., Magos, G., Villareal, M.L. (1995) Isolation and characterization of cytotoxic and antibacterial tetrasaccharide glycosides from *Ipomoea stans*. *J. Nat. Prod.* 58, 1730-1734.

Rogers, D. J. (1963). Studies of *Manihot esculenta* Crantz and related species. *Bull. Torrey Bot. Club*, 90, 43-54.

Roig y Mesa, J.T. (1974). *Plantas medicinales, aromáticas o venenosas de Cuba*. Instituto del Libro. La Habana, Cuba, p. 124.

Schimming, T., Tofern, B., Mann, P., Richter, A., Jenett-Siems, K., Dräger, B., Asano, N., Gupta, P., Correa, D.M. y Eich, E. (1998). Distribution and taxonomic significance of Calystegines in the Convolvulaceae. *Phytochemistry* 49, 1989-1995.

Schultes, R.E. (1941). *A contribution to our knowledge of Rivea corymbosa, the narcotic ololiuqui of the Aztecs*. Botanical Museum of Harvard University, Cambridge, Massachusetts, p. 45.

Schultes, R.E. y Hofmann, A (1979). *Plantas de los Dioses. Las fuerzas mágicas de las plantas alucinógenas*. Fondo de Cultura Económica, México, p. 81-195.

Seminario, J. (ed.) (2004). *Raíces Andinas: Contribuciones al conocimiento y a la capacitación. Serie: Conservación y uso de la biodiversidad de raíces y tubérculos andinos: Una década de investigación para el desarrollo (1993-2003)* No. 6. Universidad Nacional de

Cajamarca, Centro Internacional de la Papa, Agencia Suiza para el Desarrollo y la Cooperación. Lima, Perú, 376 p.

Singhvi, N.R. y Sharma, K.D. (1984). Allelopathic effects of *Ludwigia adscendens* Linn. and *Ipomoea aquatica* Forsk on seedling growth of pearl millet (*Pennisetum typhoideum* Rich). *Trans. Isdt. & Ucds* 9, 95-100.

Stoll, A. y Hofmann, A. (1965). *The ergot alkaloids*. En: R.H.F. Manske (ed.), *The Alkaloids*. Vol. 8, Academic Press, New York, pp. 725-783.

Saranya Srisuwan, S. Sihachakr, D. y Siljak-Yakovlev, S. (2006). The origin and evolution of sweet potato (*Ipomoea batatas* Lam.) and its wild relatives through the cytogenetic approaches. *Plant Science* 171, 424-433.

Suni, M. y Marfn, M. (1994). *Characterization of high yielding clones of Sweet potatoes*. In 10 th. Symposium of the International Society for Tropical Root Crops. ISTRC. Nov. 13-19. Salvador, Bahía. Brasil.

Trease, G.E. y Evans, W.C. (1988). *Tratado de Farmacognosia*. 12a. ed. Editorial Interamericana, México, pp. 491-492.

Trease, G.E. y Evans, W.C. (2002). *Pharmacognosy*. 15a. ed. WB Saunders, Edinburgo, p. 288.

Vavilov, N.I. (1926). *Studies on the origin of cultivated plants*. Leningrad. Inst. Appl. Bot. Plant Breed.

Vavilov, N.I. (1951). *Estudios sobre el origen de las plantas cultivadas*. Es. Buenos Aires, Argentina. Acme Agency. 185p.

Villamayor, F.G. y Perez, R.D. (1983). Sweet potato as a weed control agent for cassava. *The Radix* 5, 10-11.

Wagner, H. (1973). *The chemistry of resin glycosides of the convolvulaceae family*. Nobel Symposium 25, 235-240.

Wasson, R., Hofmann, A. y Ruck, C. (1995). *El Camino a Eleusis, Una Solución al Enigma de los Misterios*. Fondo de Cultura Económica, México, 235 p

Wilson, L. A. (1982). *Tuberization in sweet potato (Ipomoea batatas (L) Lam.)* En Proc. First. Uint. Symp. AVRC. China.

Wilson, L.A. y Lowe, S.B. (1973). The anatomy of the root system in West Indian sweet potato (*Ipomoea batatas (L.) Lam. Cultivars*. *Ann. Bot.* (London) 37, 633-643.

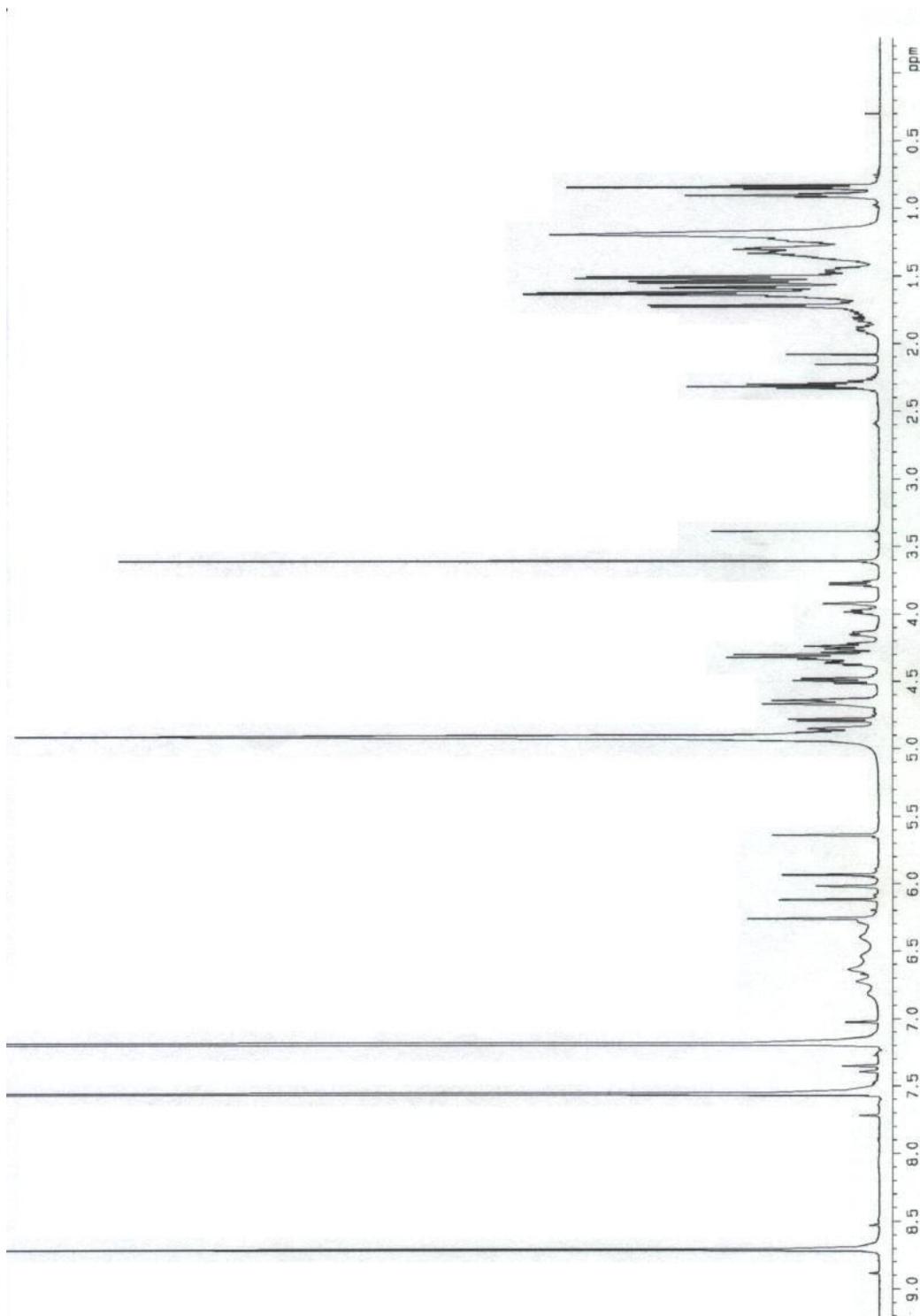
Yen D.E. (1974). *The sweetpotato and Oceania*. Bishop Museum Bull., Honolulu. 236, 1-389.

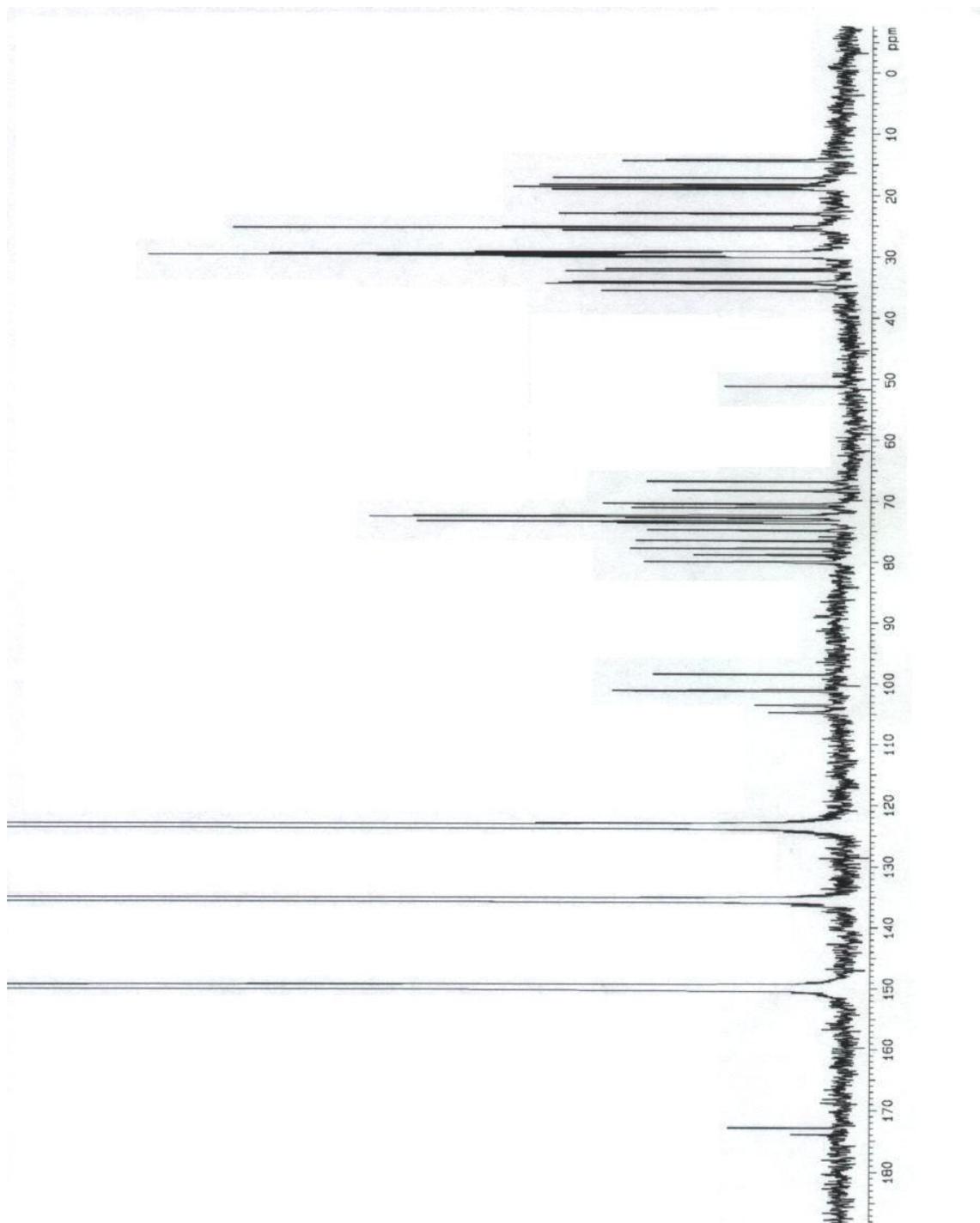
Zuincho R. O. (1990). *Inventario de enfermedades y plagas insectiles en el cultivo del Camote (Ipomoea batatas L. Lam.) antes fundo "El Milagro", San Ramón*. Tesis Ing. Agron. Univ. Nac. Centro del Perú.

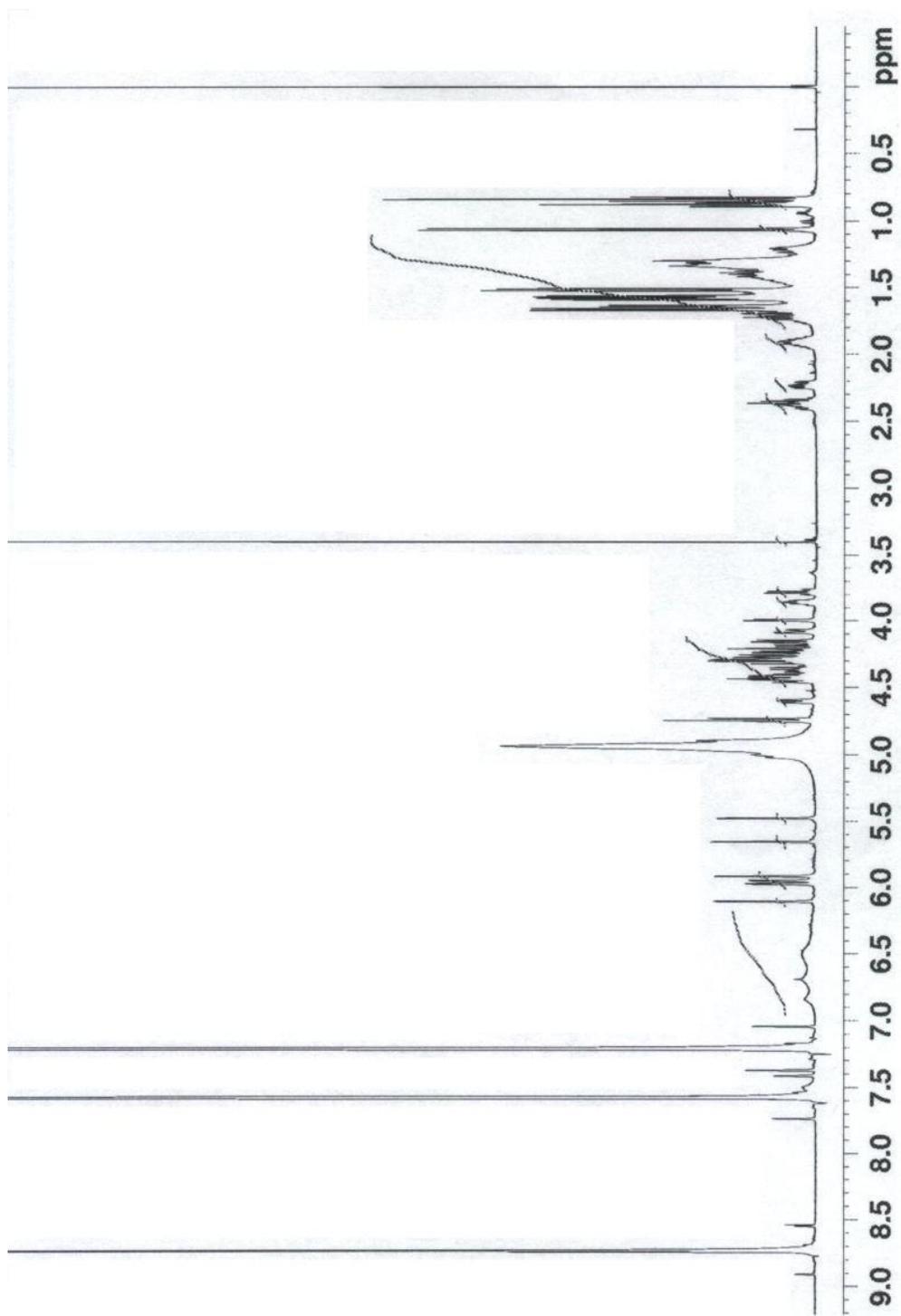
6. ESPECTROS

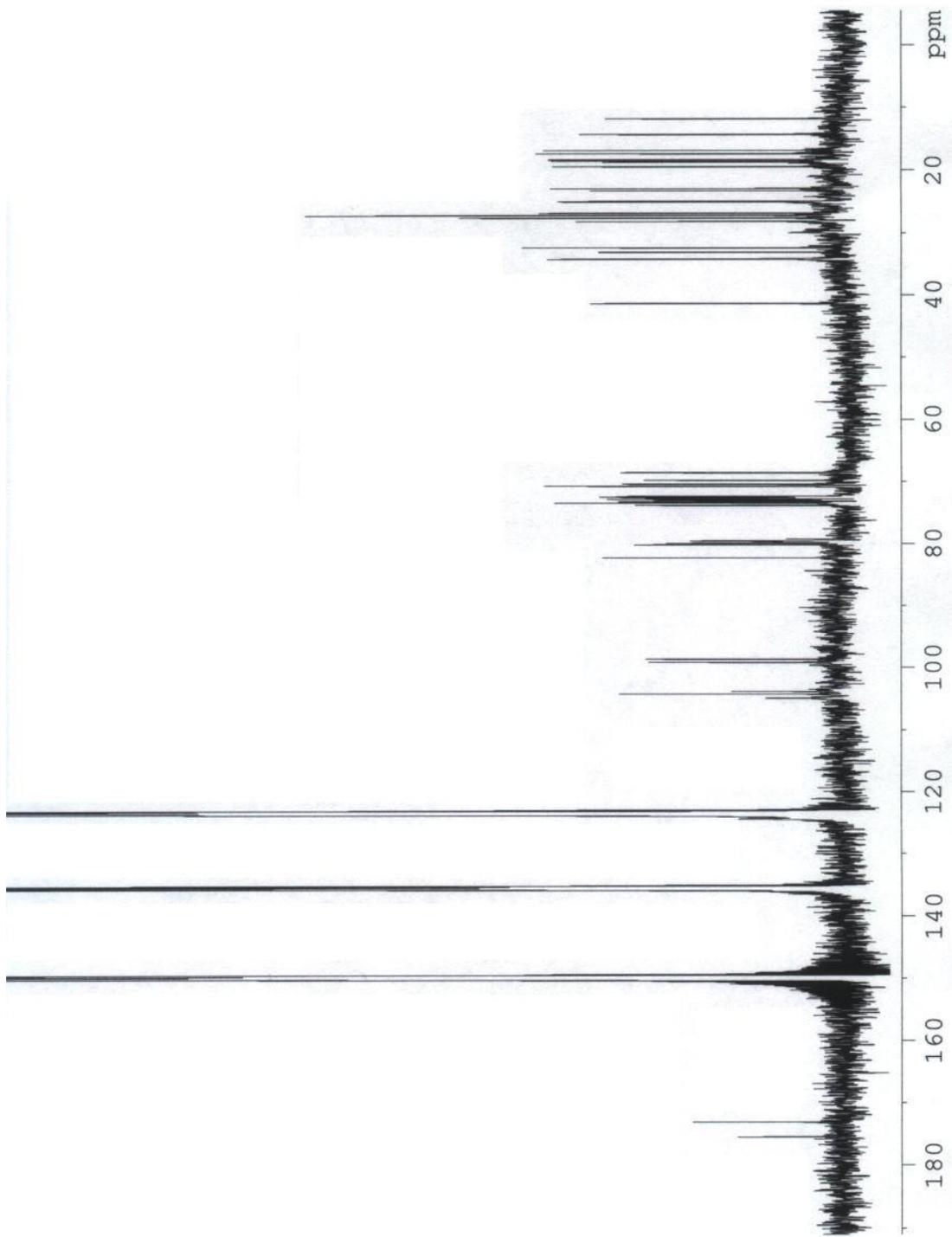
6.1. Pescapreína I

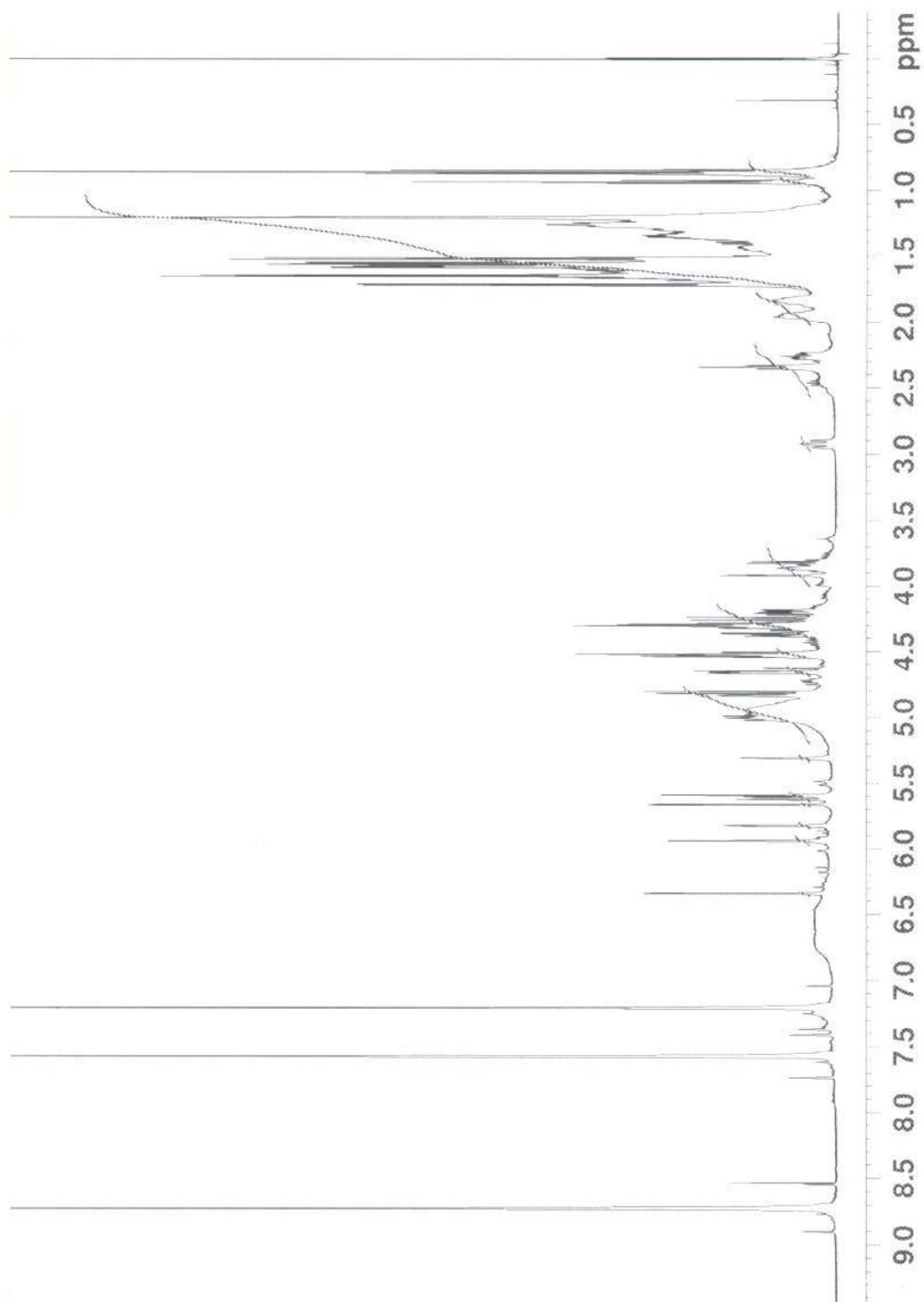
6.1.1. RMN ^1H

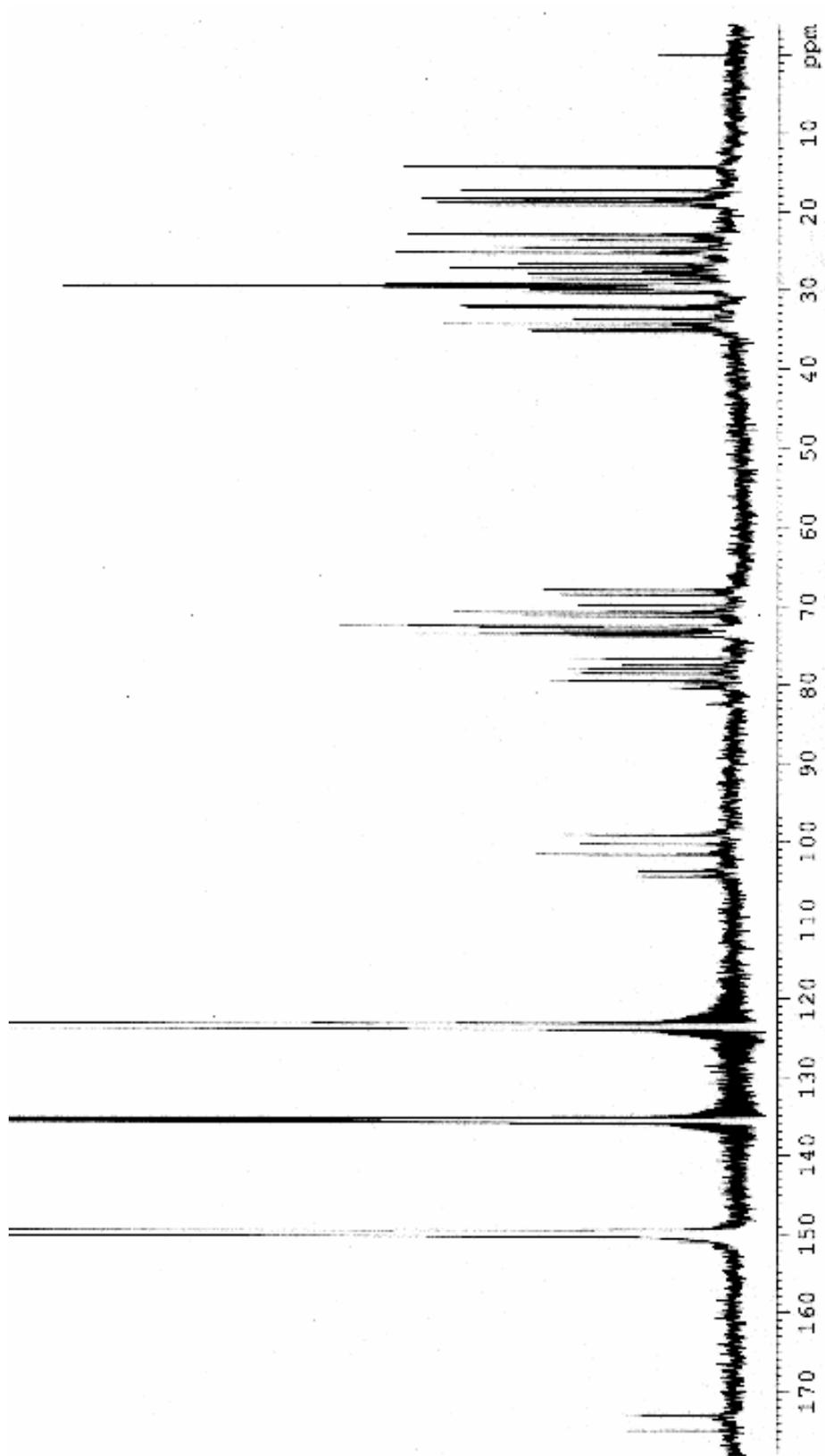


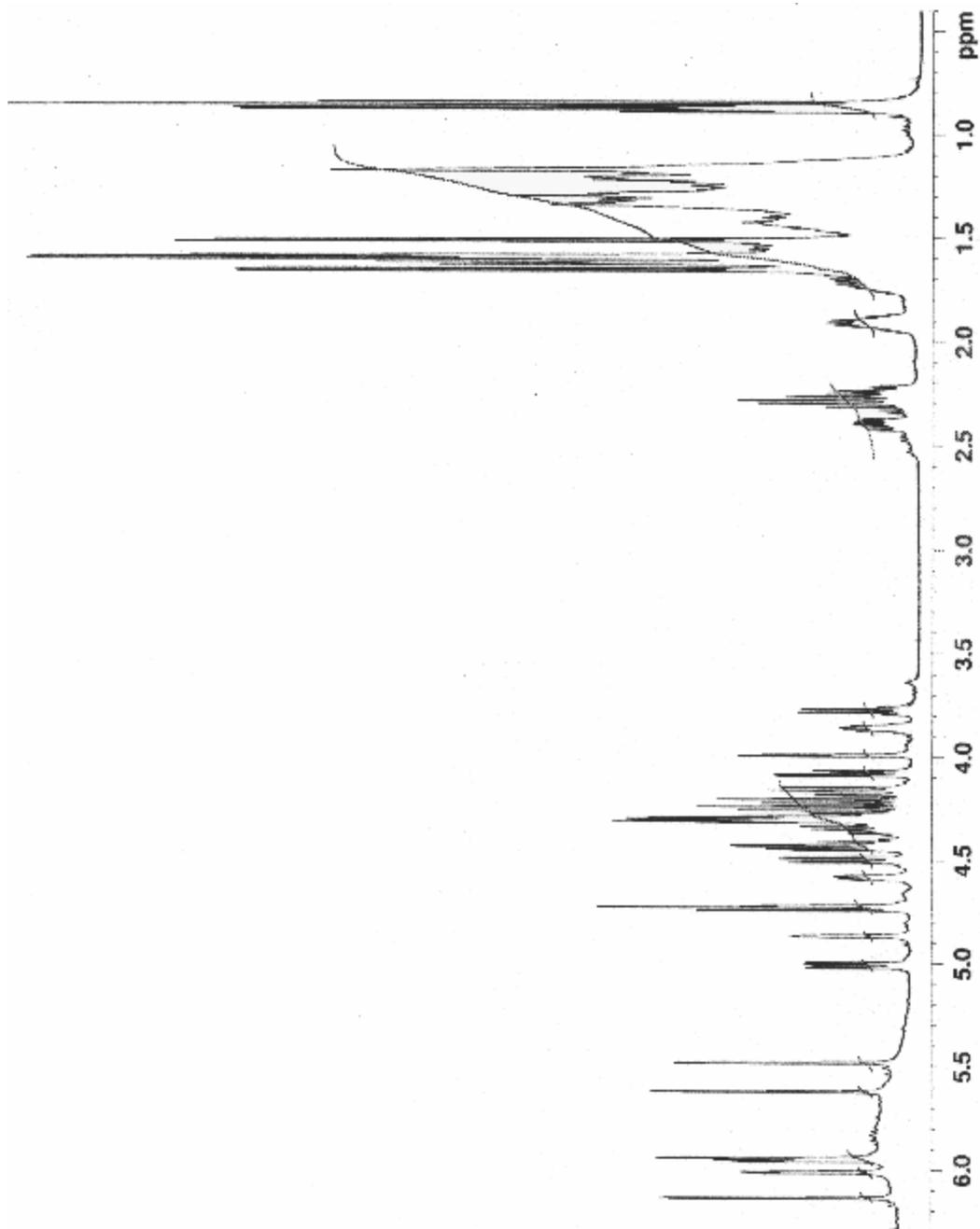
6.1.2. RMN ^{13}C 

6.2. Murucoidina I6.2.1. RMN ^1H 

6.2.2. RMN ^{13}C 

6.3. Pescapreína VII6.3.1. RMN ^1H 

6.3.2. RMN ^{13}C 

6.4. Batatinósido V6.4.1. RMN ^1H 

6.4.2. RMN ^{13}C 