



---

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**PURIFICACIÓN DE GLICOLÍPIDOS MEDIANTE  
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE LA ESPECIE  
*IPOMEA BATATAS.***

TESIS

PARA OPTAR POR EL TÍTULO DE

**QUÍMICA FARMACÉUTICA BIÓLOGA**

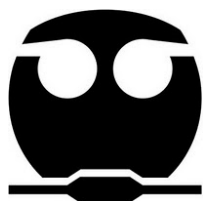
PRESENTA

**FERNÁNDEZ MURILLO ROCÍO ANGÉLICA**

Ciudad Universitaria, CDMX

**AÑO 2017**

---





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.

---

## **JURADO ASIGNADO**

**Presidente:** Dra. María Isabel Aguilar Laurents

**Vocal :** Dr. Rogelio Gregorio Pereda Miranda

**Secretario:** Dra. Isabel del Carmen Rivero Cruz

**1er. Suplente:** Dr. Mario Alberto Figueroa Saldivar

**2° Suplente:** Dra. Mabel Clara Fragoso Serrano

Sitio donde se desarrolló el tema:

Departamento de Farmacia, Laboratorio 123, conjunto E.

Facultad de Química.

Universidad Nacional Autónoma de México

**Asesor** Dr. Rogelio Gregorio Pereda Miranda

**Supervisor Técnico** Dra. Mabel Clara Fragoso Serrano

**Sustentante** Fernández Murillo Rocío Angélica

---

---

## AGRADECIMIENTOS

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

- ◆ A la Universidad Nacional y sus maestros por la formación académica para obtener el título de licenciada en Química Farmacéutica Bióloga.
  - ◆ Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (proyecto CB220535) por el financiamiento de esta investigación y a la Dirección General de Asuntos de Personal Académico (IN215016) por el financiamiento parcial de la investigación.
  - ◆ Al Sistema Nacional de Investigadores por la beca otorgada como ayudante de investigador.
  - ◆ A la M. en C. Georgina Duarte Lisci y a la Q.F.B. Margarita Guzmán Villanueva de la USAI, de la Facultad de Química (UNAM), por el registro de los espectros de masas.
  - ◆ A los miembros del jurado por las correcciones sugeridas para lograr el mejoramiento del manuscrito de tesis.
  - ◆ Al Dr. Rogelio Gregorio Pereda Miranda por todo el tiempo dedicado a mi formación académica, por su constante interés y apoyo brindado durante la realización de esta investigación y por la beca otorgada por dos años consecutivos; a su paciencia por los trámites emitidos y a las correcciones en el trabajo escrito.
  - ◆ A la Dra. Mabel Clara Fragoso Serrano del Departamento de Farmacia, de la Facultad de Química (UNAM), por la constante asistencia técnica en los procedimientos cromatográficos, por estar pendiente de los avances de esta investigación y por todo su apoyo incondicional.
  - ◆ Al Dr. Jhon Fredy Castañeda Gómez, por su tiempo dedicado para enseñarme nuevas técnicas de trabajo, elucidación de moléculas y apoyo incondicional durante toda la investigación
-

---

## ÍNDICE

1	INTRODUCCIÓN.....	1
2	ANTECEDENTES .....	3
2.1	FAMILIA DE LAS CONVULVULÁCEAS Y EL GÉNERO <i>Ipomoea</i> . ....	4
2.2	PROPIEDADES BIODINÁMICAS DEL GÉNERO <i>Ipomoea</i> .....	6
2.2.1	CARACTERÍSTICAS QUIMIOTAXONÓMICAS DEL GÉNERO <i>IPOMOEAE</i> .....	7
2.3	<i>IPOMOEAE</i> <i>BATATAS</i> .....	10
2.4	RESINAS GLICOSÍDICAS DEL CAMOTE.....	13
3	JUSTIFICACIÓN.....	19
4	OBJETIVOS GENERALES.....	20
4.1	OBJETIVOS PARTICULARES.....	20
5	PARTE EXPERIMENTAL.....	21
5.1	FRACCIONAMIENTO PRIMARIO.....	21
5.2	DECOLORACIÓN DE LA FRACCIÓN MAYORITARIA.....	22
5.3	MÉTODOS CROMATOGRÁFICOS .....	22
5.3.1	IDENTIFICACIÓN DE LAS FRACCIONES DE TRABAJO MEDIANTE CLAE.....	23
5.3.2	ESCALAMIENTO A NIVEL PREPARATIVO.....	24
6	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	28
6.1	PURIFICACIÓN DEL COMPONENTE MAYORITARIO BMIVP6 MEDIANTE CLAR.....	28
6.2	ELUCIDACIÓN ESTRUCTURAL DEL COMPUESTO DE LA FRACCIÓN BMIVP6.....	29
6.2.1	IDENTIFICACIÓN DE FRAGMENTOS POR ESPECTROMETRÍA DE MASAS.....	29
6.2.2	ASIGNACIÓN DE SEÑALES DE RMN <sup>1</sup> H Y <sup>13</sup> C.....	31
6.2.3	CARACTERIZACIÓN DE LA SECUENCIA DE GLICOSIDACIÓN Y LAS PROPIEDADES DE ESTERIFICACIÓN DE LA MUESTRA.....	37
6.2.4	COMPARACIÓN CON LA LITERATURA.....	38
7	CONCLUSIONES.....	40
8	BIBLIOGRAFÍA.....	41

## ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura 1	Ilustración de la jalapa ( <i>Ipomoea purga</i> ).....	4
Figura 2	<i>Ipomoea tricolor</i> ( <i>Ipomoea violacea</i> ).....	5
Figura 3	Estructura de la ergosina, identificada en <i>Ipomoea argyrophylla</i> .....	7
Figura 4	Estructura de un heteropentasacárido ramificado del ácido jalapínico.....	8
Figura 5	Saponificación para la obtención del ácido glicosídico hidrofílico y los ácidos orgánicos lipofílicos.....	9
Figura 6	<i>Ipomoea batatas</i> .....	10
Figura 7	Flores de <i>Ipomoea batatas</i> .....	11
Figura 8	Variedades de las raíces tuberosas de <i>Ipomoea batatas</i> .....	12
Figura 9	Estructuras con el éster intramolecular del núcleo oligosacárido con la aglicona en la posición C-2 de la segunda unidad monosacárida (Ram). .....	17
Figura 10	Estructuras con el éster intramolecular del núcleo oligosacárido por la aglicona en la posición C-3 de la segunda unidad monosacárida (Ram).....	18
Figura 11	Estructuras de las batatinas I y II.....	18
Figura 12	Cromatograma de la muestra IV del extracto clorofórmico.....	23
Figura 13	Cromatograma del fraccionamiento secundario de la muestra IV del extracto clorofórmico separación a escala preparativa.....	25
Figura 14	Cromatopla en capa fina de los productos obtenidos a partir de la fracción IV del extracto clorofórmico .....	25
Figura 15	Purificación del pico 6 del extracto clorofórmico de la cáscara morada mediante la técnica de reciclaje.....	26
Figura 16	Segunda Purificación del pico 6 del extracto clorofórmico de la cáscara morada mediante la técnica de reciclaje.....	27
Figura 17	Espectros de masas del compuesto BMIVp6.....	30
Figura18	Espectro de RMNH <sup>1</sup> H de la fracción BMIVp6.....	31

---

Figura19 Vista parcial del espectro de RMNH $^1\text{H}$ de la fracción BMIVp6 de $\delta\text{H}$ 5.6 a 3.7.....	32
Figura 20 Vista parcial del espectro de RMH $^1\text{H}$ de la fracción BMIVp6 de $\delta\text{H}$ 8.0 a 4.7.....	32
Figura 21 Espectro de RMN $^{13}\text{C}$ de la fracción BMIVp6.....	33
Figura 22 Vista parcial del espectro HSQC del compuesto BMIVP6.....	34
Figura 23 Vista parcial del espectro COSY de la fracción BMIVP6.....	35
Figura 24 Vista parcial del espectro TOCSY de la fracción BMIVP6.....	35
Figura25 Vista parcial del espectro HMBC para la muestra BMIVP6.....	37
Figura 26 Molécula correspondiente a la intrapilosina V.....	39

---

## ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1 Usos de algunas especies del género <i>Ipomoea</i> .....	6
Cuadro 2 Clasificación botánica de <i>Ipomoea batatas</i> .....	13
Cuadro 3 Estructuras de los cinco ácidos glicosídicos constitutivos de las resinas del camote.....	14
Cuadro 4 Resultados obtenidos del fraccionamiento primario del extracto clorofórmico.....	21
Cuadro 5 Fracciones que fueron decoloradas con carbón activado.....	22
Cuadro 6 Fórmulas para calcular el escalamiento de nivel analítico a preparativo.....	24
Cuadro 7 Datos espectroscópicos en RMN $^1\text{H}$ y $^{13}\text{C}$ para la fracción BMIVp6.....	36



---

## ABREVIATURAS

$\alpha$	Valor de Rotación óptica
$\delta$	Desplazamiento químico
$[M-H]^-$	Ion molecular modo ESIE-negativo
$CH_3CN$	Acetonitrilo
$CHCl_3$	Cloroformo
CLAE	Cromatografía de Líquidos de Alta Eficiencia
COSY	Correlación espectroscópica homonuclear ( $^1H-^1H$ )
FAB <sup>-</sup>	Bombardeo rápido de átomos modalidad negativa
HMBC	Correlación heteronuclear a enlaces múltiples ( $^{13}C-^1H$ )
HSQC	Correlación espectroscópica heteronuclear a un solo enlace ( $^{13}C-^1H$ )
$J$	Constante de acoplamiento
L	Litro
MALDI	Desorción/ionización láser asistida por matriz
MeOH	Metanol
mL	Mililitros
$m/z$	Relación masa/carga
ppm	Partes por millón
mg	Miligramos
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 ( $^1H-^1H$ )

---

## 1 INTRODUCCIÓN

El descubrimiento a través del aislamiento, la purificación y la caracterización estructural de los glicolípidos constitutivos de las resinas glicosídicas de las convolvuláceas, los principios fitotóxicos de las especies empleadas en la agricultura tradicional mexicana, constituye una de las aportaciones de mayor relevancia generadas por la investigación química de este grupo de constituyentes de naturaleza oligosacárida<sup>1</sup>. Estos glicolípidos, también conocidos como lipopolisacáridos, están constituidos por un núcleo oligosacárido y la diversidad funcional de sus unidades monosacáridas, contribuye con la posibilidad de generar un sin número de derivados que incluyen disacáridos, trisacáridos, tetrasacáridos, pentasacáridos, hexasacáridos y heptasacáridos, de metilpentosas (D-fucosa, D-quinovosa y L-ramnosa) y hexosas (D-glucosa), así como dímeros constituidos por unidades de oligosacáridos los cuales están unidos mediante el establecimiento de un enlace tipo éster con el grupo carboxilo terminal de una de las agliconas<sup>2</sup>. Estos núcleos pueden ser lineales o ramificados y la secuencia de glicosidación varía dependiendo de los monosacáridos que lo conforman. La mayoría de estos oligosacáridos son derivados glicosídicos de los ácidos (11S)-hidroxihexadecanoico (jalapinólico) y el (11S)-hidroxitetradecanoico (convolvulinólico), los cuales se encuentran formando un éster macrocíclico a través de una lactonización (esterificación intramolecular) con el grupo carboxílico de la aglicona. La presencia de la estructura macrocíclica constituye un requisito esencial para la actividad biológica<sup>3</sup> ya que estos glicolípidos han demostrado diversos efectos biológicos que incluyen efectos antimicrobiano y citotóxico de posible interés terapéutico para el desarrollo de nuevos fármacos moduladores a la resistencia desarrollada por los microorganismos y células tumorales a los agentes terapéuticos<sup>4,5</sup>. También, estos metabolitos han presentado actividad espasmolítica<sup>9</sup>.

---

Sin embargo, la naturaleza química y la complejidad estructural de las resinas glicosídicas ha constituido un obstáculo que ha dificultado el aislamiento de sus constituyentes individuales 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 eficiencia (CLAE)<sup>2</sup>.

*Ipomoea batatas* es una planta rastrera con raíces tuberosas comestibles. Se ha descrito que sus hojas y raíces son eficaces para el tratamiento de la leucemia, la anemia, la hipertensión, la diabetes y las hemorragias<sup>10</sup>. Es un miembro de la familia *Convolvulaceae* de suma importancia económica para el hombre ya que es uno de los cultivos tradicionales más antiguos y valiosos originario de Mesoamérica, sembrado ampliamente en los países en vías de desarrollo<sup>11</sup>. Se destaca por su capacidad de adaptarse a condiciones adversas, por su alta productividad y tiempo de crecimiento, además de ser una especie rica en vitaminas y minerales. En muchos países, su principal uso está dado en la alimentación humana y animales (aves, conejos, ganado porcino y bovino). Se ha cultivado en forma intensiva por más de 5 000 años en México, Centro y Sudamérica<sup>12</sup>.

El presente trabajo describe los procedimientos instrumentales empleados en la cromatografía de líquidos de alta eficiencia (CLAE) que permitieron la purificación de los constituyentes mayoritarios del extracto soluble en cloroformo de la variedad morada, con el objetivo principal de establecer su estructura química intacta y, de esta manera, se evita el uso de reacciones químicas degradativas. Los resultados de los análisis químicos preliminares han demostrado que las resinas de esta especie están constituidas por tetrasacáridos, pentasacáridos y oligómeros tipo éster con un amplio espectro de polaridad que incluye constituyentes lipofílicos solubles en disolventes orgánicos apróticos (hexano, éter o cloroformo) hasta resinas polares solubles en disolventes polares próticos como el metanol<sup>7,11,13-23</sup>.

---

## 2 ANTECEDENTES

Los remedios herbolarios purgantes más utilizados en el México prehispánico y colonial incluían a varios miembros de la familia de las convolvuláceas, conocidos con el nombre de “jalapas” (raíces tuberosas purgantes), tales como la “raíz de Michoacán” o raíz de Jalapa (*Ipomoea purga*) y sus sucedáneos conocidos como las falsas jalapas: la escamonea de México (*Ipomoea orizabensis*), raíz de tumbavaquero (*Ipomoea stans*), la raíz de Tampico (*Ipomoea simulans*) y el “camote” (*Ipomoea batatas*), el cual al comerse crudo puede causar diarreas e incluso una purga moderada debido a su contenido de resinas glicosídicas, las cuales son los productos responsables de la actividad purgante de algunas especies de la familia de las convolvuláceas<sup>2,24</sup>, aunque el principal uso de *Ipomoea batatas* está dado en la alimentación. El empleo de las “jalapas” como remedio purgante fue conocido 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”<sup>4,25</sup>. Una de las ilustraciones del Códice de la Cruz–Badiano (1552) 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 1**).



**Figura 1** Ilustración del remedio herbolario azteca “Uelicpahtli” conocido en la actualidad como la raíz de Jalapa (*Ipomoea purga*), ingrediente principal en la medicina prehispánica conocida como “cacamótic tlanquiloni” (patata purgante), del herbario novohispano Códice de la Cruz–Badiano (1552) (Libellus de Medicinalibus Indorum Herbis, 1552).

## 2.1 Familia de las convolvuláceas y el género *Ipomoea*

El género *Ipomoea* pertenece a la familia *Convolvulaceae*, la cual está compuesta aproximadamente por 60 géneros y más de 1 650 especies. 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. Esta familia representa una de las más grandes y diversas de México, ya que se ha reportado que existen quince géneros y aproximadamente 217 especies, siendo el género *Ipomoea* uno de los mayoritarios conteniendo alrededor de 60 especies endémicas. El género está concentrado en las regiones subtropicales de la costa del Pacífico, distribuido desde Baja California a Chiapas con un aproximado de 100 especies y, por lo menos, 38 especies endémicas en esta zona<sup>21</sup>.

La mayoría de las plantas del género *Ipomoea* no presentan una variabilidad importante en su morfología, siendo enredaderas con tallos enroscados que alcanzan de 1 a 5 metros y flores con una corola acampanulada.

---

Existen unas cuantas especies como *Ipomoea phillomega* e *Ipomoea santillanii* que son lianas tropicales las cuales alcanzan alturas de hasta 15 metros. Otras especies como *Ipomoea imperata* e *Ipomoea pes-caprae* crecen a iguales longitudes pero han perdido su capacidad de enroscarse, creciendo de manera tendida para formar extensas cubiertas sobre arenas costeras.<sup>27</sup> Algunas especies de las zonas áridas (*Ipomoea stans*, *Ipomoea duranguensis* e *Ipomoea sescossiana*) son arbustos, leñosos y herbáceos, que crecen hasta 1 metro. La especie *Ipomoea carnea* existe como un arbusto leñoso tropical que alcanza de 2 a 4 metros de altura. Otras especies de *Ipomoea* de la serie arborescentes crecen en forma de árboles de madera suave y alcanzan de 3 a 9 metros de altura (e.g., *Ipomoea murucoides* e *Ipomoea wolcottiana*)<sup>28</sup>.

Las flores de la familia de las convolvuláceas son a menudo grandes y vistosas (**Figura 2**), son típicamente conocidas por su aspecto tubular y sus colores brillantes, generalmente con duración efímera, limitándose a las horas matinales. Este grupo de plantas representa uno de los elementos más conspicuos de la flora mexicana.



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

## 2.2 PROPIEDADES BIODINÁMICAS DEL GÉNERO *Ipomoea*

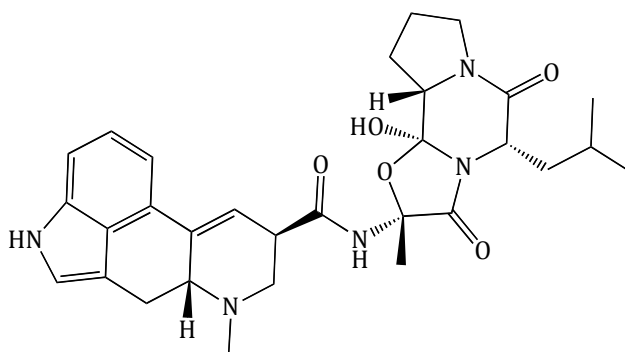
Las especies del género *Ipomoea* tiene importancia económica por sus usos alimenticios (*Ipomoea batatas*)<sup>2,7-16</sup>, ornamentales<sup>2</sup> (*Ipomoea alba*) y medicinales<sup>2,4-7</sup>, (*Ipomoea purga*, *Ipomoea orizabensis* e *Ipomoea stans*) (**Cuadro 1**). Entre los principales usos medicinales de este género destacan sus propiedades purgantes<sup>2,50</sup>, el principal exponente es la raíz de jalapa, *Ipomoea purga*. En el centro de México, la raíz de *Ipomoea stans*<sup>19</sup> se usa como catártico y, junto con la falsa jalapa (*Ipomoea orizabensis*), constituye un adulterante de la verdadera raíz de jalapa. A pesar de que el uso del género *Ipomoea* es muy antiguo y aunque comprende cerca de 500 en número, muy pocas especies han sido estudiadas desde el punto de vista farmacológico<sup>8-11</sup>.

**Cuadro 1** Usos de algunas especies del género *Ipomoea*<sup>24-30</sup>

Nombre científico	Nombre común	Parte de la planta que se utiliza	Usos
<i>I. murucoides</i>	Palo de muertos	Hojas se cuecen en agua	Baños contra la parálisis y la hidropesía
<i>I. tyrianthina</i>	Jalapa de Orizaba	Resina	Sustituto de la jalapa
<i>I. batatas</i>	Camotes	Tubérculos y partes aéreas en forma de fomentos	Tratamiento de tumores y alimento
<i>I. purga</i>	Tolómpatl (azteca), la jalapa, raíz de jalapa mexicana o de Veracruz	Tubérculos desecados y extracto acuoso	Catártico, laxante, emético, antihelmíntico, emenagogo, hidrocefalia, fiebres gastronerviosas, enteromeningitis y disentería, diurético, curar llagas y úlceras cutáneas
<i>I. violacea</i>	Tlitliltzin (azteca), badoh negro (zapotecas y chatines)	Semillas	Analgesia y alucinógena
<i>I. pes-caprae</i>	Riñonina	Infusión	Afecciones renales, contra las visceralgias, contra dolores artríticos y tratamiento de tumores <sup>26</sup>
<i>I. stans</i>	Tumba vaqueros (valle de México), soyoquilitil (Puebla), quiebra platos (Durango)	Resina de la raíz, hojas e infusiones de la raíz mezcladas con flores de limón, flor de la manita, flor de la tila, flores de magnolia y el palo de Brasil	Purgante drástico, malestares cardiacos, epilepsia e histeria, enfermedades de los riñones, trastornos biliares, insomnio, presión arterial irregular, contra el mal de San Vito, galactogogo

### 2.2.1 CARACTERÍSTICAS QUIMIOTAXONÓMICAS DEL GÉNERO *IPOMOEA*

Las especies del género *Ipomoea* sintetizan alcaloides de grupos estructurales diversos, como pirrolizidínicos<sup>42-44</sup>, alcaloides altamente tóxicos sin función terapéutica<sup>45</sup>. Los primeros alcaloides del ergot aislados en la familia de las convolvuláceas fueron la amida del ácido lisérgico, la amida del ácido isolisérgico y la chanoclavina. Un hallazgo muy importante fue la identificación en *Ipomoea argyrophylla* de alcaloides peptídicos, la ergosina (**Figura 3**) y la ergosinina<sup>46,47</sup>, los cuales también constituyen los productos metabólicos de varias especies de hongos del género *Claviceps*.

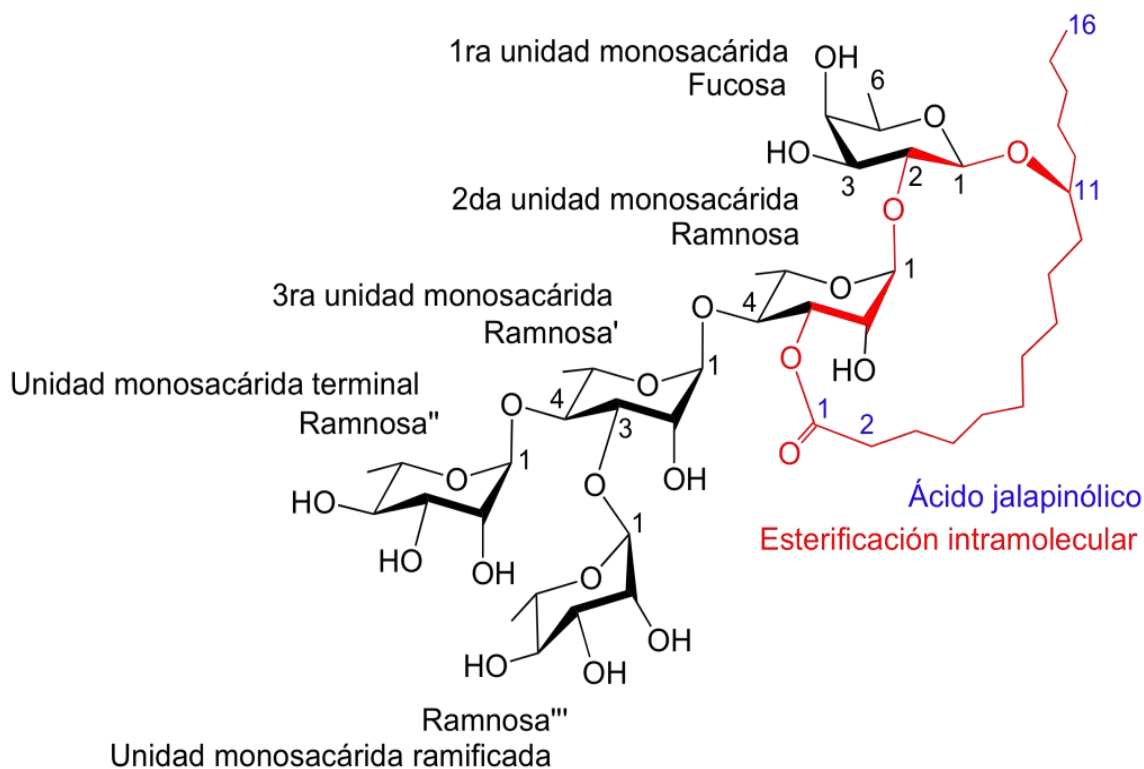


**Figura 3** Estructura de la ergosina, identificada en *Ipomoea argyrophylla*.

Uno de los rasgos anatómicos más sobresalientes del género *Ipomoea*, y de la mayoría de los miembros de la familia de las convolvuláceas, es la presencia de hileras de células secretoras de resinas glicosídicas en los tejidos foliares y en sus raíces<sup>2</sup>. Estos núcleos oligosacáridos pueden ser lineales o no lineales y la secuencia de glicosidación varía dependiendo de los monosacáridos que lo conforman, en el caso de la primera unidad monosacárida y su unidad vecina: 1→2', 1→3', 1→4' o 1→6' (hexosa) y 1→2', 1→3' o 1→4' (pentosa), respectivamente. La mayoría de estos oligosacáridos son derivados glicosídicos de los ácidos (11S)-hidroxihexadecanoico (jalapínico) y el (11S)-hidroxitetradecanoico (convolvulinico), los cuales se encuentran formando un éster macrocíclico a través de una lactonización (esterificación intramolecular) con el grupo carboxílico de la aglicona<sup>41</sup> (**Figura 4**).

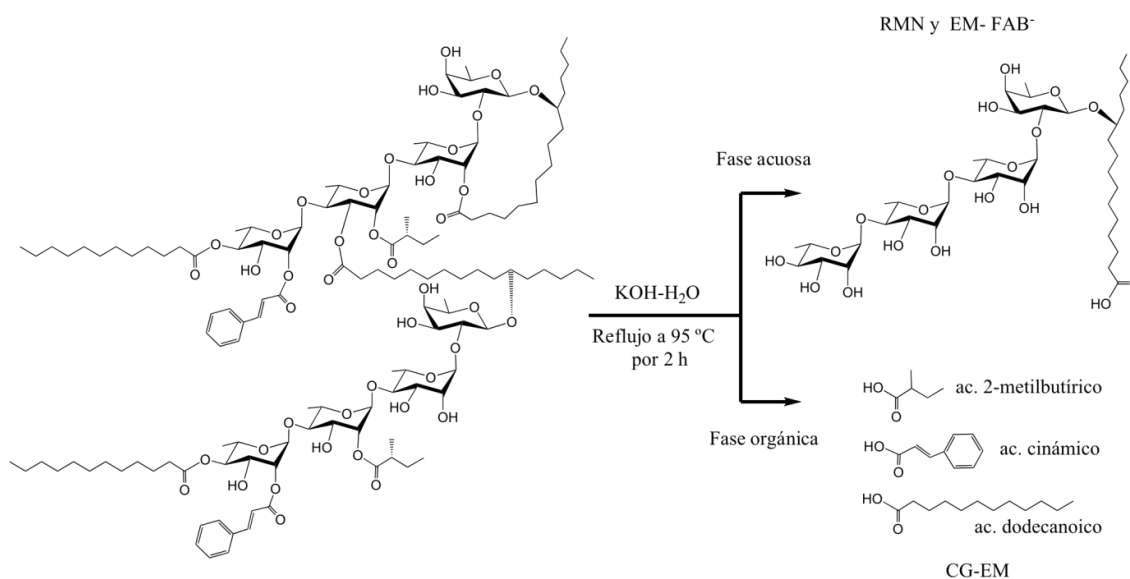


El oligosacárido del ácido jalapínico en su forma libre, sin formar el éster macrocíclico con la aglicona, se conoce como ácido glicosídico.



**Figura 4** Estructura de un heteropentasacárido ramificado del ácido jalapínico.

Estos núcleos oligosacáridos se presentan acilados formando ésteres con ácidos grasos volátiles y no volátiles. Los ácidos grasos volátiles identificados con mayor frecuencia son tíglico, metilpropiónico, metilbutírico, nílico y cinámico. Los ácidos grasos de alto peso molecular caracterizados en las especies del género *Ipomoea* incluyen a los ácidos hexanoico, octanoico, decanoico y dodecanoico<sup>4</sup>. La determinación estructural de los ácidos glicosídicos se ha realizado mediante el empleo de técnicas espectroscópicas y espectrométricas partiendo de la identificación de las dos porciones principales que se obtienen de la saponificación de éstos (**Figura 5**).



**Figura 5** Saponificación para la obtención del ácido glicosídico hidrofílico y los ácidos orgánicos lipofílicos.

Los ácidos glicosídicos obtenidos por saponificación de la resina se utilizaron como herramientas analíticas para el análisis preliminar de la molécula. La hidrólisis alcalina produce una fracción no polar (soluble en la fase orgánica), que se analiza para establecer los residuos acilantes. Las soluciones solubles en agua se extraen con *n*-BuOH y proporcionan los ácidos glicosídicos. La hidrólisis ácida de estos derivados permite la obtención de las agliconas y los monosacáridos constitutivos, los cuales se caracterizan mediante CLAE o se derivatizan con L-cisteína/sigma-SiIA para formar tiazolidinas sililadas para establecer la configuración de todos los monosacáridos como serie L para la ramnosa y la serie D para la fucosa, la quinovosa y la glucosa. La secuencia de glicosidación se ha determinado por permetilación e identificación de las unidades monosacáridas metiladas derivadas por hidrólisis ácida parcial de los polisacáridos<sup>63-64</sup>.

La cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas ha permitido la cuantificación de cada uno de los residuos que esterifican al núcleo oligosacárido<sup>32</sup>. Se utilizan los registros de resonancia magnética nuclear de los ácidos glicosídicos y sus derivados peracetilados para confirmar la secuencia de glicosilación<sup>40</sup>. La diversidad estructural de estos compuestos depende de las diferencias observadas en cuanto al tipo, al número de unidades monosacáridas que constituyen el núcleo oligosacárido y si estos

núcleos se encuentran unidos a otros núcleos oligosacáridos en forma de dímeros. También, las variaciones estructurales dependen de la secuencia de glicosilación, la posición de lactonización en el núcleo oligosacáridos, así como al tipo, el número y la posición de los ácidos grasos que se encuentran acilando al núcleo oligosacárido.

### 2.3 IPOMOEA BATATAS

*Ipomoea batatas* (L.) Lam. var. batatas es uno de los cultivos tradicionales más antiguos y valiosos, sembrado ampliamente en todo el mundo. En muchos países su principal uso está dado en la alimentación humana y como alimento para aves, conejos y ganado porcino y bovino. Es una planta rastrera con raíces adventicias, algunas de las cuales presentan tubérculos abultados (**Figura 6**).

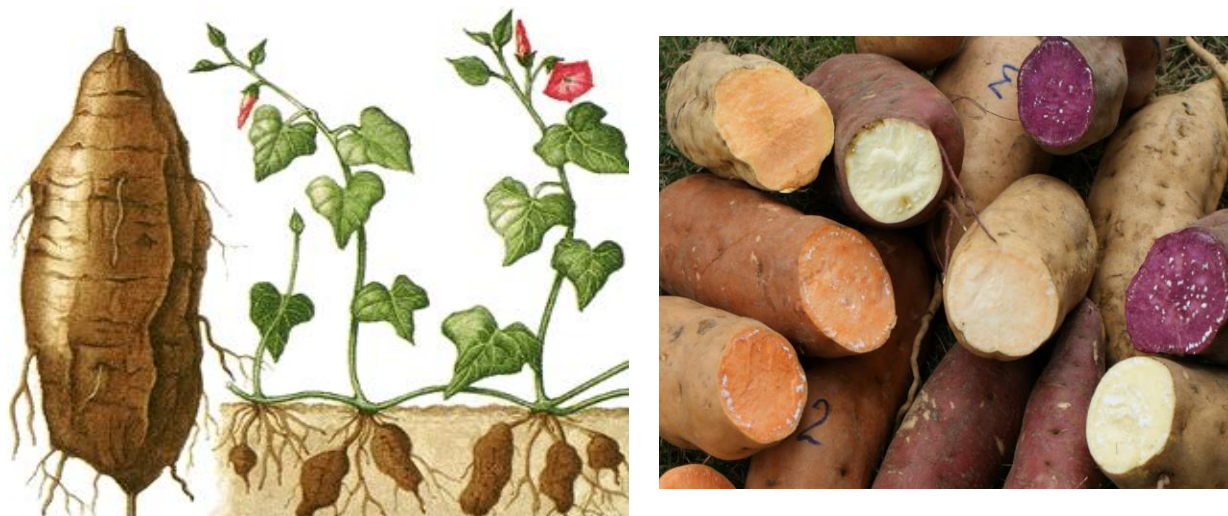


Figura 6 *Ipomoea batatas*.

Su valor nutricional por cada 100 g de tubérculo comprende en mayor proporción:

Agua .....	(74%)
Fibra.....	(1.2%)
Lípidos.....	(0.2%)
Proteínas.....	(1.2%)
Grasas.....	(0.6 g)
Carbohidratos.....	(21.5 g)
Almidones.....	(11.8 g)
Sodio.....	(41 mg)
Potasio.....	(385 mg)
Fósforo.....	(55 mg)
Calcio.....	(22 mg)
Hierro.....	(1 mg)

---

También, magnesio, cobre, zinc y cloro. Asimismo, el camote contiene vitamina C (25 mg); vitamina A (0.06 mg); vitamina B1 (0.1 mg); vitamina B2 (0.06 mg)<sup>4</sup>; vitamina B3 (52 mg)<sup>9</sup>. Se ha estudiado el valor nutricional del follaje y se ha encontrado que es muy parecido al del tubérculo. También, 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<sup>10,11,48</sup>. El camote crudo puede producir flatulencia, diarreas e incluso una purgación debido a su moderado contenido de resinas glicosídicas (ca. 1%), similares a las responsables de la actividad purgante drástica debido al alto contenido de estos principios (10-18%) de las especies del género *Ipomoea* que forman parte del complejo medicinal de las “jalapas” (*Ipomoea purga* e *Ipomoea orizabensis*, entre otras)<sup>3,32</sup>.



**Figura 7** Flores de *Ipomoea batatas*.

*Ipomoea batatas* actualmente se siembra en todo el mundo, especialmente en los países en desarrollo debido a su fácil propagación y pocos requerimientos de insumos, agua, fertilizantes y a su habilidad de crecer bajo altas temperaturas. Recientemente, se ha intensificado su producción en las zonas templadas más que en las tropicales. El camote se propaga por medio de fragmentos de guía de una longitud de 30 a 40 cm, de los cuales se entierran las dos terceras partes. En países con clima templado la propagación se hace por medio de brotes que se obtienen de camotes pequeños o medianos que previamente se han sembrado. Se sabe que el camote florece libremente

---

en zonas tropicales pero en zonas templadas la floración es reducida<sup>49</sup>, es un cultivo de zonas tropicales y subtropicales. Sus flores (**Figura 7**) 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. Es una planta herbácea, rastrera, con raíces adventicias y tuberosas (**Figura 8**), se propaga vegetativamente por segmentos de tallos y raramente por las raíces tuberosas o por semillas<sup>66</sup>.



**Figura 8** Variedades de las raíces tuberosas de *Ipomoea batatas*.

En México, se siembran las variedades con pulpa blanca, amarilla, naranja, rojiza o púrpura en dos ciclos agrícolas: el de primavera–verano y el de otoño–invierno. Se sabe que se planta prácticamente en todos los estados de la República Mexicana con una producción aproximada de 61 098 toneladas en 2 908 hectáreas, siendo los más productivos Guanajuato (27 328 toneladas) y Michoacán (10 756 toneladas). Desde 1990, se ha descrito el incremento en extensión de área cultivada en casi todos los estados con mayor producción de camote, a excepción de Guerrero, Yucatán y Michoacán, donde ha disminuido aunque su producción en toneladas va en aumento, tal vez debido a las mejores técnicas de cultivo. Lo que sorprende es el incremento en la producción de camote en los estados de “clima templado” (Chihuahua y Guanajuato), que ahora se promueve en otras condiciones y no sólo en áreas de temporal. Esto sin duda ha

permitido aumentar su rendimiento en los últimos años como en el caso de los estados de Guanajuato, Aguascalientes, México, Nayarit, Yucatán, Jalisco y Chihuahua. Por otro lado, la superficie de cultivo en los estados con clima cálido–seco, donde tradicionalmente se cultivaba, ha reducido; tal es el caso de Guerrero, Michoacán y Yucatán<sup>51</sup>.

*Ipomoea batatas* (**Cuadro 2**) 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<sup>51</sup>. Se conoce con el nombre de camote, el cual proviene del náhuatl (“camotli”) palabra que servía para nombrar a toda raíz alargada comestible,<sup>8</sup> también se conoce como batata, boniato, aje, haje, jage, moniato, batata azucarada, patata dulce, batata de Málaga, entre otros. Boniato por su parte es un término también taíno, que se aplica a las variedades más dulces en Cuba<sup>51</sup>.

**Cuadro 2** Clasificación botánica de *Ipomoea batatas*.

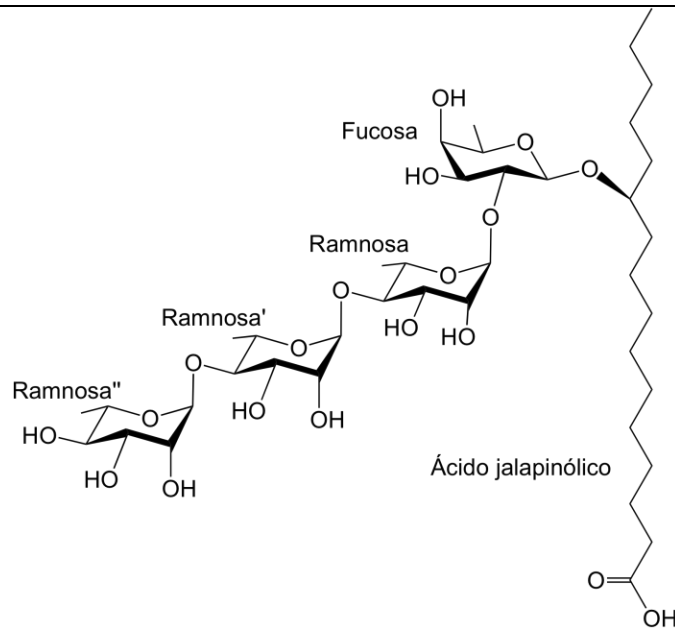
CLASIFICACIÓN BOTÁNICA	
Reino	Plantae
Filo	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Solanales
Familia	Convolvaceae
Género	<i>Ipomoea</i>
Especie	<i>Ipomoea batatas</i>
Sinónimos	<i>Convolvulus batatas</i> ; <i>Batatas edulis</i>

## 2.4 RESINAS GLICOSÍDICAS DEL CAMOTE

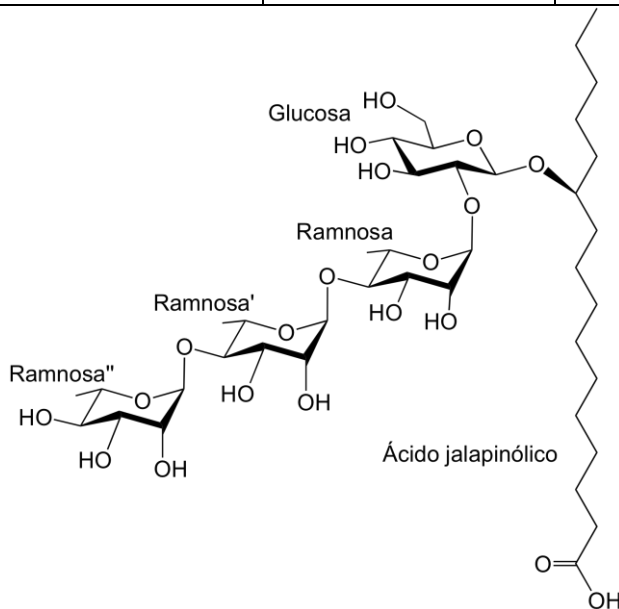
En *Ipomoea batatas* se han caracterizado cinco ácidos glicosídicos como constituyentes de los núcleos oligosacáridos; los ácidos operculínicos A, C y E, y los ácidos simónicos A y B (**Cuadro 3**).

**Cuadro 3** Estructuras de los cinco ácidos glicosídicos constitutivos de las resinas del camote; los ácidos operculínicos A, C y E, y los ácido simónico B.

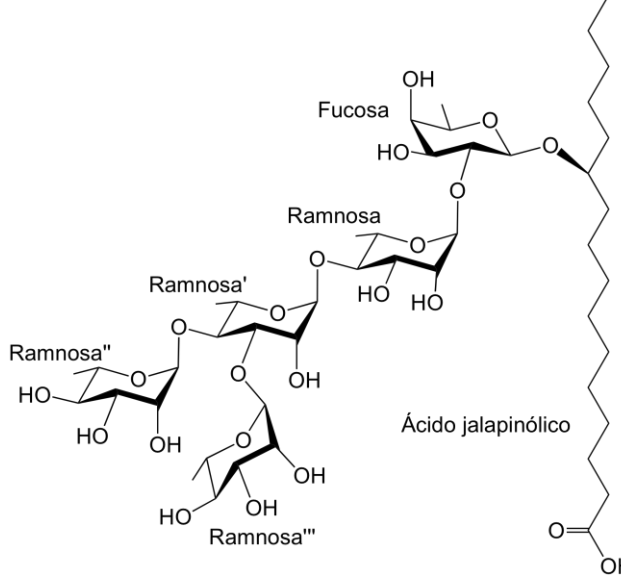
Ácido glicosídico	Nombre químico	Composición	Aislado en:
<b>ácido operculínico A</b>	[[O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 4)-O-[ $\beta$ -D-glucopiranosil-(1 $\rightarrow$ 3)]-O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopyranosil-(1 $\rightarrow$ 4)-O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 2)-6-deoxi- $\beta$ -D-galactopiranosil]oxi, del ácido (11S) hexadecanoico)	Heteropentasacárido del <b>ácido jalapínico</b> constituido por una unidad de fucosa, tres de L-ramnosa y una de D-glucosa	<i>Ipomoea operculata</i> <sup>52</sup> , <i>Ipomoea quamoclit</i> , <sup>53</sup> <i>Ipomoea mammosa</i> <sup>54</sup> , <i>Merremia hungaiensis</i> Lingelish, <sup>55</sup> <i>Ipomoea leptophylla</i> , <sup>56</sup> , <i>Ipomoea intrapilos</i> , <sup>57</sup> <i>Ipomoea stolonifera</i> , <sup>58</sup> <i>Ipomoea digitata</i> , <sup>59</sup> e <i>Ipomoea murucoides</i> <sup>37</sup> .
<b>ácido operculínico C</b>	[[O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 4)-O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 4)-O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 2)-6-deoxi- $\beta$ -D-galactopiranosil] oxi, del ácido (11S)-hexadecanoico)	Heterotetrasacárido lineal del <b>ácido jalapínico</b> compuesto por tres unidades de L-ramnosa y una de D-fucosa	<i>Merremia mammosa</i> <sup>52</sup> , <i>Ipomoea operculata</i> <sup>53</sup> , <i>Operculina macrocarp</i> <sup>58</sup> <i>Ipomoea stolonifera</i> <sup>59</sup> , <i>Ipomoea pescaprae</i> <sup>22</sup> , <i>Ipomoea murucoides</i> <sup>37</sup> .



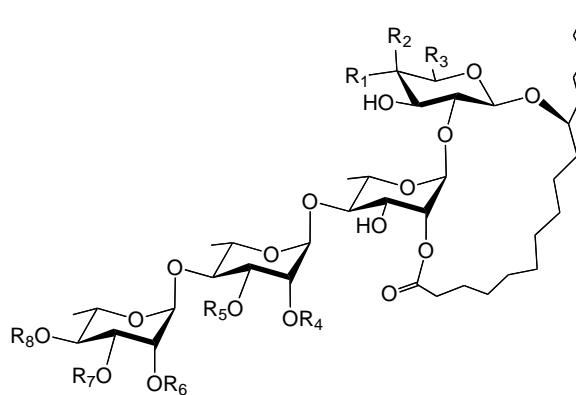
<p><b>ácido operculínico E</b></p>	<p>([O-6-deoxi-<math>\alpha</math>-L-mannopiranosil-(1→4)-O-6-deoxi-<math>\alpha</math>-L-mannopiranosil-(1→4)-O-6-deoxi-<math>\alpha</math>-L-mannopiranosil-(1→2)-<math>\beta</math>-D-glucopiranosil]oxi, del ácido (11S)-hexadecanoico)</p>	<p>Heterotetrasacárido lineal del <b>ácido jalapínico</b> compuesto por una unidad de D-glucosa tres unidades de L-ramnosa</p>	<p><i>Ipomoea operculata</i><sup>60</sup>, se ha aislado y caracterizado de <i>Ipomoea purpurea</i><sup>61-62</sup> e <i>Ipomoea murucoides</i><sup>37</sup>.</p>
------------------------------------	---	--	---





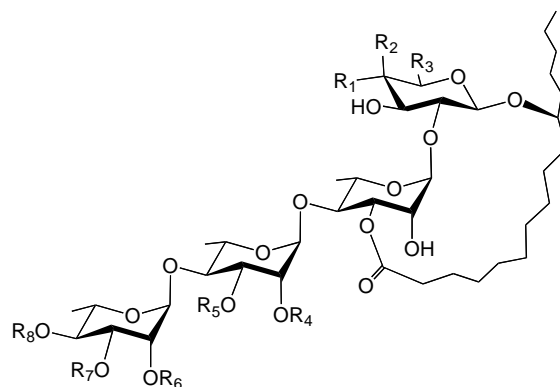
<b>ácido simónico B</b>	([O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 3)-O-[6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 4)]-O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 4)-O-6-deoxi- $\alpha$ -L-mannopiranosil-(1 $\rightarrow$ 2)- $\beta$ -D-glucopiranosil]oxi, del ácido (11S)-hexadecanoico)	Heteropentasacárido ramificado del ácido jalapínico constituido por una unidad de D-fucosa y cuatro de L-ramnosa	<i>Ipomoea murucoides</i> <sup>37</sup> , <i>Ipomoea pes-caprae</i> <sup>22</sup> , e <i>Ipomoea stolonifera</i> <sup>52</sup> .
			

Se han aislado más de 30 glicolípidos intactos a partir de las resinas glicosídicas aisladas de las raíces tuberosas del camote; las **simoninas I–V**<sup>7</sup>, **batataósidos I–II**<sup>9</sup>, **batatinósidos I–V**<sup>6</sup>, **batatósidos A–P**<sup>10</sup>, **batatósidos II–VI**<sup>8</sup>, los dímeros de tipo éster las **batatinas III–VI**<sup>16</sup>. También, se han reportado las **pescapreínas I y VII**<sup>22</sup>, previamente aisladas de *Ipomoea pes-caprae*, así como la **murucoidina I**<sup>37</sup>, aislada de *Ipomoea murucoides*.



Compuesto	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	R <sub>8</sub>
Simonina I	H	OH	CH <sub>3</sub>	Deca	H	Cna	H	Deca
Simonina II	OH	H	CH <sub>2</sub> OH	Mba	Ram	H	H	Dodeca
Simonina III	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	H	Dodeca
Simonina IV	H	OH	CH <sub>3</sub>	Deca	Ram	H	H	Dodeca
Simonina V	H	OH	CH <sub>3</sub>	Octa	Ram	H	H	Dodeca
Batatósido II	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	Cna	Iba
1	H	OH	CH <sub>3</sub>	Deca	H	H	H	Dodeca
2	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	Cna	H	Iba
3	H	OH	CH <sub>3</sub>	Iba	Ram	Cna	H	Deca
4	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	Cna	H	Dodeca
Batatósido III	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	Cna	Mba
Batatósido D	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	Cna	Dodeca
Batatósido E	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	Cna	H	Dodeca
Batatósido F	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	Cna	Dodeca	H
Batatósido G	H	OH	CH <sub>3</sub>	Dodeca	Ram	H	Cna	Aa
Batatósido H	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Glu	H	Cna	Dodeca
Batatósido I	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Glu	Cna	H	Dodeca
Batatósido J	OH	H	CH <sub>2</sub> OH	Dodeca	H	Cna	H	Deca
Batatósido K	OH	H	CH <sub>2</sub> OH	H	Mba	Cna	H	Dodeca
Batatósido L	OH	H	CH <sub>2</sub> OH	Mba	H	Cna	H	Dodeca
Batatósido M	OH	H	CH <sub>2</sub> OH	Dodeca	Ram	Cna	H	Mba
Batatósido N	OH	H	CH <sub>2</sub> OH	Mba	Ram	H	Cna	Iba
Batatósido O	H	OH	CH <sub>3</sub>	Iba	Ram	Cna	H	Dodeca
Batatósido P	H	OH	CH <sub>3</sub>	Deca	Ram	Cna	H	Iba
Batatinósido V	H	OH	CH <sub>3</sub>	Deca	Ram	H	H	H
Ipomotaósido A	H	OH	CH <sub>3</sub>	H	Deca	Cna	H	Dodeca
Ipomotaósido B	H	OH	CH <sub>3</sub>	Dodeca	H	Cna	H	Dodeca

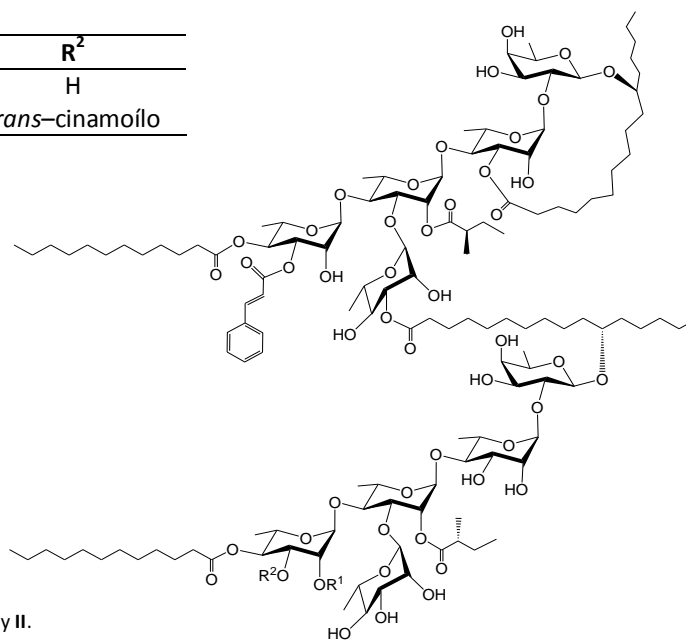
Figura 9 Estructuras con el éster intramolecular del núcleo oligosacárido con la aglicona en la posición C-2 de la segunda unidad monosacárida (Ram). Abreviaciones: Glu= glucosa; Ram= ramnosa; Aa= acetilo; Iba= 2-metil propanoilo; Mba= 2-metilbutanoilo; Octa= octanoilo; Deca= decanoilo; Dodeca= dodecanoilo; Cna= *trans*-cinamoilo.



Compuesto	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	R <sub>7</sub>	R <sub>8</sub>
Batatósido I	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	Cna	Iba
Batatinósido I	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	Cna	Dodeca
Batatinósido II	H	OH	CH <sub>3</sub>	H	Deca	H	H	H
Batatinósido III	H	OH	CH <sub>3</sub>	H	H	H	H	Dodeca
Batatinósido IV	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	H	Dodeca
Batatósido IV	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	H	H	H
Batatósido V	H	OH	CH <sub>3</sub>	Dodeca	Ram	Cna	H	Deca
Batatósido A	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	Cna	Iba	H
Batatósido B	H	OH	CH <sub>3</sub>	Ba	Ram	H	Cna	Iba
Batatósido C	H	OH	CH <sub>3</sub>	Mba	Ram	Cna	Dodeca	H
Ipomotaósido C	H	OH	CH <sub>3</sub>	Deca	H	Cna	H	Dodeca
Ipomotaósido D	H	OH	CH <sub>3</sub>	H	Deca	Cna	H	Dodeca

**Figura 10** Estructuras con el éster intramolecular del núcleo oligosacárido con la aglicona en la posición C-3 de la segunda unidad monosacárida (Ram). Abreviaciones: Ram= ramnosa; Iba= 2-metilpropanoilo; Mba= 2-metilbutanoilo; Ba= butanoilo; Deca= decanoilo; Dodeca= dodecanoilo; Cna= *trans*-cinamoilo

Batatina	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>
I	<i>trans</i> -cinamoilo	H
II	H	<i>trans</i> -cinamoilo



**Figura 11.** Estructuras de las batatinas I y II.

---

### 3 JUSTIFICACIÓN

Las resinas glicosídicas, biosintetizadas por los miembros de la familia de las convolvuláceas, representan uno de los principales marcadores quimiotaxonómicos de estas especies y constituyen un conjunto de metabolitos secundarios de posible interés para el desarrollo de nuevos agentes terapéuticos por sus propiedades citotóxicas<sup>4</sup>, antimicrobianas<sup>38</sup> y purgantes<sup>3</sup>. Por lo tanto, la especie mexicana del género *Ipomea batatas* fue seleccionada para dar continuidad a la investigación química y ampliar el conocimiento sobre la diversidad estructural de las resinas glicosídicas de las convolvuláceas.

---

## 4 OBJETIVOS GENERALES

Implementar condiciones instrumentales en la cromatografía líquida de alta eficiencia (CLAE) para desarrollar una metodología analítica que permita la separación y la purificación de los constituyentes individuales de naturaleza oligosacárida a partir de las resinas glicosídicas presentes en los extractos lipofílicos de *Ipomoea batatas*.

Determinar la estructura molecular de los constituyentes oligosacáridos presentes en las resinas glicosídicas de *Ipomoea batatas* mediante la aplicación de métodos espectroscópicos (resonancia magnética nuclear) y espectrométricos (EM-FAB, EM-ESI y EM-MALDI-TOF) con el propósito de ampliar el conocimiento relacionado con la diversidad estructural de estos metabolitos.

### 4.1 Objetivos particulares

- Realizar la extracción de las resinas glicosídicas del tallo del material vegetal de *Ipomea batatas*.
- Llevar a cabo el fraccionamiento del extracto resinoso mediante cromatografía en columna abierta.
- Buscar las condiciones adecuadas en CLAE que permitan la separación adecuada de los componentes presentes.
- Llevar a cabo la purificación de ácido glicosídico constitutivo del material resinoso aislado, utilizando métodos cromatográficos de alta resolución CLAE en fase reversa.
- Caracterizar la estructura del núcleo oligosacárido de por lo menos una de las resinas glicosídicas de *Ipomea batatas* mediante el análisis espectroscópico.

## 5 PARTE EXPERIMENTAL

### 5.1 FRACCIONAMIENTO PRIMARIO

Se realiza una extracción de material del tallo del material vegetal *Ipomea batatas* por 15 días del cual se obtiene 36.74 g de extracto clorofórmico concentrado. Posteriormente se realizó una cromatografía en columna abierta, utilizando una columna de 80 cm de largo y 9.5 cm de diámetro empacada con gel de sílice 60 Merck F<sub>54</sub> 0.063-200 mm para realizar el fraccionamiento primario del extracto clorofórmico obtenido del tallo. El análisis de la homogeneidad de cada una de las fracciones obtenidas se realizó mediante la cromatografía en capa fina, utilizándose cromatoplasmas de gel de sílice 60 F<sub>54</sub> sobre aluminio. Las cromatoplasmas después de eluidas se revelaron con un agente cromógeno (mezcla H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – sulfato cérico) y se desarrolló el color por calentamiento sobre una parrilla a una temperatura de 35°C. Se inició el fraccionamiento primario con el proceso de elución con hexano, posteriormente se incrementó gradualmente la polaridad con las fases móviles de sistemas de elución constituidos por hexano-CHCl<sub>3</sub>, CHCl<sub>3</sub>, CHCl<sub>3</sub>-Me<sub>2</sub>CO, CHCl<sub>3</sub>-Me<sub>2</sub>CO-MeOH y MeOH. Este proceso generó un conjunto de 12 fracciones primarias (**Cuadro 4**), conteniendo cinco de éstas las mezclas de glicolípidos nombradas como fracciones **I**, **II**, **III**, **IV** y **V**, respectivamente.

**Cuadro 4** Resultados obtenidos del fraccionamiento primario. Se indica en letras negritas las fracciones que revelaron con sulfato cérico para identificar la presencia de resinas.

Eluato	Fase móvil	Proporción	Reunión	Fracción	Peso
1	Hexano	100%	1-2	A	
2-15	Hexano-CHCl <sub>3</sub>	1:1	3-11	B	
16-30	Hexano-CHCl <sub>3</sub>	3:7	12-22	C	
31-40	CHCl <sub>3</sub>	100%	23-38	D	
41-45	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> -Me <sub>2</sub> CO	9:1	39-47	E	
46-60	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> -Me <sub>2</sub> CO	7:3	48-53	F	
61-75	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> -Me <sub>2</sub> CO -MeOH	7:3:0.5	54-61	<b>I</b>	1.9504 g
76-86	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> -Me <sub>2</sub> CO -MeOH	7:3:1	63-69	<b>II</b>	4.1600 g
87-97	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> -Me <sub>2</sub> CO -MeOH	7:1:3	70-85	<b>III</b>	6.6815 g
98-102	Me <sub>2</sub> CO -MeOH	1:1	86-100	<b>IV</b>	9.0109 g
103-107	Me <sub>2</sub> CO -MeOH	3:7	101-107	<b>V</b>	1.5043 g
108-115	MeOH	100%	108-115	G	

## 5.2 TRATAMIENTO CON CARBÓN ACTIVADO DE LA FRACCIÓN MAYORITARIA

Se disolvió en la mínima cantidad de disolvente la fracción rica en resinas glicosídicas; se agregó carbón activado y se colocó en agitación por 2 hrs. La solución se filtró con un embudo Büchner con una cama de celita; el filtrado pasó nuevamente por el mismo proceso cuatro veces más. Se compararon las fracciones decoloradas con la original por CCF.

Cuadro 5 Fracción decolorada con carbón activado.

Fracción decolorada	Extracto proveniente	Peso inicial	Peso después de la decoloración
Fracción IV	Extracto Clorofórmico cáscara morada	9.0109 g	8.6458 g

## 5.3 Métodos cromatográficos

Las separaciones que utilizaron la cromatografía líquida de alta eficiencia (CLAE) se realizaron empleando columnas de fase reversa C-18, las cuales han sido descritas en la literatura para la purificación de los glicolípidos constituyentes de las resinas glicosídicas.<sup>2,10-11</sup>

- Columna analítica de fase reversa Symmetry C-18 (4.6 × 250mm, 5 µm).
- Columna preparativa de fase reversa Symmetry C-18 (19 × 300mm, 7 µm).

La instrumentación consistió de una bomba Waters 600 (Millipore Corp., Waters Chromatography Division, Milford, MA, USA) y un refractómetro de índice de refracción Waters 410 acoplados 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 v.2 (Waters). Una válvula de reciclaje de muestra se adaptó al sistema cromatográfico. Cada fase móvil se liberó de impurezas sólidas a través de filtración por una membrana Millipore de polipropileno hidrofílico de 0.45 µm, conectado al vacío. Posteriormente, la fase móvil se desgasificó por

desplazamiento del aire mediante un sistema de helio a una velocidad de 10 mL/min durante 20 minutos. Todas las muestras de prueba se disolvieron en MeOH para su posterior inyección en el equipo de CLAE.

### 5.3.1 IDENTIFICACIÓN DE LA FRACCIÓN DE TRABAJO MEDIANTE CLAE

Se realizaron pruebas a nivel analítico de **la fracción IV (Cuadro 4)**, mediante una columna fase reversa C-18 con dos sistemas de detección; en el UV ( $\lambda = 240 \text{ nm}$ ) y en el índice de refracción. Se encontró un sistema cromatográfico adecuado constituido de una fase móvil con un sistema de elución binario constituido por MeOH-CH<sub>3</sub>CN y en el detector de índice de refracción.

- Columna Symmetry C-18, tamaño de partícula 5 $\mu\text{m}$ ; 4.6 mm de diámetro interno x 250 mm de longitud (Waters)
- Fase móvil: MeOH:CH<sub>3</sub>CN (7:3)
- Flujo: 0.4 mL/min
- Detector: índice de refracción (sensibilidad 128 RIU)
- Concentración de la muestra: 1 mg/mL
- Volumen de inyección: 10  $\mu\text{L}$

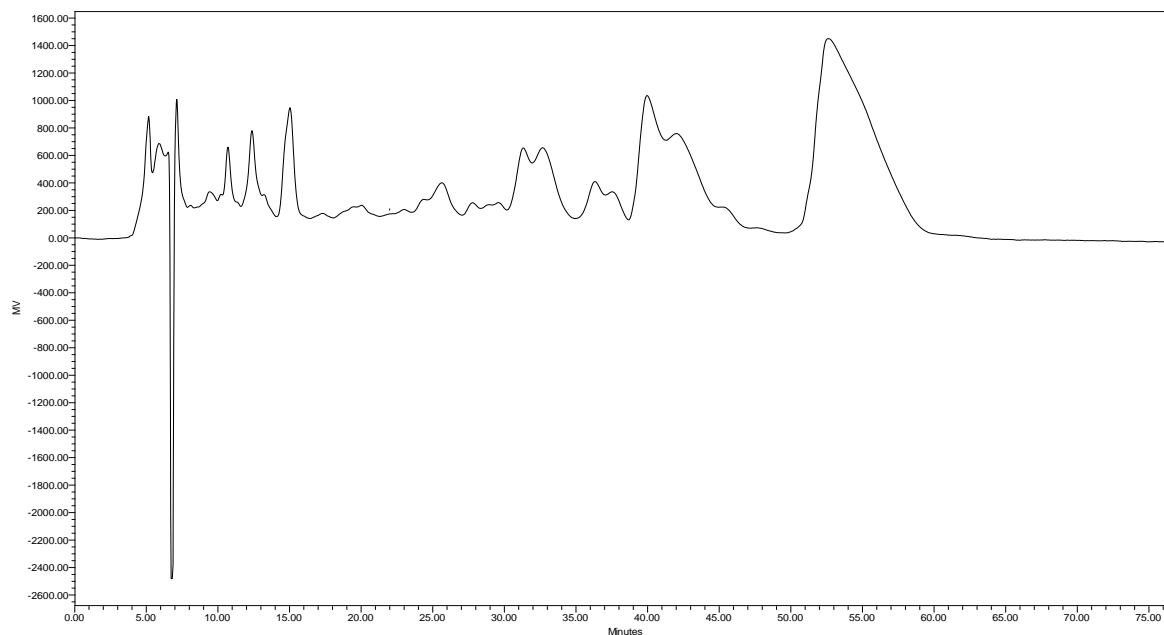


Figura 12 Cromatograma de la Fracción IV de *Ipomea batatas*.



### 5.3.2 ESCALAMIENTO A NIVEL PREPARATIVO

Una vez encontradas las condiciones analíticas de trabajo, se procedió a realizar los cálculos correspondientes para el escalamiento a nivel preparativo como se ilustra en el cuadro 6:

**Cuadro 6** Fórmulas para calcular el escalamiento a nivel analítico y preparativo.

<b>Masa a Inyectar:</b>	<b>Flujo a utilizar:</b>
$M_p = M_a \times \frac{L_p}{L_a} \times \frac{d_p^2}{d_a^2}$	$F_p = F_a \times \frac{L_p}{L_a} \times \frac{d_p^2}{d_a^2}$
M <sub>p</sub> = Masa a inyectar columna preparativa	L <sub>a</sub> =Longitud de columna analítica
M <sub>a</sub> =Masa inyectada previamente a nivel analítico	L <sub>p</sub> =Longitud de columna preparativa
F <sub>p</sub> =Flujo a nivel preparativo	d <sub>p</sub> =diámetro de la columna preparativa
F <sub>a</sub> =Flujo a nivel analítico	d <sub>a</sub> =diámetro de la columna analítica

El fraccionamiento por CLAE se realizó en una columna preparativa C-18 empleando la técnica de sobrecarga de columna y corte de núcleo hasta agotar las muestras problemas y reunir cantidades suficientes de sus constituyentes. Las condiciones instrumentales a nivel preparativo fueron las siguientes:

- Columna de fase reversa Symmetry C-18 (19 × 300mm, 7 μm)
- Fase móvil: MeOH:CH<sub>3</sub>CN (7:3)
- Flujo: 8.79 mL/min
- Detector: índice de refracción (sensibilidad 256 RIU)
- Concentración de la muestra: 100 mg/mL
- Volumen de inyección: 500 μL

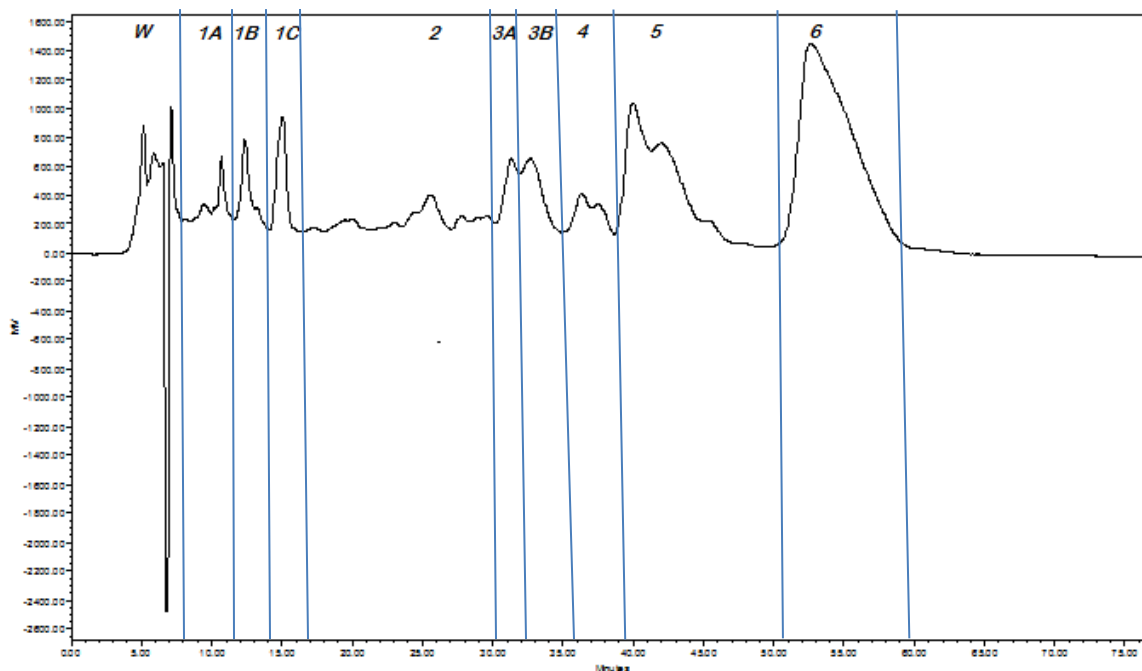


Figura 13 Cromatograma del fraccionamiento secundario la muestra IV extracto clorofórmico para separación.

Fracciones reveladas con sulfato cérico y que corresponden al fraccionamiento secundario de la fracción IV.

Se obtienen las siguientes cantidades de los cortes:

Pico 3A= 0.01464 g

Pico 4= 0.02781 g

Pico 5=0.04382 g

Pico 6=0.12363 g

Rf= 0.53cm

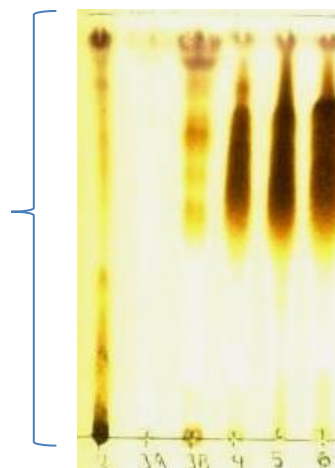
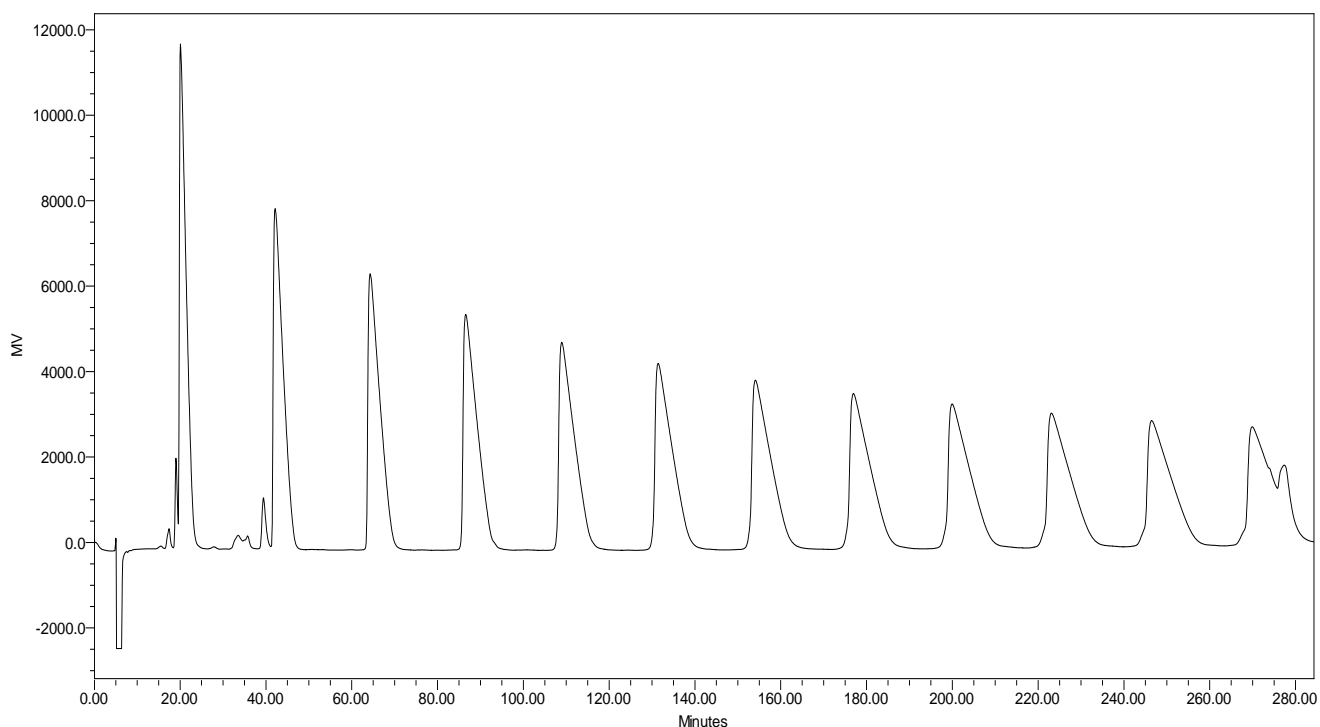


Figura 14 Cromatopla en capa fina de los productos obtenidos a partir de la fracción IV.

Se realizó la purificación del pico mayoritario identificado como pico 6, asignándole la clave **BMIVp6**. Este proceso se realizó mediante la técnica de sobre carga de columna y corte de núcleo (**Figura 15**), empleando la válvula de reciclaje que se encuentra adaptada al sistema cromatográfico.<sup>39</sup>

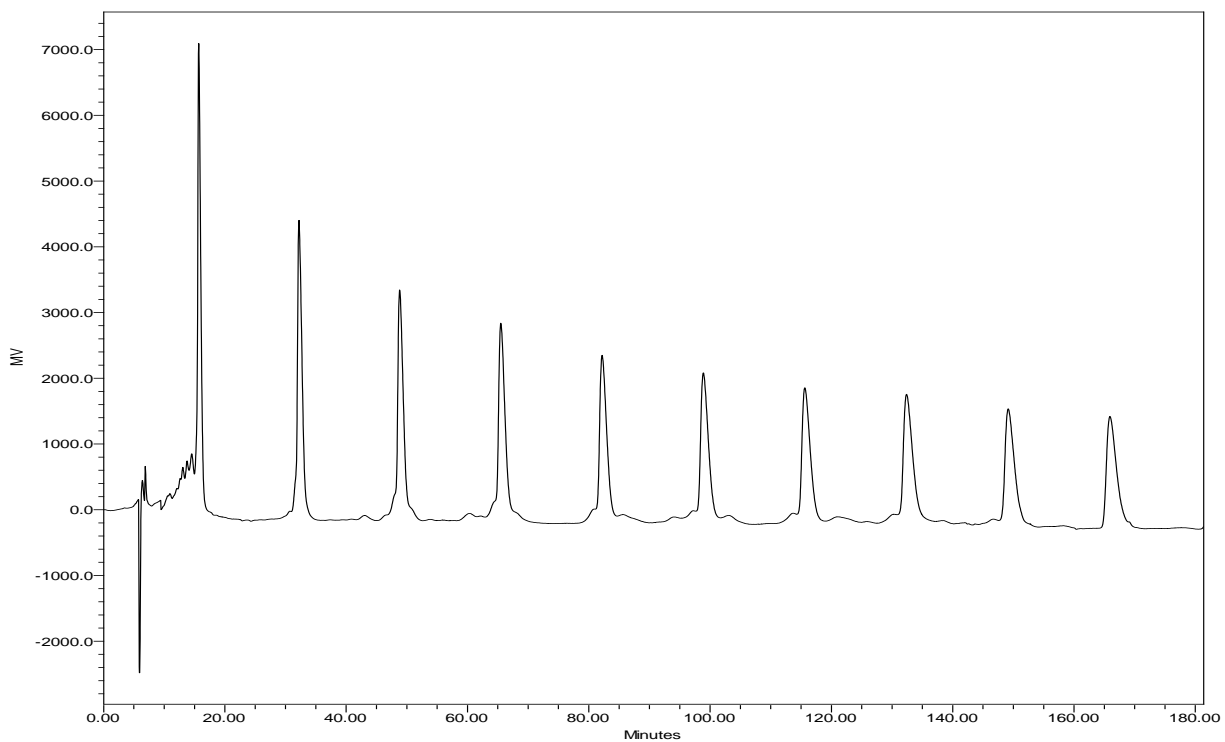
La fracción BMIVp6 se sometió a un doble reciclaje, para garantizar la pureza del compuesto aislado, con un tiempo de retención ( $t_R$ ) de 20 min aproximadamente para el primer reciclaje, constando de 12 ciclos de reciclaje como se muestra en la **Figura 15**. De esta fracción se obtuvo un total de 76 mg. Posteriormente, se colectó el pico de interés una vez que se eliminaron las impurezas mediante un segundo reciclaje para el cual se aumentó el flujo de la fase móvil a 10 mL/min minimizando, de esta forma, el tiempo de reciclaje. Se dejó pasar por la columna durante 10 ciclos como se ilustra en la **Figura 16**. Posteriormente, el producto se concentró a presión reducida para obtener 61 mg del compuesto puro y poder analizarlo mediante técnicas espectroscópicas.

Muestra: **BMIVp6** (primer reciclaje)



**Figura 15** Separación del pico 6 mediante la técnica de reciclaje, empleando el detector de índice de refracción, flujo de 9.5 mL/min, con MeOH como fase móvil.

Muestra: **BMIVp6** (segundo reciclaje)



**Figura 16** Purificación del pico 6 mediante la técnica de reciclaje, empleando el detector de índice de refracción, flujo de 10 mL/min, con MeOH como fase móvil.

---

## 6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se llevó a cabo el fraccionamiento primario del extracto clorofórmico del tubérculo de *Ipomea batatas*. Utilizando como una muestra estándar al batatinósido V para verificar la presencia de los compuestos de interés, es decir las resinas glicosídicas. Se obtuvieron cinco fracciones (I-V) que revelaron con una coloración amarillo-parduzca mediante el empleo de sulfato cérico/ácido acético en calentamiento. Se seleccionó la fracción mayoritaria IV que concentró las resinas.

### 6.1 PURIFICACIÓN DEL COMPONENTE MAYORITARIO BMIVP6 MEDIANTE CLAR

La separación por columna abierta no representa una metodología adecuada para la separación de resinas, debido a la similitud estructural entre los diferentes glicolípidos que forman parte de la mezcla presente en la fracción primaria IV. Es necesario un método que permita la aplicación de la cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR) como medio de separación y purificación, obteniendo primero las condiciones instrumentales adecuadas a nivel analítico y realizando el escalamiento a nivel preparativo de las condiciones óptimas para llevar a cabo la separación y la purificación del compuesto de interés.

Por ello se empleó una columna Symmetry C-18 preparativa (ver página 23, sección 5.3.1, parte experimental) que presentó una buena resolución observándose varios picos que fueron reunidos en seis fracciones secundarias y se procedió a la purificación del pico mayoritario presente en la fracción 6 con un  $t_R = 50$  min (**Figura 13**). De esta forma, la complejidad de la muestra permitió el desdoblamiento de los picos de menor tiempo de retención y eliminarlos mediante la técnica de corte de núcleo.

La fase móvil que mejor resolvió la muestra fue MeOH (100%) que permitió una disminución del tiempo de retención a 20 min para el componente BMIVP6. De esta forma, se procedió a reciclar la subfracción BMIVp6 (**Figura 15**) para eliminar impurezas. Se sometió nuevamente a un segundo reciclaje para optimizar la purificación (>99%) del compuesto, como se muestra en la **Figura 16**.

---

## 6.2 ELUCIDACIÓN ESTRUCTURAL DEL PRODUCTO BMIVp6

### 6.2.1 IDENTIFICACIÓN DE FRAGMENTOS POR ESPECTROMETRÍA DE MASAS

Se utilizó la técnica de EM-FAB en su modalidad negativa, dada la naturaleza de estos compuestos, se determinó que el ion para la molécula desprotonada corresponde a un valor de  $m/z$  de 1438  $[M-H]^-$  (**Figura 17**), además se reporta el fragmento con  $m/z$  de 1308 que corresponde a la pérdida del residuo *trans*-cinamoilo ( $C_9H_6O^-$ ) con diferencia de 130 unidades de masa con respecto al ion de  $m/z$  1438; el fragmento de  $m/z$  1308 que corresponde a la pérdida del residuo dodecanoilo ( $C_{12}H_{22}O$ ) con una diferencia de 182 unidades de masa con respecto al peso de ion de  $m/z$  1126; el fragmento de  $m/z$  417 que corresponde a la pérdida del residuo metilpentosa ( $C_6H_{10}O$ ) con una diferencia de 146 unidades de masa con respecto al peso de ion de  $m/z$  271; el fragmento de  $m/z$  838 que corresponde a la pérdida del residuo metilpentosa ( $C_6H_{10}O$ ) con una diferencia de 146 unidades de masa con respecto al peso de ion de  $m/z$  692; el fragmento de  $m/z$  692 que corresponde a la pérdida del residuo metilpentosa ( $C_6H_{10}O$ ) con una diferencia de 146 unidades de masa con respecto al peso de ion de  $m/z$  546; el fragmento de  $m/z$  710 que corresponde a la pérdida del residuo metilpentosa ( $C_6H_{10}O$ ) con una diferencia de 146 unidades de masa con respecto al peso de ion de  $m/z$  564; el fragmento de  $m/z$  1126 que corresponde a la pérdida del residuo hexosa ( $C_6H_{12}O$ ) con una diferencia de 162 unidades de masa con respecto al peso de ion de  $m/z$  964. El espectro de masas correspondiente a estos registros se ilustra en la **Figura 23**.

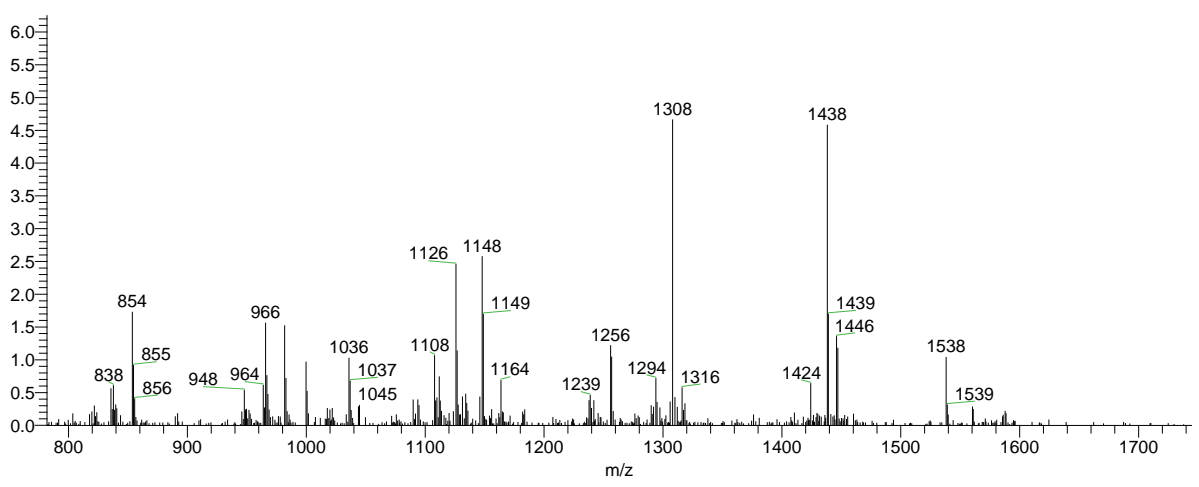
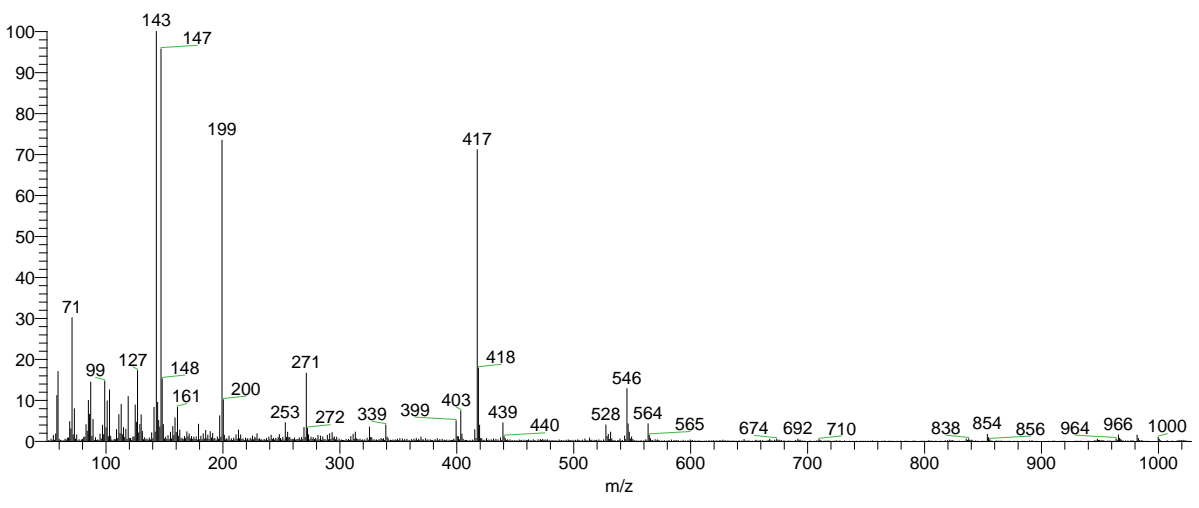
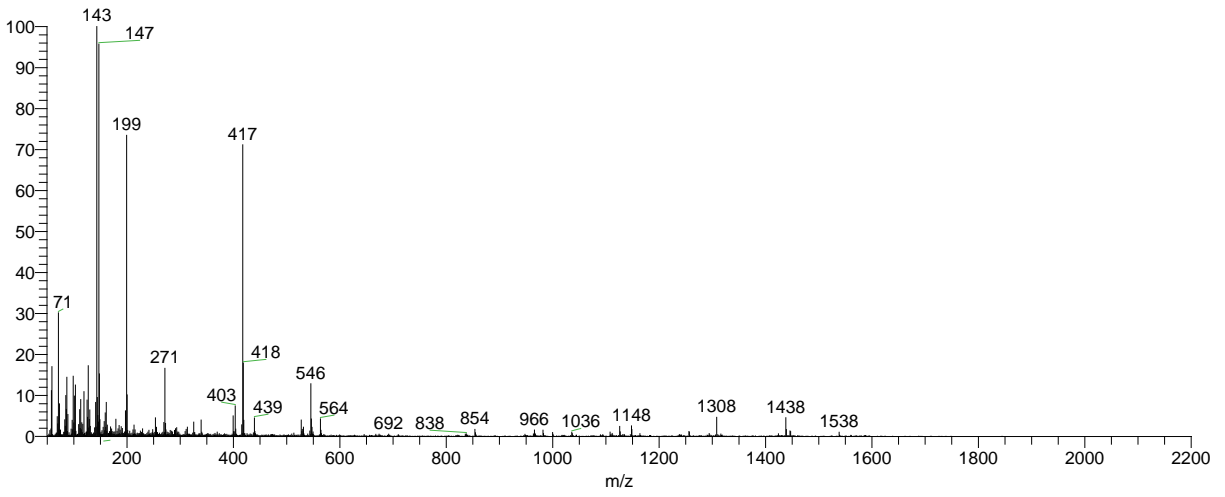
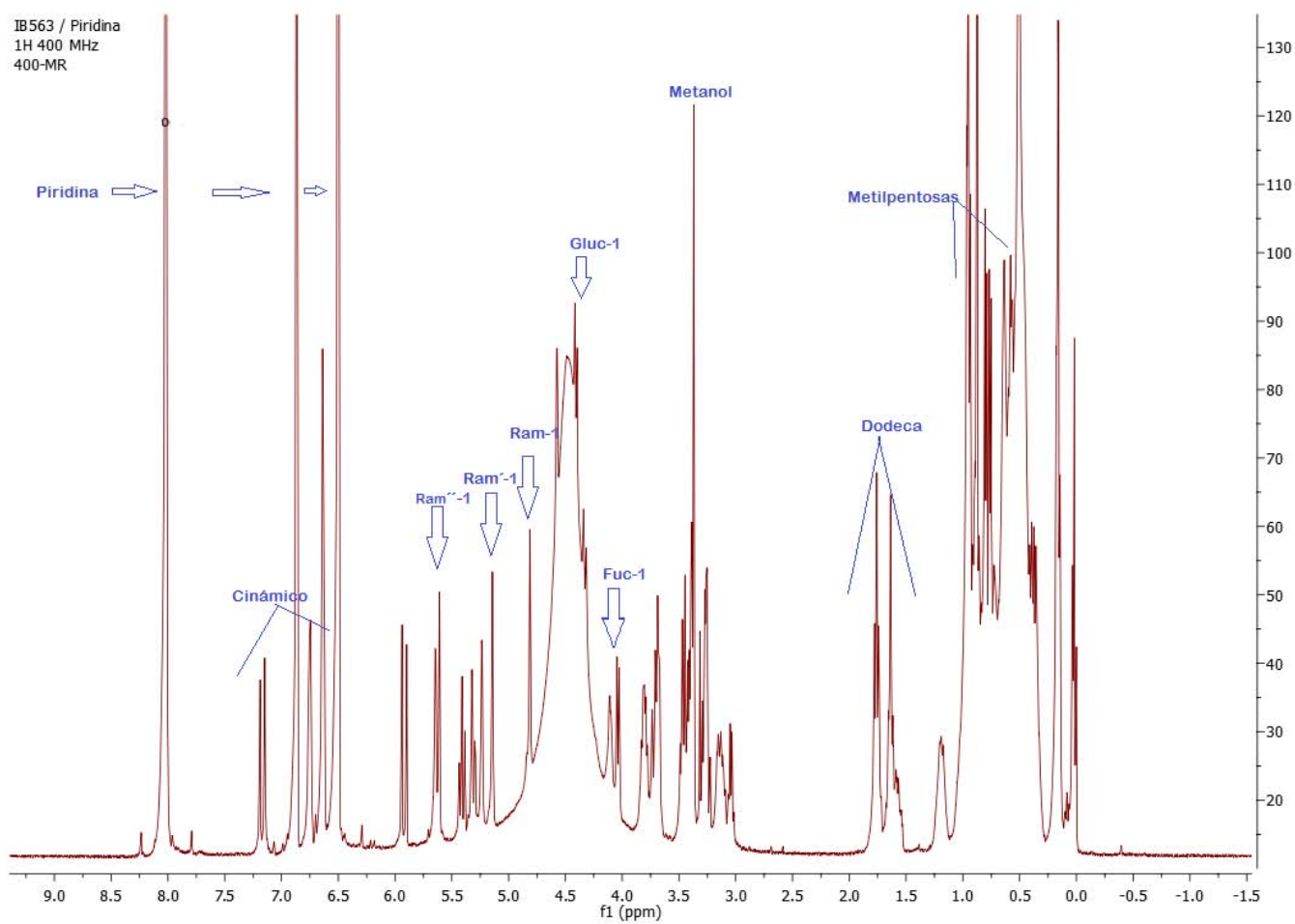


Figura 17 Espectro de masas compuesto BMIVp6

## 6.2.2 ASIGNACIÓN DE SEÑALES DE RMN $^1\text{H}$ Y $^{13}\text{C}$

La asignación de las señales de RMN  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  se resume en el **Cuadro 7**, se llevó a cabo mediante el análisis de los espectros unidimensionales de  $^1\text{H}$  (**Figura 25**), así como de  $^{13}\text{C}$  (**Figura 26**); además del uso de los espectros bidimensionales homonucleares (COSY y TOCSY) y heteronucleares (HMBC y HSQC).



**Figura 18** Espectro de RMN  $^1\text{H}$  del producto BMIVp6.



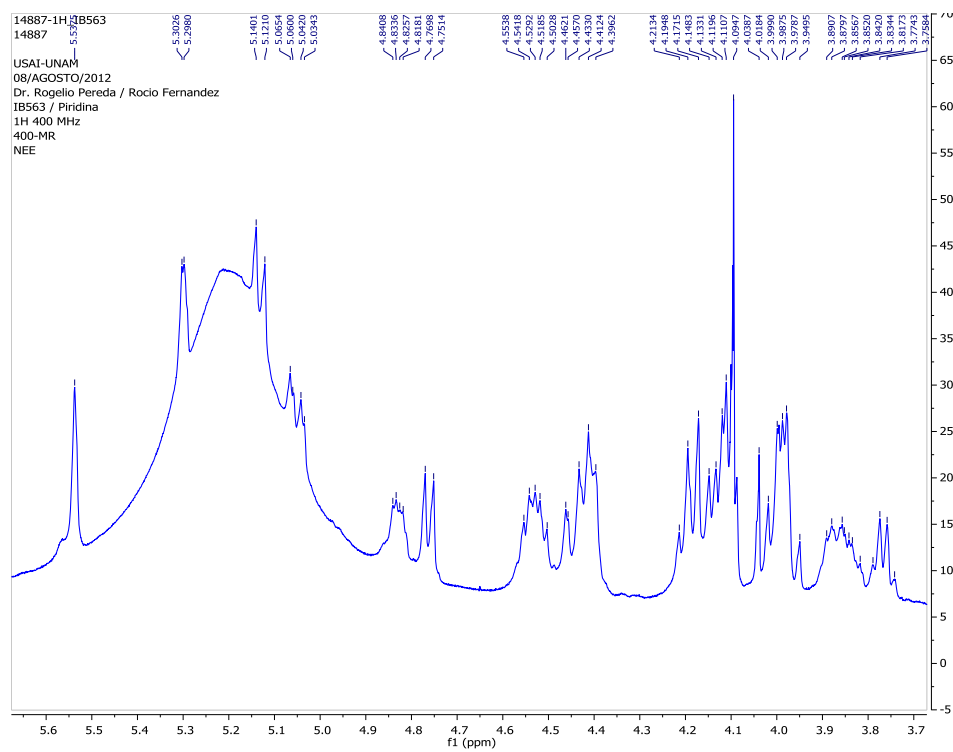


Figura 19 Vista parcial del espectro de RMH  $^1\text{H}$  del producto BMIp6 ( $\delta\text{H}$  5.6 a 3.7 ppm).

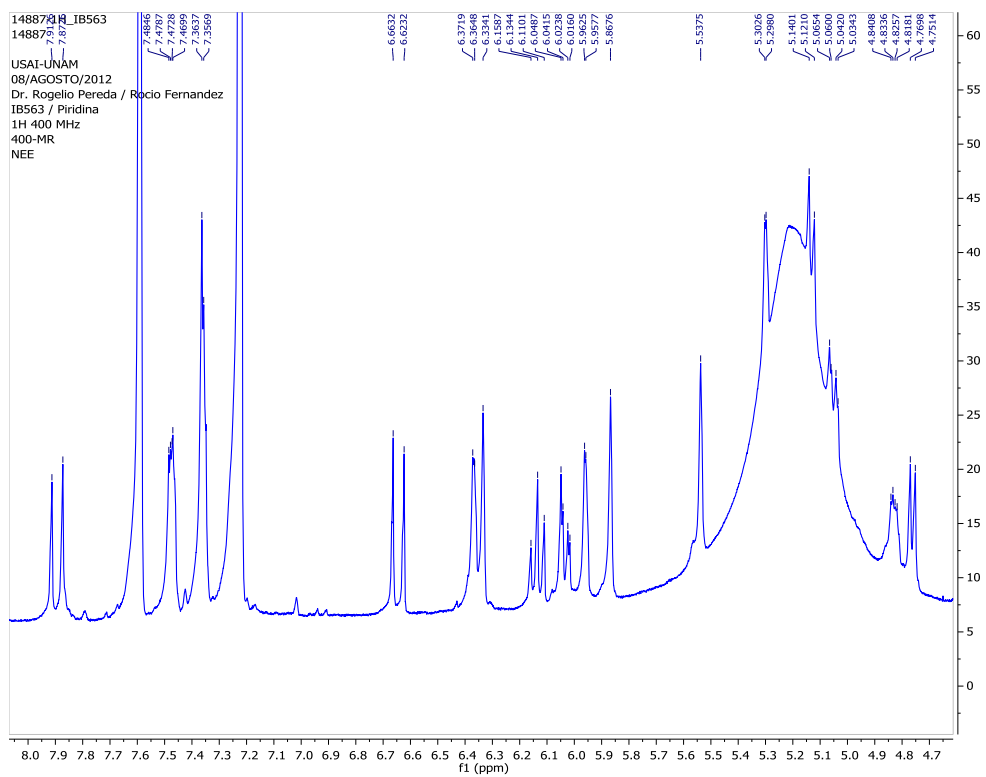
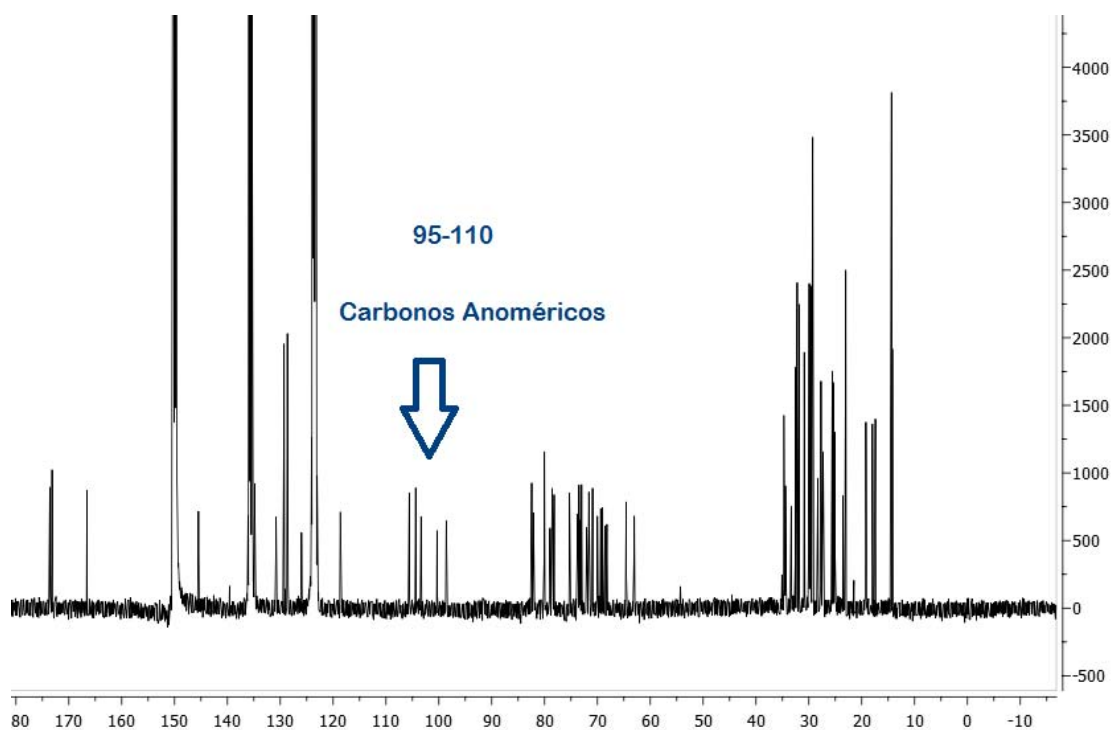


Figura 20 Vista parcial del espectro de RMH  $^1\text{H}$  del producto BMIp6 ( $\delta\text{H}$  8.0 a 4.7 ppm).



**Figura 21.** Espectro de RMN  $^{13}\text{C}$  del producto BMIVp6.

En el espectro de RMN  $^{13}\text{C}$  se observaron las señales correspondientes a los carbonos anoméricos del oligosacárido, cuyo desplazamiento químico es característico y se encuentra en la región de  $\delta\text{C}$  98-107 ppm (**Figura 21**). De esta manera, se confirmó la identificación de la presencia de las cinco unidades sacáridas (cuatro metilpentosas y una glucosa) previamente establecida mediante el espectrometría de masas. Por lo tanto, el producto aislado corresponde a un pentasacárido. Mediante el empleo de la técnica bidimensional heteronuclear HSQC se designó cada carbono anomérico con su respectivo protón (**Figura 22**). La zona donde se observaron estas interacciones con los protones anoméricos fue entre  $\delta\text{H}$  4.7-6.4 ppm.<sup>2</sup>

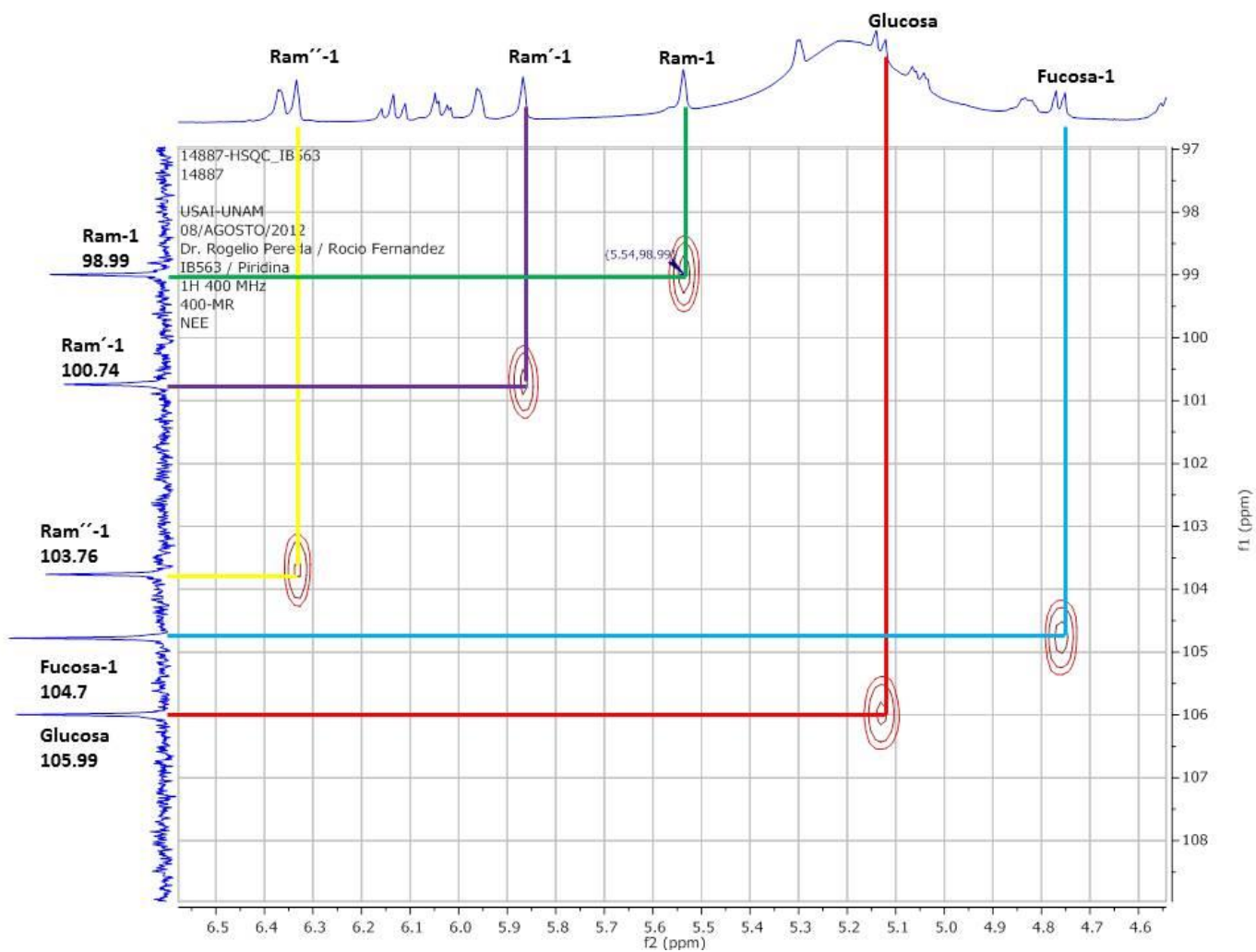


Figura 22. Vista parcial del espectro HSQC para la zona de las señales anoméricas del producto BMIVP6.

Se asignaron los protones de las unidades sacáridas del núcleo, empleando las técnicas bidimensionales homonucleares COSY (Figura 23) y TOCSY (Figura 24) y así encontrar las interacciones vecinales que definen las unidades de cada unidad sacárida. Con el espectro COSY se observó la interacción entre protones vecinales, es decir a tres enlaces de distancia (Figura 23), mediante el trazo de cuadros de conectividad, mientras que en el espectro TOCSY se pudo establecer las interacciones vecinales H-H como aquellas que se encuentran interactuando a larga distancia a lo largo de cada una de las unidad monosacáridas (Figura 24).

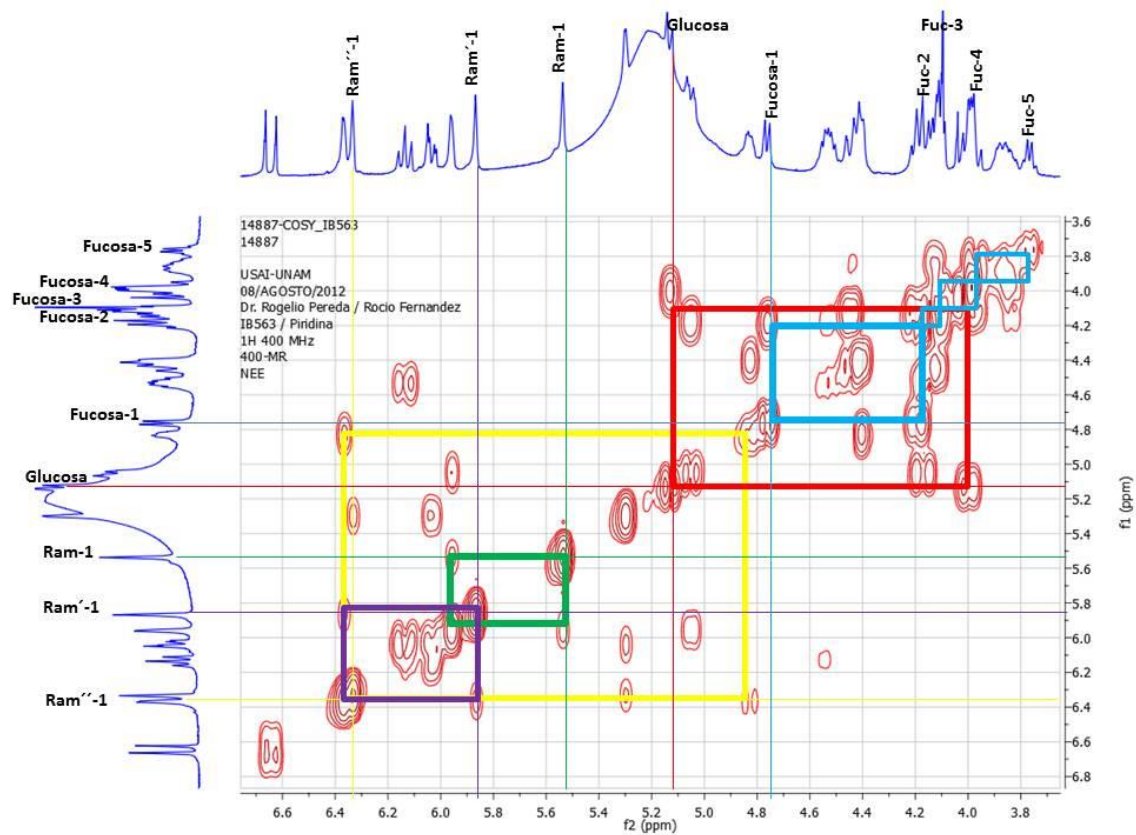


Figura 23. Vista parcial del espectro COSY del producto BMIVP6

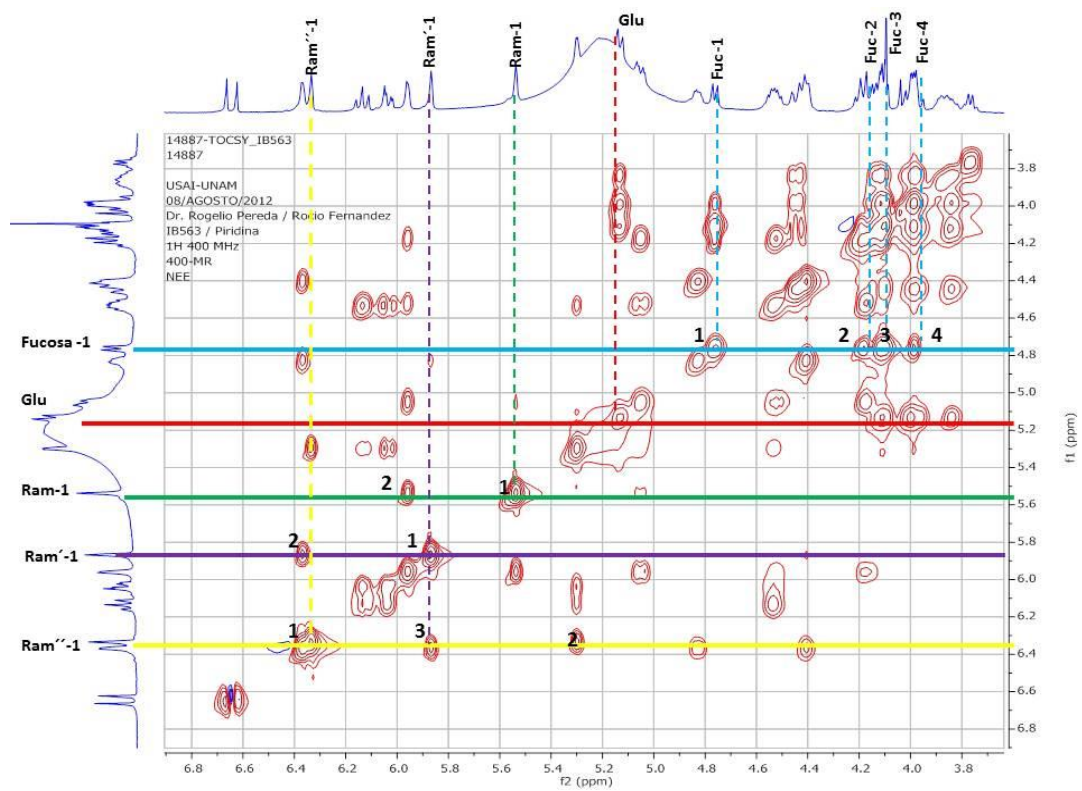


Figura 24. Vista parcial del espectro TOCSY del producto BMIVP6

Cuadro 7. Datos espectroscópicos de RMN <sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C para el producto BMIVp6.

Protón	$\delta_h$	$\delta_c$	Protón	$\delta_h$	$\delta_c$
<b>Fuc-1</b>	4.76 d (7.6)	104.78	<b>Gluc-1</b>	5.13 d (7.6)	105.99
<b>2</b>	4.19 dd (9.2-7.2)	80.42	<b>2</b>	3.99 m*	75.68
<b>3</b>	4.10 dd (9.2-3.6)	73.81	<b>3</b>	4.10 dd (9.2-9.0)	78.94
<b>4</b>	3.98 d (3.6)	73.39	<b>4</b>	3.94 m*	72.02
<b>5</b>	3.76 q (6.0)	71.32	<b>5</b>	3.84 ddd (11.2-4.4-3.2)	78.59
<b>6</b>	1.52 d (6.4)	17.82	<b>6a</b>	4.10-4.15 dd (11.2-4.4)	63.0
<b>Ram-1</b>	5.54 s	98.99	<b>6b</b>	4.43-4.50 dd (11.2-3.2)	
<b>2</b>	5.96 d (1.6)	74.10	<b>Jal-1</b>		173.1
<b>3</b>	5.04 dd (9.2-3.0)	69.77	<b>2a</b>	2.48 ddd (14.8-10.5-7.4)	34.9
<b>4</b>	4.14 d (6.0)	82.50	<b>2b</b>	2.49 dd (7.0-6.5)	
<b>5</b>	4.52 q (7.6)	69.43	<b>11</b>	3.86 m*	83.5
<b>6</b>	1.65 s	19.48	<b>16</b>	0.76 t (6.8)	14.5
<b>Ram'-1</b>	5.87 s	100.74	<b>Dodeca-1</b>		173.5
<b>2</b>	6.36 d (2.0)	73.88	<b>2</b>	2.34 m*	34.6
<b>3</b>	4.82 dd (8.4-3.2)	80.42	<b>12</b>	0.87 m*	14.7
<b>4</b>	4.39 m*	79.36	<b>Cna-1</b>		166.4
<b>5</b>	4.39 m*	68.95	<b>2</b>	6.60 d (16.0)	118.6
<b>6</b>	1.67 d (6.0)	19.60	<b>3</b>	7.86 d (16.0)	145.4
<b>Ram''-1</b>	6.33 s	103.76			
<b>2</b>	5.3 d (1.6)	70.40			
<b>3</b>	6.03 dd (10.0-3.2)	73.60			
<b>4</b>	6.12 d (9.6)	72.4			
<b>5</b>	4.51 q (12.4-6.0)	68.61			
<b>6</b>	1.48 s	18.37			

Datos registrados a 400 MHz en C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N. Los desplazamientos químicos se reportan en ppm en relación al TMS. Las constantes de acoplamiento se encuentran entre paréntesis y se reportan en Hz. Los patrones de acoplamiento están identificados como: s=singlete, d=doblete, dd=doble doblete, q=cuarteto. Todas las asignaciones se relacionaron mediante espectros de correlación homonuclear es <sup>1</sup>H-<sup>1</sup>H (COSY, TOCSY) y heteronuclear es (HMBC, HSQC).

Abreviaturas: Fuc=fucosa, Ram=ramnosa, Glu=glucosa, Jal=11-hidroxihexadecanoilo, Dodeca=n-dodecanoilo, Cna=trans-cinamoilo.

### 6.2.3 CARACTERIZACIÓN DE LA SECUENCIA DE GLICOSIDACIÓN Y LAS PROPIEDADES DE ESTERIFICACIÓN DEL PRODUCTO BMIVp6

Al haber asignado cada uno de los carbonos con sus respectivos protones, se utilizó la técnica bidimensional heteronuclear HMBC (Figura 25) para establecer la secuencia de glicosidación así como las posiciones de esterificación, mediante la búsqueda de las correlaciones entre carbonos e hidrógenos de una y otra unidad sacárida, así como las correlaciones entre los protones de la unidad monosacárida con los grupos carbonilos que esterifican la molécula.

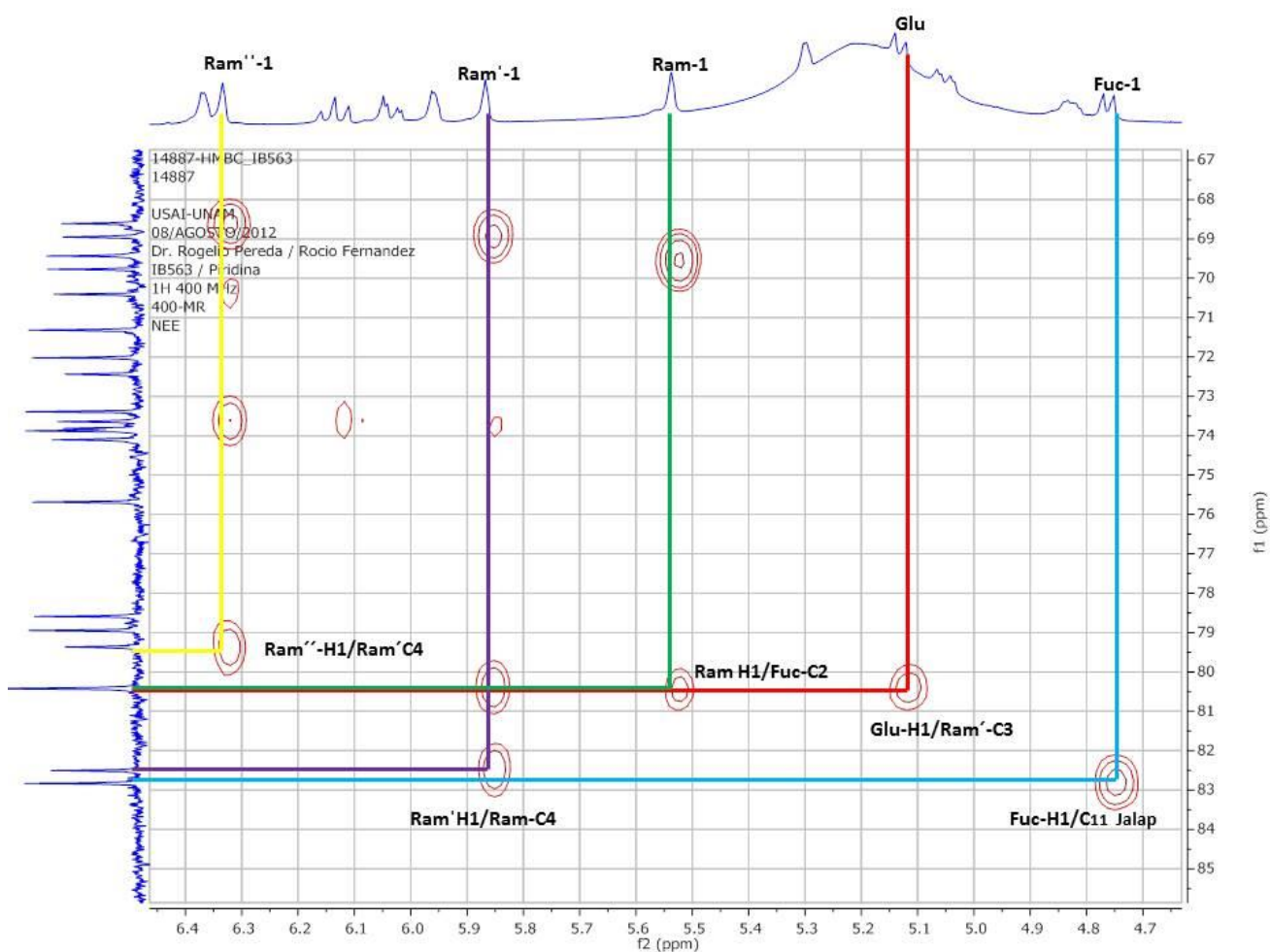


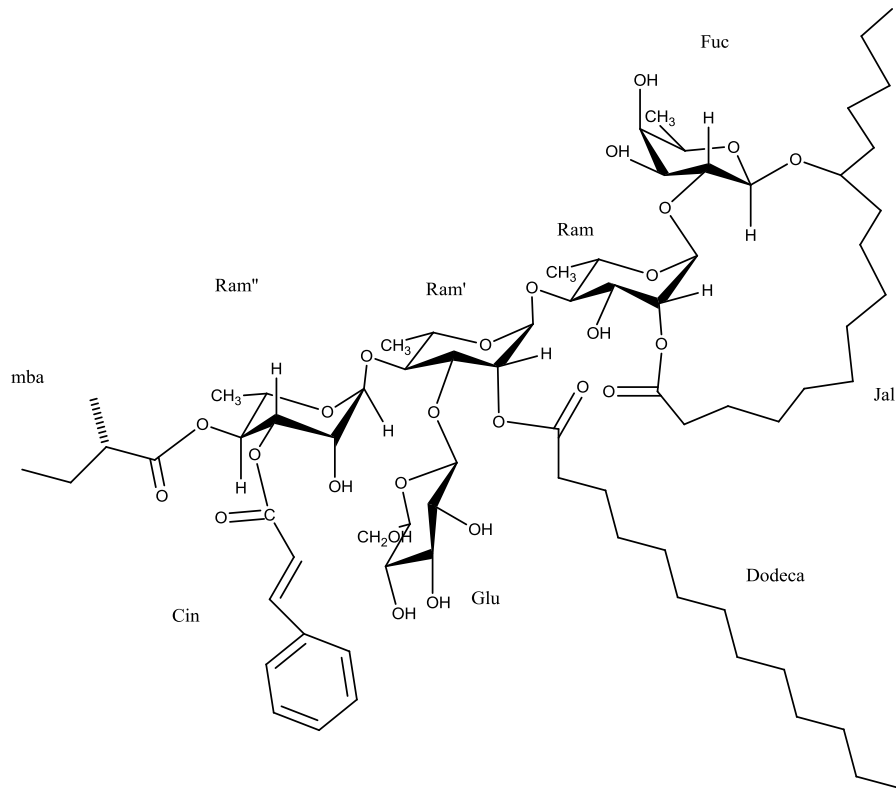
Figura 25 Vista parcial del espectro HMBC del producto BMIVp6.

---

La posición de las esterificaciones se realizaron mediante el análisis de los desplazamientos químicos de protón (**Cuadro 7**), donde se observan las posiciones ram-1, ram'-1 y ram''-1 a campo bajo, correlacionando con los carbonos de los grupos carbonilo correspondiente a los sustituyentes éster. Así, la aglicona de la macrolactona (ácido jalapινόlico) se localizó en la posición C-2 de la primera unidad de ramnosa (ram-1), por la correlación observada entre el C-1 de la lactona (173.1 ppm) y el protón H-2 de la Ram-1 ( $\delta$ H 5.96 ppm). El grupo dodecanoilo se localizó en la posición C-2 de la tercera unidad monosacárida (ram'-1) por la correlación observada entre su carbonilo (173.5 ppm) con el protón H-2 de la segunda unidad de Ram'-1 (6.36 ppm). El grupo cinamoilo se localizó en la posición C-3 de la ramnosa terminal (ram''-1; 5.3 ppm) por la correlación observada con el carbonilo centrado en  $\delta$ C 166.4 ppm.

#### 6.2.4 COMPARACIÓN CON LA LITERATURA

Realizando el análisis comparativo de los resultados obtenidos experimentalmente con base a la literatura, se estableció que el núcleo obtenido pertenece al **ácido operculínico A**, producto previamente aislado a partir de la especie en *Ipomoea intrapilosa*<sup>35</sup>. Posteriormente, el análisis de la fragmentación del producto BMIVP6 (sección 6.2.1.) permitió determinar los compontes que se encontraban esterificando a este núcleo oligosacárido. Los datos obtenidos por RMN y EM-FAB coincidieron con los datos descritos en la literatura para el compuesto **intrapilosina V**, cuya estructura se ilustra en la **Figura 26**.



**Figura 26** Molécula correspondiente a la intrapilosina V.



---

## 7 CONCLUSIONES.

- Se realizó el estudio del pico 6 de la fracción IV del extracto clorofórmico de la variedad de camote de cáscara morada (*Ipomea batatas*) que concentraba las resinas glicosídicas características de las especies de convolvuláceas. Por lo tanto, la presencia de estos marcadores quimiotaxonómicos justifican plenamente la acción purgante del camote cuando se ingiere crudo.
- Se logró establecer las condiciones analíticas y el escalamiento a nivel preparativo para la separación del producto **BMIVp6** que permitió el aislamiento y la purificación de un oligosacárido constitutivo mayoritario.
- Se encontró el núcleo oligosacárido conocido como **ácido operculínico A** (11-O-β-D-glucopiranosil-(1 → 3)-O-[α-L-ramnopiranosil-(1 → 4)]-O-[α-L-ramnopiranosil-(1 4)]-O-[α-L-ramnopiranosil-(1 → 2)]-β-D-fucopiranosido del ácido (11S)-11-hidroxihexadecanoico como el glicolípido constitutivo de la fracción en estudio.
- Las técnicas espectroscópicas (RMN) y espectrométricas (EM.FAB) permitieron la adecuada identificación del glicolípido pentasacárido encontrado en el producto **BMIVp6** como la **intrapilosina V**.

---

## 8 BIBLIOGRAFÍA

1. Pereda-Miranda R, Mata R, Anaya AL, Wickramaratne DB, Pezzuto JM, Kinghorn AD (1993). Tricolorin A, major phytogrown inhibitor from *Ipomoea tricolor*. J Nat Prod 56, 571-582.
2. Pereda-Miranda R, Rosas-Ramírez D, Castañeda-Gómez J (2010). Resin Glycosides from the Morning Glory Family. En: Kinghorn D, Falk H, Kobayashi J (eds.) Progress in the Chemistry of Organic Natural Products. Springer: New York, Vol. 92, pp. 77-152.
3. Pereda-Miranda R, Bah M (2003). Biodynamic constituents in the Mexican morning glories: purgative remedies transcending boundaries. Curr Top Med Chem 3, 111-131.
4. Yoshikawa K, Yagi C, Hama H, Tanaka M, Arihara S, Hashimoto T (2010). Ipomotaosides A-D, resin glycosides from the aerial parts of *Ipomoea batatas* and their inhibitory activity against COX-1 and COX-2. J Nat Prod 73, 1763-1766.
5. Corona-Castañeda, B., Pereda-Miranda R. (2012). Morning Glory Resin Glycosides as Modulators of Antibiotic Activity in Multidrug-Resistant Gram-Negative Bacteria. Planta Med. 78, 131-134
6. Noda N, Kogetsu H, Miyahara K, Kawasaki T (1992). 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.
7. Linares E, Bye R, Rosas-Ramírez D, Pereda-Miranda, R (2008). El camote. CONABIO. Biodiversitas 81, 11-15.
8. Escalante-Sánchez E, Rosas-Ramírez D, Linares E, Bye R, Pereda-Miranda R (2008). Batatinosides II-VI, Acylated Lipooligosaccharides from the Resin Glycosides of Sweet Potato. J Agric Food Chem 56, 9423-9428.
9. Escalante-Sánchez E, 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.

- 
10. Yin Y, Li Y, Kong L (2009). Pentasaccharide glycosides from the tubers of sweet potato (*Ipomoea batatas*). *J Agric Food Chem* 56, 2363–2368.
  11. Noda N, Horiuchi Y (2008). The Resin Glycosides from the Sweet Potato (*Ipomoea batatas* L. LAM.). *Chem Pharm Bull.* 56, 1607-1610.
  12. Yong-Qin Y, Xue-Feng Ha Ling-Yi K, Masatake N (2008). Three New Pentasaccharide Resin Glycosides from the Roots of Sweet Potato (*Ipomoea batatas*). *Chem Pharm Bull* 56, 1670-1674.
  13. Yong-Qin Y, Ling-Yi K (2008). Ether-soluble resin glycosides from the roots of *Ipomoea batatas*. *J Asian Nat Prod Research* 10, 233–238.
  14. Yong-Qin Y, Yi L, Lingyi K (2008). Pentasaccharide Glycosides from the Tubers of Sweet Potato (*Ipomoea batatas*). *J Agric Food Chem* 56, 2363–2368.
  15. Yong-Qin Y, Jun-Song W, Jian-Guang L, Ling-Yi K (2009). Novel acylated lipooligosaccharides from the tubers of *Ipomoea batatas*. *Carbohydr Res* 344, 466–473.
  16. Rosas-Ramírez D, Escalante-Sánchez E, Pereda-Miranda R (2011). Batatins III–VI, glycolipid ester-type dimers from *Ipomoea batatas*. *Phytochemistry* 72, 773–780.
  17. Pereda-Miranda R, Hernández-Carlos B (2002). HPLC isolation and structural elucidation of diastereoisomeric niloyl ester tetrasaccharides from the Mexican scammony root. *Tetrahedron* 58, 3145-3154.
  18. Kubo I, Nakatsu T (1990). Recent examples of preparative-scale recycling high performance liquid chromatography in natural products chemistry. *LC-CG*, 8, 933-939.
  19. Halpern J (2004). Hallucinogens and dissociative agents naturally growing in the United States, *Pharmacology & Therapeutics* 102, 131-138.
  20. Hernández F (1959). Historia de las plantas de la Nueva España. En: *Obras Completas*. Universidad Nacional Autónoma de México. Imp. Universitaria. México DF Vol. 2, 227-229.
  21. McDonald A (1991) Origin and diversity of Mexican Convolvulacea. *Anales Inst. Biol. Univ. Autón. México, Sec. Bot.* 62, 65-82.

- 
22. 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.
  23. Díaz JL (1976). Usos de las Plantas Medicinales de México. Monografías Científicas II. Instituto Mexicano para el Estudio de las Plantas Medicinales, A.C., México pp. 66-67.
  24. Trease GE, Evans WC (1988). Tratado de Farmacognosia. 12a. ed. Editorial Interamericana, México, pp. 491-492.
  25. Martínez, M. (1989). Las plantas medicinales de México. 6ª ed. Editorial Botas, México, pp. 276-279.
  26. Roig y Mesa JT (1974). Plantas medicinales, aromáticas o venenosas de Cuba. Instituto del Libro. La Habana, Cuba, p. 124.
  27. Díaz JL (1977). Usos de las Plantas Medicinales de México. Instituto Mexicano para el Estudio de las Plantas Medicinales, A.C., México p. 66.
  28. Wallis TE (1966). Manual de Farmacognosia. Ed. C.E.C.S.A., México, pp. 477-481.
  29. González-Elizondo M (1984). Las Plantas Medicinales de Durango. Inventario básico. CIIDIR-Instituto politécnico Nacional, México, p.34.
  30. Linares E, Bye R, Flores B (1990). Tés Curativos de México. 2ª ed., Instituto de Biología, Universidad Nacional Autónoma de México.
  31. Osuna L, Ponce-Monter H, Campos GM, Rojas J, Meckes M (1996). Effect of *Ipomoea intrapilosa* methanol extract on the serotonergic response in rat uterus. Phytotherapy Res 10, 257-259.
  32. Bah M, Pereda-Miranda R (1997). Isolation and structural characterization of new glycolipid ester type dimers from the resin of *Ipomoea tricolor* (*Convolvulaceae*). Tetrahedron 53, 9007–9022.
  33. Austin DF (1978). The *Ipomoea batatas* complex. I. Taxonomy. Bull Torrey BotClub 105, 114-129.

- 
34. Rajapakse S, Nilmalgoda S, Molnara M, Ballarda R, Austin D, Bohacc J (2004). Phylogenetic relationships of the sweet potato in *Ipomoea* series Batatas (*Convolvulaceae*) based on nuclear  $\beta$ -amylase gene sequences. *Mol Phylogenet Evol* 30, 623–632.
  35. Bah M, Chérigo L, Cardoso A, Fragoso-Serrano M, Hammond B, Pereda-Miranda R, (2007). Intrapilosins I-VII, Pentasaccharides from the seeds of *Ipomoea intrapilosa*. *J Nat Prod* 70, 1153-1157.
  36. Lie Ken, Jie MSF, Mustafa J (1997). High-resolution nuclear magnetic resonance spectroscopy. Applications to fatty acids and triacylglycerols. *Lipids* 32, 1019-1034.
  37. Chérigo L, Pereda-Miranda R (2006). Resin glycosides from the flowers of *Ipomoea murucoides*. *J Nat Prod* 69, 595-599.
  38. Pereda-Miranda R, Kaatz GW, Gibbons S (2006). Polyacylated oligosaccharides from medicinal Mexican morning glory species as antibacterials and inhibitors of multidrug resistance in *Staphylococcus aureus*. *J Nat Prod* 69, 406–409.
  39. Bidlingmyer, B. A. (1992) *Practical HPLC Methodology and applications*. Jhon Wiley, Nueva York, 269-283.
  40. Bah M, Pereda-Miranda R (1996). Detailed FAB-Mass spectrometry and high resolution NMR investigation of tricolorins A-E, individual oligosaccharides from the resins of *Ipomoea tricolor* (*Convolvulaceae*). *Tetrahedron* 41, 13063-13080.
  41. Noda N, Kobayashi H, Miyahara K, Kawasaki T (1988). 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.
  42. Jenett-Siems K, Kaloga M, Eich E (1993). Ipangulines, the first pyrrolizidine alkaloids from the *Convolvulaceae*. *Phytochemistry* 34, 437-440.
  43. Jenett-Siems K, Kaloga M, Eich E (1994). 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.
  44. Jenett-Siems K, Kaloga M, Eich E (1994). Hygrines and tropanes, alkaloids of considerable importance for the chemotaxonomy of the *Convolvulaceae*. *European J Pharmaceutical Sciences* 2, 122.

- 
45. Molyneux RJ, McKenzie RA, O'Sullivan BM, Elbein AD (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.
  46. Hofmann A (1963). The active principles of seeds of *Rivea corymbosa* and *Ipomoea violacea*. *Botanical museum Leaflets Harvard University* 20, 194-212.
  47. Stoll A, Hofmann A (1965). The ergot alkaloids. En: R.H.F. Manske (ed.), *The Alkaloids*. Vol. 8, Academic Press, New York, pp. 725-783.
  48. Hartwell JL (1968). Plants used against cancer. A Survey. *Lloydia. J Nat Prod* 31, 71-170.
  49. Martin FW (1988). Genetic and physiological basis for breeding and improving the sweet potato. VIth Symposium of the International Society for Tropical Root Crops. Gosier (Gouldoupe) 1-6 July 1985 Ed. INRA Paris. pp. 749-761.
  50. Villamayor FG, Perez RD (1983). Sweet potato as a weed control agent for cassava. *The Radix* 5, 10-11.
  51. Pardo Tomás J, López Terrada ML (1993). Las primeras noticias sobre plantas americanas en las relaciones de viajes y crónicas de Indias (1493-1553).
  52. Ono M, Kawasaki T, Miyahara K (1989). Resin glycosides V. Identification and characterization of the component organic and glycosidic acids of the ether-soluble crude resin glycosides (jalapin) from rhizoma jalapae brasiliensis (roots of *Ipomoea operculata*). *Chem Pharm Bull* 37, 3209-3213.
  53. Ono M, Kuwabata K, Kawasaki T, Miyahara K (1992). Resin glycosides XIV. Quamoclins I-IV, new ether-soluble resin glycosides (jalapin) from the seeds of *Quamoclit pennata*. *Chem Pharm Bull* 40, 3169 - 3173.
  54. Kitagawa I, Ohashi K, In N, Sakagami M, Yoshikawa M, Shibuya H (1997). Indonesian Medinal Plants. XIX. Chemical structures of four additional resin-glycosides, mammosides A, B, H1 and H2, from the tuber of *Merremia mammosa* (*Convolvulaceae*). *Chem Pharm Bull* 45, 786-794.
  55. Noda N, Tsuji K, Miyahara K, Yang CR (1994). Resin glycosides XXI. Tuguajalapins I-X, the resin glycosides having long-chain fatty acid groups from the root of *Merremia hungaiensis*. *Chem Pharm Bull* 42, 2011-2016.

- 
56. Bah M, Chérigo L, Cardoso A, Fragoso-Serrano M, Hammond B, Pereda-Miranda R (2007). Intrapilosins I-VII, Pentasaccharides from the seeds of *Ipomoea intrapilosa*. *J Nat Prod* 70, 1153-1157.
  57. Noda N, Takahashi T, Kawasaki T, Miyahara K, Yang CR (1994). Stoloniferins I-VII, resin glycosides from *Ipomoea stolonifera*. *Phytochemistry* 36, 365.
  58. Ono M, Fukuda H, Murata H, Miyahara K (2009). Resin glycosides from the leaves and stems of *Ipomoea digitata*. *J Nat Med* 63, 176.
  59. Ono M, Fujimoto K, Kawata M, Fukunaga T, Kawasaki T, Miyahara K (1992). Resin glycosides. XIII. Operculins VI, XI, XII, XIII, XIV and XV, the ether-soluble resin glycosides (jalapin) from rhizoma jalapae brasiliensis (roots of *Ipomoea operculata*). *Chem Pharm Bull* 40, 1400.
  60. Ono M, Ueguchi T, Murata H, Kawasaki T, Miyahara K (1992). Resin glycosides XVI. Marubajalapins I-VII, new ether-Soluble resin glycosides from *Pharbitis purpurea*. *Chem Pharm Bull* 40, 3169.
  61. Ono M, Ueguchi T, Kawasaki T, Miyahara K (1992). Resin glycosides XVII. Marubajalapins VIII-XI, jalapins from the aerial part of *Pharbitis purpurea*. *Yakugaku Zasshi* 112, 866-872.
  62. Tao H, Hao X, Liu J, Ding J, Fang Y, Gu Q, Zhu W (2008). Resin glycoside constituents of *Ipomoea pes-caprae* (beach morning glory). *J Nat Prod* 71, 1998-2004.
  63. Bautista E, Fragoso Serrano M, Pereda-Miranda R, (2015). Jalapinoside, a Macrocyclic Bidesmoside from the Resin Glycosides of *Ipomea purga*, as a Modulator of Multidrug Resistance in Human Cancer Cells. 168-172
  64. Bautista E, Fragoso Serrano M, Pereda Miranda R, (2016). Jalapinoside II, a bidesmoside resin glycoside, and related glycosidic acids from the officinal jalap root (*Ipomoea purga*). 85-93
  65. Jones A (1980). Sweet potato. *Hybridization of Crop Plants American Crop Science Society of America. Madison. Wisc.* pp. 645-655.