



75  
28

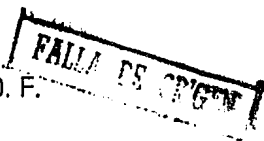
**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO**

FACULTAD DE CIENCIAS

**ESTUDIO QUIMICO PRELIMINAR DE**  
Hojas de Jatropha tlalcozotitlanensis  
(Euphorbiaceae)

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
**B I O L O G O**  
P R E S E N T A :  
**JOSEFINA HERRERA SANTOYO**

México, D. F.



1990



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

## I N D I C E

Introducción .....	1
Objetivos .....	4
Antecedentes	
botánicos .....	5
químicos .....	9
Metodología .....	17
Tablas y Figuras .....	23
Resultados y Discusión .....	59
Conclusiones .....	64
Bibliografía .....	65

## I N T R O D U C C I O N

El conocimiento de los seres vivos es el principal objetivo de la Biología por lo que toda contribución que se haga a éste conocimiento será de su interés.

La clasificación de los seres vivos es uno de los procesos principales para su conocimiento y consiste en la ordenación sistemática según sus características morfológicas, fisiológicas, afinidades evolutivas, etc., formando así un sistema que refleje las relaciones filogenéticas en diferentes niveles de organización.

En los vegetales, uno de los problemas de la taxonomía es la clasificación de organismos con características morfológicas similares, que impiden utilizar sólo este criterio, por lo que es necesario emplear otras herramientas que lo apoyen. Un ejemplo son las características químicas de una especie, que son de interés especial, ya que proporcionen información de sus compuestos químicos (metabolitos secundarios), algunos de los cuales pueden emplearse como herramienta en el criterio taxonómico, además, nos dan idea de su posible uso en otras disciplinas.

En las especies de Jatropha, de la familia Euphorbiaceae, la información química puede ser de gran utilidad, ya que es un género complejo y ha sufrido varios arreglos desde que Linneo lo describiera en su Genera Plantarum en 1737 (Jiménez, 1982). Actualmente el arreglo taxonómico que proponen Dehgan y Webster (1979), que es el más aceptado, se basa en características morfológicas, anatómicas y citológicas.

El género Jatropha presenta gran diversidad morfológica, distribución disgregada en regiones tropicales con temporadas secas, y dispersión intercontinental que se puede explicar basándose en la teoría de la deriva génica (Dehgan 1976 en Dehgan & Webster 1979).

De los dos subgéneros reconocidos, uno, el subgénero Jatropha, incluye todas las especies Africanas, Indues, Sudamericanas, Antillanas y pocas de las especies relictas de Mesoamérica. El segundo subgénero, Curcas, (con excepción de la sección Curcas), está confinado a México y regiones adyacentes, incluyendo extensiones de Sonora, Chihuahua, desiertos de Arizona y Texas (Dehgan & Webster 1979).

Algunas especies del género Jatropha se cultivan por sus propiedades medicinales y otras, por ser ornamentales (Dehgan & Webster 1979). Un ejemplo es la especie Jatropha glandulifera, que ha sido reconocida por el Comité Pharmacopeia Ayurvedic como el "Dravanti" oficial, importante droga en la medicina indú por poseer, propiedades catárticas (Cupta 1985).

Otra especie es Jatropha heynii que también se utiliza en el sistema indígena de medicina en la India (Subramanian y col. 1971).

Además de tomar en cuenta la utilidad de una planta para el hombre, tenemos que visualizar el papel que desempeñan estos productores primarios en un ecosistema y sus relaciones intra e interespecíficas. De esta manera se podrá tener un conocimiento integral de las especies para su mejor utilización, explotación y conservación del recurso.

Jatropha es el género menos conocido de la familia Euphorbiaceas, por lo que todo conocimiento que se genere sobre él tendrá un singular interés.

sobre todo cuando esta información sea de utilidad para el manejo del recurso. En México, Rzedowski encontró especies del género Jatropha principalmente en zonas con vegetación de matorral xerófilo. Jiménez Ramírez, en 1985, hizo una revisión del género, en la que se encuentran dos descripciones de especies nuevas en México: Jatropha tlalcozotitlensis y Jatropha rzedowskii.

## O B J E T I V O S

Por ser Jatropha talcozotitlanensis una especie nueva, es de interés el conocimiento integral de la misma. Para ampliarlo se hizo un estudio fitoquímico preliminar que tuvo como objetivo principal caracterizar algunos de los compuestos obtenidos de la hoja, mediante el desarrollo de los siguientes objetivos particulares:

- Obtención de extractos con hexano, AcOEt y MeOH.
- Obtención de perfiles cromatográficos de estos extractos para determinar su composición aproximada.
- Separación de compuestos por técnicas cromatográficas, y
- Caracterización por espectrometría de los compuestos aislados.

## A N T E C E D E N T E S

### BOTANICOS

El género Jatropha es un género natural, aunque muestra una gran diversidad morfológica. Esta diversidad se refleja en las disputas concernientes a la delimitación genérica y subgenérica (Dehgan & Webster, 1979), lo cual ha provocado que muchos autores hayan hecho arreglos taxonómicos del género. Dehgan & Webster en 1979, proponen una división de éste en dos subgéneros, 10 secciones y 10 subsecciones.

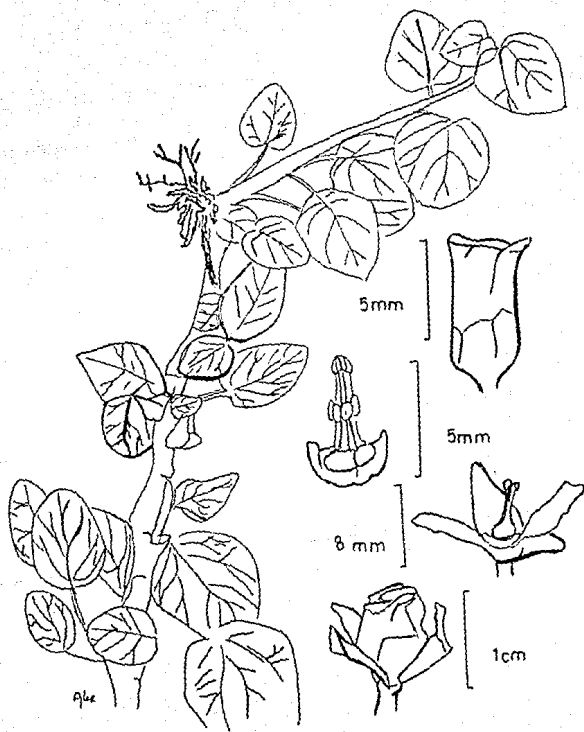
La variabilidad de las especies se presenta en la forma de las hojas y en el número de venas primarias, por lo que se espera que la anatomía del peciolo sea igualmente variable. Se dan reducciones en el grueso de los caracteres morfológicos después de una distribución geográfica de Norte a Sur. Jatropha curcas (la especie más primitiva) y especies pertenecientes a la misma sección, crecen en vegetaciones de bosque tropical, mientras que las más reducidas (las más avanzadas) aparecen en desiertos calurosos (Dehgan & Webster, 1979 y Dehgan 1982).

### DESCRIPCION ESPECIFICA

Arbusto monoico, de 1-2.5 m de altura; la corteza amarilla y exfoliante, lámina foliar ovada u orbicular de 3-4.2 cm de largo, 2.5-3 cm de ancho,



ápice redondeado, base cordada y asimétrica, haz verde claro, abundantemente hirsuta, el envés cubierto por tomento denso, margen entero, con algunas glándulas estipitadas en el ápice de las venas secundarias, vena ción actinodroma (5 venas); peciolo cubierto de pubescencia hirsuta, de 1.5-2 cm de largo. Estípulas caedizas pilosas, 0.4-0.5 mm de largo. Inflorescencia ginodioica, paniculada, ocasionalmente las flores femeninas solitarias. Flor estaminada; cáliz con lóbulos ovado-trianguulares, de 2-3 mm de largo por 1.4-1.5 mm de ancho, velutinos externamente, glabros internamente; corola urceolado-tubular, de color anaranjado rojizo, de 5.5-6.4 mm de largo, lóbulos de 1.2-2.4 mm de largo; disco con 5 glándulas globosas de 0.4-0.5 mm de alto; estambres 10, biseriados y monadelphos, la serie externa de 2.0-2.3 mm de largo, la interna de 3.5-4.0 mm de longitud, anteras elípticas, de 0.9-1.1 mm de largo. Flor pistilada, pedunculadas; cáliz con lóbulos oblongo lanceolados de 7-9 mm por 3.5-4.5 mm en la superficie externa hirsutos, en la superficie interna verde claro, margen glandular; corola urceolada-tubular, roja de 6-9 mm de largo, lóbulos de 1.8-2.7 mm de largo; disco con 5 glándulas globosas de 0.5 mm de alto; pistilo tricarpelar de 6-7.5 mm de largo; estilo único, de 3.5-4.0 mm de longitud, estigma tripartido. Fruto blanco, elíptico, de 0.7-0.9 cm de diámetro; semillas 3, de 0.7-0.8 cm de largo, pardas, con la carúncula fibrosa.



*Jatropha tlalcozotitlanensis*

UBICACION TAXONOMICA (CRONQUIST, 1981)

DIVISION	Magnoliophyta
CLASE	Magnoliopsida
SUBCLASE	Rosidae
ORDEN	Euphorbiales
FAMILIA	Euphorbiaceae
GENERO	<u>Jatropha</u>
SUBGENERO	Curcas
SECCION	Loureira
SUBSECCION	Loureira
ESPECIE	<u>Jatropha tlalcozotitlanensis</u> Jiménez

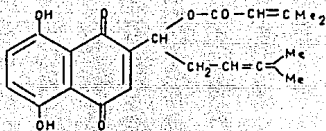
## QUIMICOS

El estudio fitoquímico del género es de importancia, debido a que algunas especies tienen propiedades medicinales. Entre éstas Jatropha glandulifera es utilizada en la India por sus propiedades catárticas, mientras que en el Oeste de Paquistán se utiliza con bálsamo para el alivio de dolores reumáticos. (Gupta, 1985 y Ballantine, 1969).

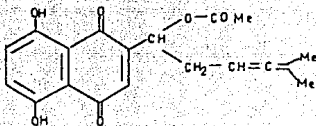
De Jatropha glandulifera tenemos la siguiente información química:

Ballantine (1969) aísla de extractos pentánicos de troncos y ramas, 2 ésteres del alcohol naftaquinónico shikonina, pigmentos responsables de la coloración roja oscura de la madera:

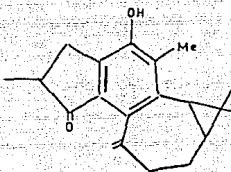
a) La 3,3-dimetilacrililshikonina, encontrada en mayor porcentaje:



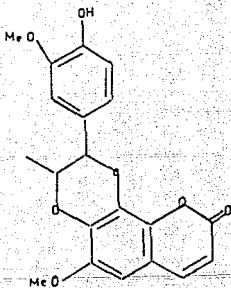
y la acetilshikonina:



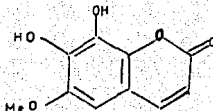
Parthasarathy y Saradhi (1984) estudian los extractos metanólicos obtenidos de raíces de esta misma especie y encuentran Jatropholoma A (I) aislada anteriormente de Jatropha gossypifolia por Koshiparambil y col. en 1979), una lignano-cumarina (II) y fraxetina (III).



I



II

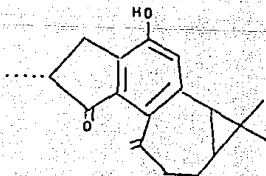


III

Kupchan y col. (1976) encuentran que el extracto alcohólico de Jatropha gossypifolia, muestra actividad inhibitoria significativa, "in vitro", contra células derivadas de carcinomas humanos nasofaríngeos e "in vivo", contra 4 sistemas estandar de tumores en animales, y de este extracto aislan y caracterizan la Jatrofona, un diterpenoide macrocíclico, inhibidor de tumores.

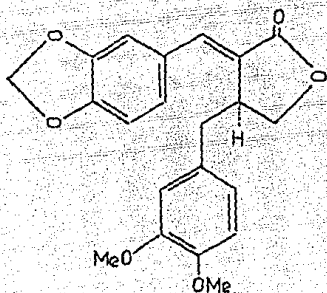
Los autores hacen interactuar la Jatrofona con tiofenoles, tioalcoholes y con varios tipos de proteínas con resultados positivos, pero concluyen que la importancia de la reacción de la Jatrofona y de otros inhibidores de tumores electrofílicos, con grupos tioles, sigue siendo especulativa. Estos resultados apoyan, además, la hipótesis de que estos agentes pueden actuar por alquilación selectiva de macromoléculas biológicas, reguladoras del crecimiento.

Kozhiparambil y col. (1979) aislan de raíces de esta especie, 2 diterpenoides, la jatrofolona A y su epímero en C-2, la jatrofolona B, que no presentan actividad inhibitoria de tumores.

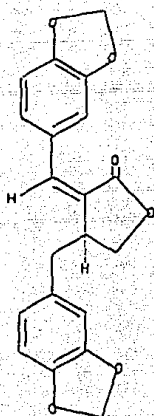


Jatrofolona B

Chatterje y col. (1981), obtienen del extracto de éter de petróleo de tallos, raíces y semillas de las mismas especies, un lignano, la 2-piperoniliden-3-veritril-3R- $\gamma$ -butirolactona:



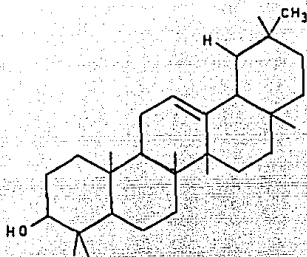
Y finalmente también de Jatropha gossypifolia, Banerji y col. (1984) aislan otro lignano, la gadaína:



Del estudio químico de Jatropha urens, hecho por Domínguez y Rengifo (1968), obtienen de los extractos de éter de petróleo de la parte aérea de la planta, tres componentes:

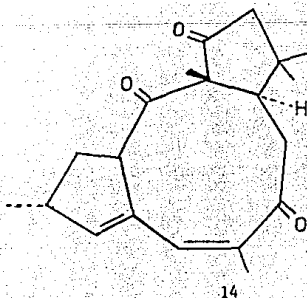
- un hidrocarburo  $C_{34}H_{70}$  con p.f. 69-71°C.
- un alcohol alifático saturado  $C_{24}H_{50}O$ , con p.f. 80-81°C, y
- un tripteno pentacíclico, el urensol  $C_{30}H_{50}O$ , con p.f. 166-168°C.





Estructura tentativa del urensol

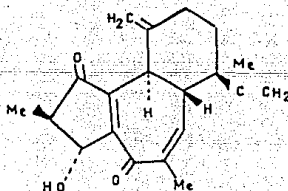
De Jatropha macrorhiza, Torrance y col. (1976) aislan, del extracto cloro-  
fórmico de raíces, la Jatrofatriona. Este compuesto está estructuralmen-  
te relacionado con la Jatrofona, aislada de Jatropha gossypifolia, y los  
autores proponen una probable vía biogénetica, haciendo derivar a ambos  
compuestos de un precursor bicíclico común. La Jatrofatriona mostró ser  
un agente antitumoral.



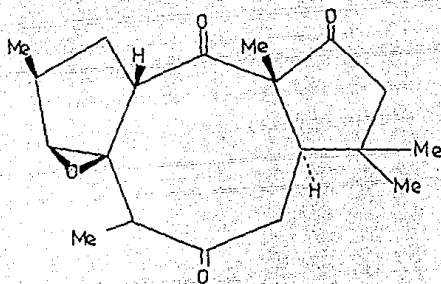
Subramanian y col. (1971) analizan sistemáticamente las hojas de algunas plantas de la familia Euphorbiaceae, conocidas por su utilidad en el sistema indígena de la medicina Indú con los siguientes resultados, para el género Jatropha:

- De Jatropha heynei Balnom. Identifican de hojas secas, varios flavonoides: Quercetina, Quercetina 3-galactosido, Vitexina e Isovitexina; de tallos secos, Vitexina e Isovitexina.
- De Jatropha curcas L (= J. urens L), de hojas frescas: Apigenina, Vitexina e Isovitexina.

Decker (1987) encuentra, que extractos de Jatropha zeyheri presentan actividad antimicrobiana, dada por la presencia de Jaherina. Este compuesto es significativamente activo contra Streptococcus pyogenes, además presenta actividad antifúngica contra Microsporium canis, Absidia corymbifera y Trichophyton rubrum. La Jaherina es un diterpeno dañánico y su estructura es la siguiente:



Villarreal (1988) analiza extractos metanólicos de raíces de Jatropha dioica var. sessiliflora y encuentra Jatrofolona B, riolozatriona (Domínguez y col. 1980) y un diterpeno, una Epoxytriona, a la que da el nombre de Citlaltiriona, con la estructura siguiente:



Guevara (1988) hace un sondeo de los grupos de metabolitos secundarios presentes en 4 especies del género Jatropha dentro de las cuales se encuentra Jatropha tlalcozotitlanensis, en este estudio se reportan para las especies flavonoides, fenoles, terpenos, alcaloides y glicósidos Y finalmente, Barrios (1988) aísla de Jatropha malacophylla 2 compuestos, un alcohol graso y una dihidroesfingomielina.

## M E T O D O L O G I A

### PREPARACION DEL MATERIAL

Las hojas de Jatropha tlalcozotitlanensis se colectaron a 2 Km al Sur de Tlalcozotitlán Guerrero, en septiembre de 1986. El material se secó y molió para someterlo a extracción.

### EXTRACCION SELECTIVA

Se utilizaron 76.8 g de hojas secas para hacer las extracciones por el método de Soxhlet, con 3 disolventes de polaridad creciente: Hexano, AcOEt y MeOH (500 ml/8 h/3 veces). Los extractos se concentraron a presión reducida, llevandose a sequedad. Posteriormente se pesaron y se calculó su rendimiento (Tabla 1).

### ANALISIS DE LOS EXTRACTOS

A los extractos obtenidos se les determinó su perfil cromatográfico para obtener el número aproximado de componentes de cada uno de ellos y así elegir el mejor método de separación de algunos de los compuestos que los constituyen.

Para la obtención de los perfiles cromatográficos (Fig. 1) se utilizaron los siguientes eluyentes (Guevara, 1988):

<u>EXTRACTO</u>	<u>ELUYENTE</u>
HEXANICO	HEXANO:AcOEt 8:2
DE AcOEt	HEXANO:AcOEt 7:3 y AcOEt
METANOLICO	AcOEt:MeOH 4:6, AcOEt:MeOH 2:8 y BUTANOL:ACIDO ACETICO:AGUA 5:1:4

Una vez eluidas las placas, se observaron a la luz ultravioleta, marcándose las manchas con línea punteada; en seguida se revelaron con sulfato cérico y las manchas que aparecieron con este revelador se marcaron con línea llena.

#### EXTRACTO HEXANICO

#### AISLAMIENTO DE SUSTANCIAS POR PRECIPITACION

Al disolver el extracto en hexano, se formó un precipitado blanco que se separó por filtración al vacío (Compuesto I) y se corrió en placa fina de gel de sílice, utilizando como eluyente AcOEt, para comprobar su pureza (2 manchas, fig. 2). Posteriormente se purificó por cristalización en metanol.

#### SEPARACION DE SUSTANCIAS POR CROMATOGRAFIA EN COLUMNA.

Se cromatografiaron 4.2 g de extracto en una columna con gel de sílice Merck G-60 activado ( 1 h a 110°C ) como adsorbente, en proporción de 1:80. Se utilizaron como eluyentes disolventes y mezclas de polaridad creciente, desde hexano hasta acetato de etilo. Inicialmente se colectaron fracciones de 50 ml pero, debido al comportamiento de la columna se decidió coleccionar fracciones de 25 ml. En total se colectaron 327 fracciones de las cuales, al reunirse las de perfil cromatográfico igual, se obtuvieron 27 nuevas fracciones (A a Z), cuyas características se encuentran contenidas en la tabla 3.

#### EXTRACTO DE ACETATO DE ETILO.

#### SEPARACION DE SUSTANCIAS POR CROMATOGRAFIA EN COLUMNA.

Se cromatografiaron 1.799 g de extracto, utilizando como adsorbente gel de sílice Merck G-60 activado ( 1 h a 110°C ), en proporción 1:80. La columna se eluyó con un gradiente de disolventes de polaridad creciente, desde hexano-AcOEt 95:5 hasta AcOEt-MeOH 95:5. Se colectó un total de 319 fracciones de 50 ml cada una, que se reunieron según su perfil cromatográfico, obteniéndose 27 nuevas fracciones (A a Z) cuyas características se encuentran contenidas en la tabla 5. De estas fracciones se trabajó la B ( 3 manchas en ccd, "cromatografía en capa delgada" fig. 12 )

de acuerdo al esquema I, obteniéndose los compuestos III y IV.

El compuesto III, cuyo perfil cromatográfico (fig. 13) muestra una pequeña impureza que no llega a afectar al punto de fusión, se analizó espectrométricamente (UV, IR y RMN, figs. 14, 15, 16 y tabla 6). El compuesto IV, presentó un perfil cromatográfico de un compuesto puro (fig. 17) y también se analizó espectrométricamente (UV, RMN, figs. 18, 19, 20 y tabla 7).

### EXTRACTO METANOLICO

#### AISLAMIENTO DE SUSTANCIAS POR PRECIPITACION.

Al disolver el extracto en metanol se formó un precipitado color café ocre, fácilmente oxidable al aire, que se filtró al vacío (compuesto V) y posteriormente se analizó, determinando la presencia de taninos, con la técnica de gelatina-sal, de glicósidos, con la prueba de Molish, y de flavonoides, con la prueba de Shinoda. En placa delgada corrida en butanol:ácido acético:agua 5:1:4 (fig. 21) mostró 2 manchas. Se determinaron también sus espectros en el IR y de RMN.

Comprobada la presencia de taninos en el compuesto V, se procedió a su cuantificación, utilizando la prueba de Azul de Prusia (Price y Buttler 1977). Se tomó 1 mg del compuesto y se disolvió en 10 ml de agua. De esta solución se tomaron 5 ml y se agregaron 0.3 ml de  $\text{FeCl}_3$  0.1 M en HCl 0.1 N; se agitó, se adicionaron 0.3 ml de  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  0.008 M, se de-

jó reposar 10 minutos y se leyó a 720 nm.

El blanco se elaboró con 5 ml de agua, las mismas cantidades de reactivos y en las mismas condiciones. La prueba se realizó por duplicado y para cuantificar la cantidad de taninos presentes, se hizo una curva patrón con ácido tánico (20 microgramos/ml fig. 24).

Para comprobar la presencia de taninos condensados se utilizó la prueba de Bate (1977). Se pesaron 25 mg del compuesto V y se disolvieron en 30 ml de una solución MeOH-agua 1:1. Se tomaron 25 ml de esta solución y se agregaron 200 ml de butanol con 5% de HCl concentrado, se calentó a baño María durante dos horas y media, evitando que la solución llegara al punto de ebullición, se dejó enfriar y se leyó en el espectrofotómetro a 545 nm y a 560 nm, que son las longitudes de onda a las que se lee el anillo flavonoidico de los taninos condensados. El blanco se elaboró con MeOH-agua 1:1 y butanol con 5% de HCl concentrado en la misma proporción que en el problema.

#### SEPARACION DE SUSTANCIAS POR CROMATOGRAFIA EN PLACA PREPARATIVA.

Por las características que presentó el perfil cromatográfico en capa fina del extracto metanólico (fig. 21), se decidió emplear como método de separación de sustancias una cromatografía en placa preparativa de gel de sílice.

Se utilizaron 300 mg de extracto, que se aplicaron a 6 placas preparativas, activadas previamente 1 hora a 110°C. Las placas se eluyeron con



butanol:ácido acético:agua 5:1:4. Con la ayuda de luz ultravioleta, se delimitaron 9 franjas, que se cortaron y se extrajeron con metanol, las características de las 9 fracciones obtenidas se encuentran en la tabla

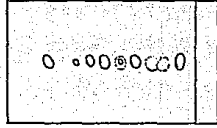
9

## T A B L A S Y F I G U R A S

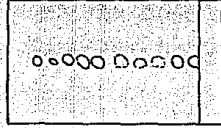
TABLA 1.- RENDIMIENTOS OBTENIDOS DE LA EXTRACCION SELECTIVA

EXTRACTO	PESO (g)	RENDIMIENTO (%)
HEXANICO	5.5789	7.26
De AcOEt	2.2	2.86
METANOLICO	8.12	10.57

EXTRACTO HEXANICO



EXTRACTO DE ACOEL



EXTRACTO METANOLICO

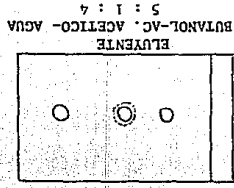
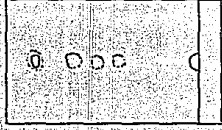
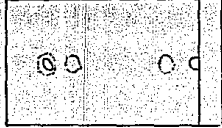


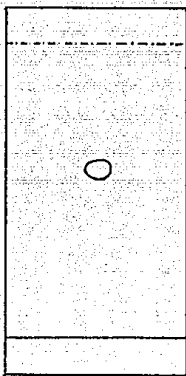
FIG. 1 PERFILES CROMATOGRAFICOS DE LOS EXTRACTOS OBTENIDOS



Eluyente

AcOEt-MeOH 4:6

FIG. 2 PERFIL CROMATOGRAFICO DEL COMPUESTO I



**Eluyente:**  
**AcOEt:MeOH 4:6**

**FIG. 3** PERFIL CROMATOGRAFICO DEL COMPUESTO I RECRISTALIZADO

FIG. 4 ESPECTRO DE IR DEL COMPUESTO I

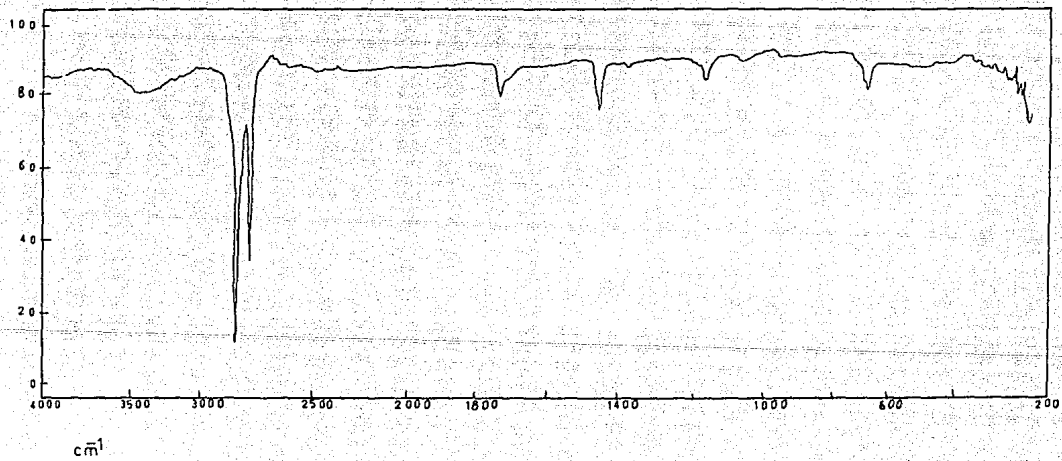


FIG. 5 ESPECTRO DE RMN DEL COMPUESTO I

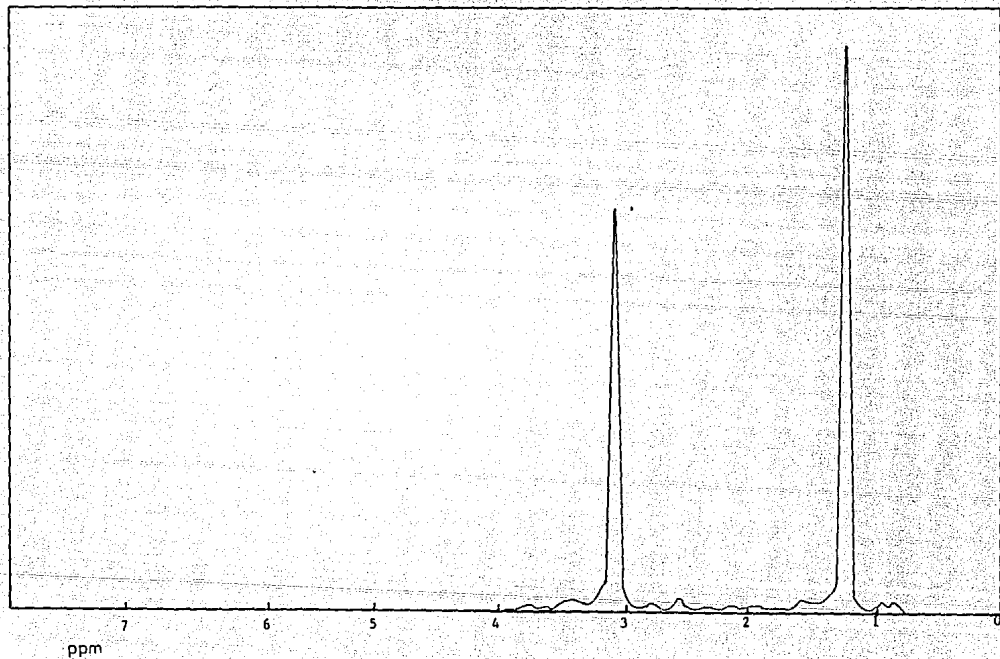




FIG. 6 ESPECTRO DE MASAS DEL COMPUESTO I

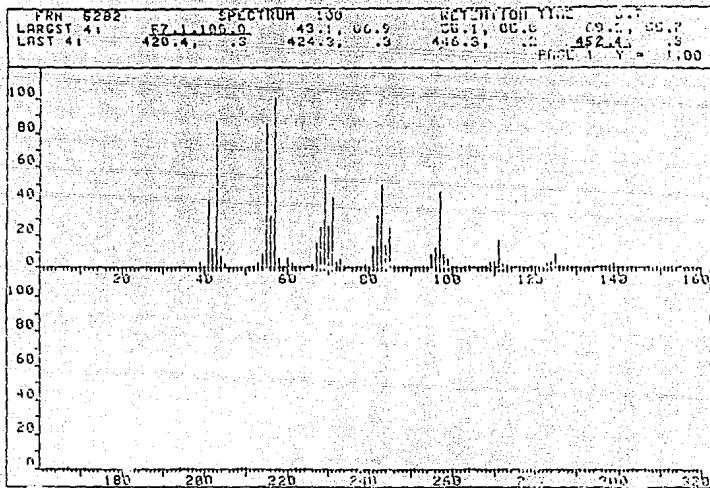


TABLA 2 SEÑALES EN CADA UNO DE LOS ESPECTROS DEL COMPUESTO I

I R		R M N		E M
$\lambda_{max}$	cm <sup>-1</sup>	SEÑAL	ppm	G R U P O
3 400	-OH	0.85	CH <sub>3</sub> -	ION MOLECULAR M <sup>+</sup> = 452 PM = 452 FRAGMENTACION TIPICA DE UNA CADENA HIDROCARBONA DA.
2 950 2 920 2 847	C-H	1.27	-CH <sub>2</sub> -	
1 463	-CH <sub>2</sub> -	1.60	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OH	
1 377	CH <sub>3</sub> -	2.6	-OH	
726 747	-CH <sub>2</sub> -	3.47	$\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{-C-OH} \\   \\ \text{H} \end{array}$	

ALCOHOL GRASO

FORMULA CONDENSADA



FORMULA DESARROLLADA

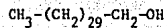
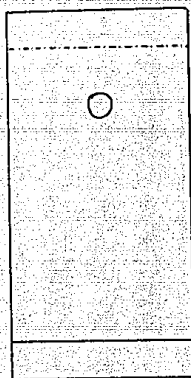


TABLA 3 CARACTERISTICAS DE LAS FRACCIONES OBTENIDAS DE LA CROMATOGRAFIA EN COLUMNA DEL EXTRACTO HEXANICO

FRACCION	FRACCIONES CONTENIDAS	ELUYENTE	CARACTERISTICAS		PESO NETO (g)	RENDIMIENTO (%)
			APARIENCIA	P.F. °C		
A	1-7	HEXANO	CERA BLANCA		0.0046	0.1074
B	8-9	HEXANO	ACEITE AMBAR		0.0212	0.4949
C	10	HEXANO	CERA AMARILLA	52-56	0.1158	2.7034
D	11-12	HEXANO	CERA NARANJA	-	0.4572	10.6735
E	13-15	HEXANO	CERA NARANJA	-	1.2012	28.0125
F	16-19	HEXANO	ACEITE VERDE	-	0.9903	23.1189
G	20 Y 22	HEXANO	CERA AMARILLA	-	0.2742	6.4013
H	21	HEXANO	CERA AMARILLA	97-100	0.1908	4.4543
I	23	HEXANO	CERA AMARILLA		0.0559	1.3050
J	24-27	HEXANO	CERA AMBAR		0.1065	2.4863
K	28-32	HEXANO	CERA AMBAR	65-68	0.1075	2.5096
L	33-40	HEXANO	CERA AMBAR		0.0400	0.9338
M	41-56	HEXANO-a HEX-ACOET 9:1	CERA BLANCA		0.0076	0.1774
N	57-64	HEX-ACOET 9:1	CERA AMARILLA		0.0209	0.4879
R	65-70	HEX-ACOET 9:1	GOHA AMARILLA		0.0175	0.4085
O	71-94	HEX-ACOET 9:1 a HEX-ACOET 7:3	CERA AMARILLA		0.0081	0.1891
P	95-208	HEX-ACOET 7:3 a HEX-ACOET 6:4	ACEITE AMBAR		0.1448	3.3804
Q	209-219	HEX-ACOET 6:4	ACEITE AMARILLO		0.0362	0.8451
R	220-225	HEX-ACOET 6:4 a HEX-ACOET 5:5	SOLIDO BLANCO	223(77-80) 65-68	0.0399	0.9315
S	226-230	HEX-ACOET 5:5	CERA AMARILLA		0.0389	0.9081
T	231-238	HEX-ACOET 5:5	ACEITE AMARILLO		0.0496	1.1579
U	239-249	HEX-ACOET 5:5	ACEITE AMARILLO		0.0512	1.1953
V	250-269	HEX-ACOET 4:6	ACEITE AMARILLO		0.0850	1.9843
W	270-279	HEX-ACOET 3:7	ACEITE AMARILLO		0.0376	0.8778
X	280-285	HEX-ACOET 2:8	ACEITE AMARILLO		0.0289	0.6787
Y	286-315	HEX-ACOET 1:9	ACEITE AMBAR		0.1297	3.0279
Z	316-328	ACOET	GOHA AMBAR		0.0224	0.5229



**Eluyente:**

**Hexano-AcOEt 6:4**

**FIG. 7 PERFIL CROMATOGRAFICO DEL COMPUESTO II**

FIG. 8 ESPECTRO DE UV. DEL COMPUESTO II

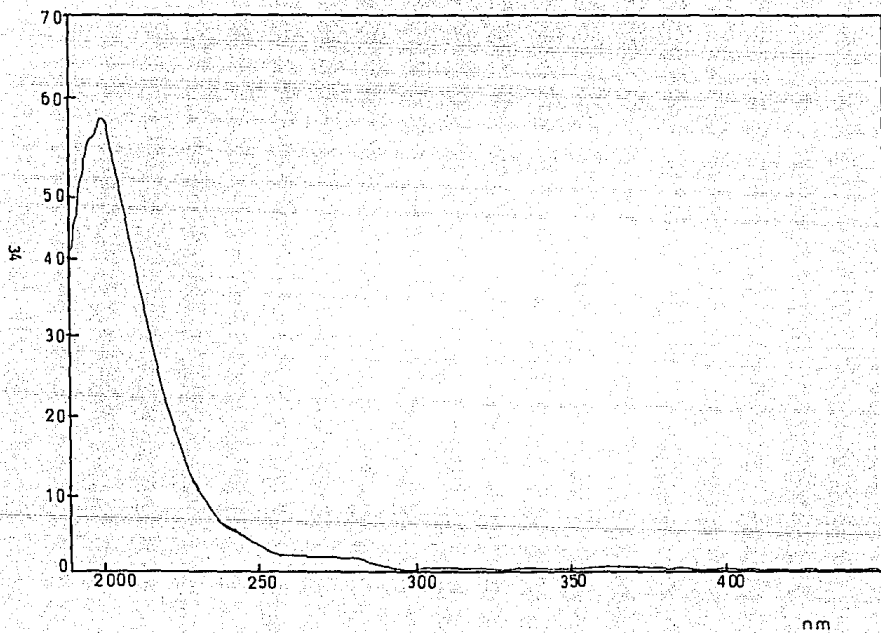


FIG. 9 ESPECTRO DE IR DEL COMPUESTO II

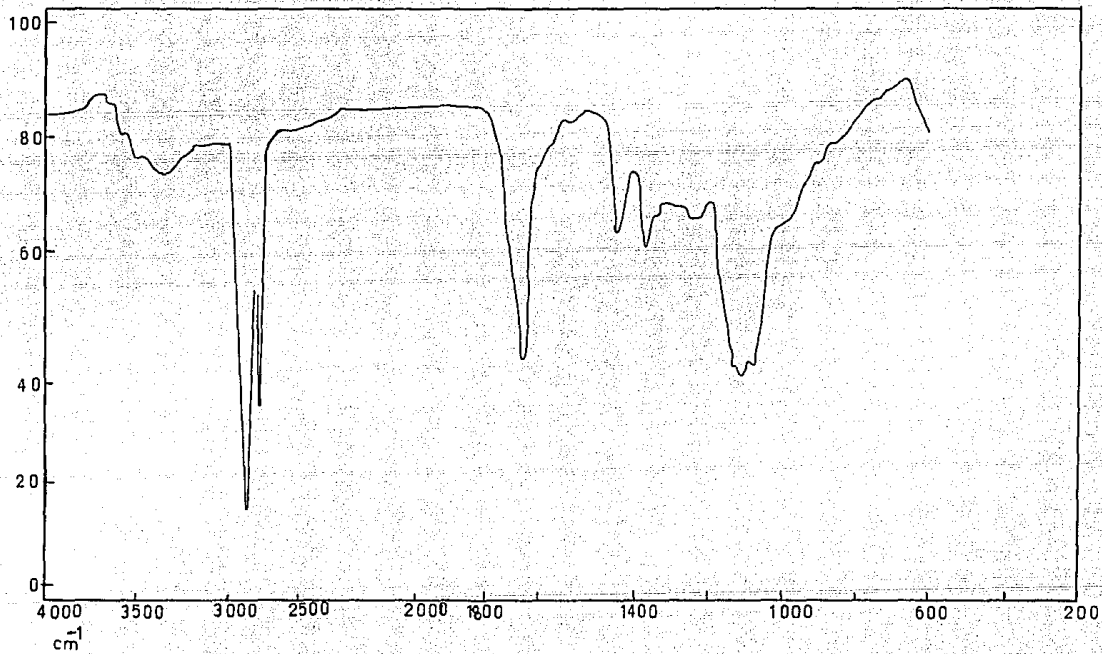


FIG. 10 ESPECTRO DE RMN DEL COMPUESTO II

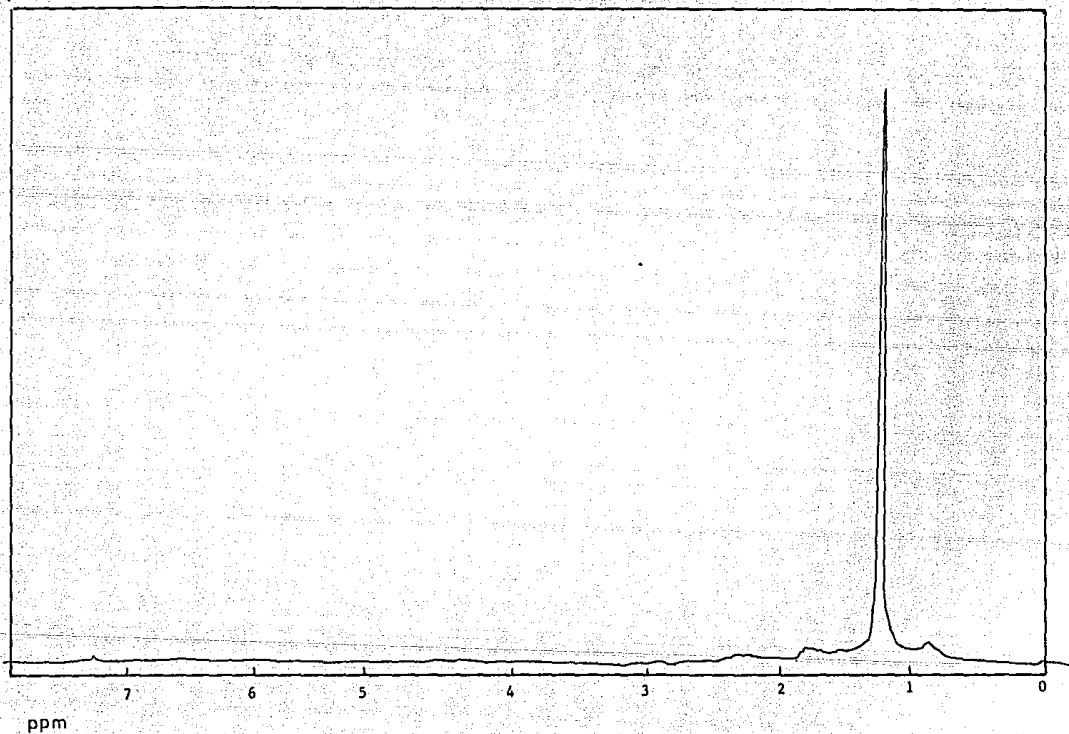


FIG. 11 ESPECTRO DE MASAS DEL COMPUESTO II

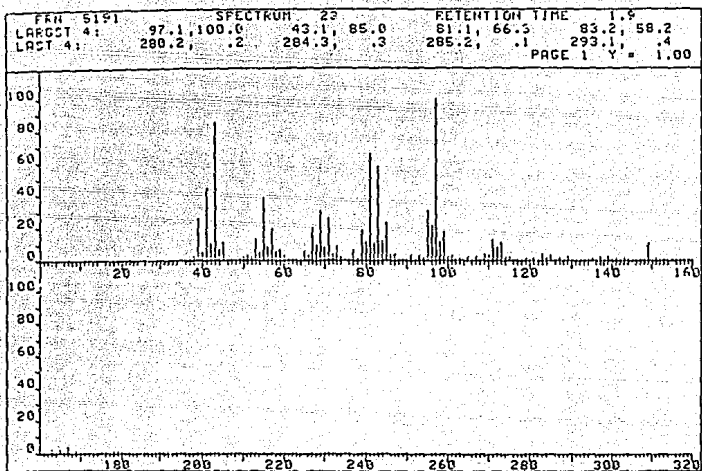




TABLA 4 SEÑALES DE LOS ESPECTROS DEL COMPUESTO II

U V	
$\lambda$ max	nm
191	
193	
197	
200	
250 (h)	
270	
280	

I R		G R U P O	
$\lambda$ max	$\text{cm}^{-1}$		
3350		-OH	
294v		C-H	
2870			
1750 (h)		C=O	
1720			
1470		-CH <sub>2</sub> -	
1380		-CH <sub>3</sub> -	
1120		C=O	

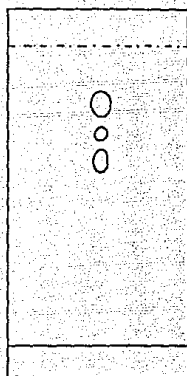
R M N	
SEÑAL	GRUPO
ppm	
0.9	-CH <sub>3</sub> -
1.28	-CH <sub>2</sub> -
1.70	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -C-
1.84	-CH <sub>2</sub> -O-
2.32	-CH <sub>2</sub> -C=O

E M
M <sup>+</sup> 293
Ph-M <sup>+</sup> +1=294
C <sub>18</sub> H <sub>30</sub> O <sub>3</sub>

CERA CON UN OXIDRIL-  
LO Y DOS DOBLES ENLA-  
CES EN LA MOLECULA.

TABLA 5 CARACTERÍSTICAS DE LAS FRACCIONES OBTENIDAS DE LA CROMATOGRAFIA EN COLUMNA DEL EXTRACTO DE ACETATO DE ETILO

FRACCION	FRACCIONES OBTENIDAS	ELUYENTE	CARACTERÍSTICAS	PESO NETO (g)	RENDIMIENTO (%)
A	1-16	HEX-ACOET 95:5	CERA BLANQUECINA	0.0129	0.72
B	17-19	HEX-ACOET 95:5	COMPUESTO CEROSO AMARILLO	0.1985	11.05
C	20-25	HEX-ACOET 95:8	CERA AMARILLA	0.0241	1.34
D	26-29	HEX-ACOET 95:5 a HEX-ACOET 9:1	CERA BLANCA	0.0016	0.09
E	30	HEX-ACOET 9:1	CERA BLANCA AMARILLA	0.1109	6.17
F	31-46	HEX-ACOET 9:1	CERA AMARILLA	0.1205	6.71
G	47-53	HEX-ACOET 85-15	CERA AMARILLA	0.0245	1.36
H	54-56	HEX-ACOET 85:15 a HEX-ACOET 8:2	GOMA AMARILLA	0.0207	1.15
I	57-63	HEX-ACOET 8:2	SOLIDO AMARILLO	0.0734	4.09
J	64-79	HEX-ACOET 8:2	SOLIDO AMARILLO	0.1456	8.11
K	81-94	HEX-ACOET 8:2	GOMA VERDE	0.0668	3.72
L	95-106	HEX-ACOET 8:2 a HEX-ACOET 25:25	GOMA VERDE	0.0304	1.69
LL	107-121	HEX-ACOET 75:25	GOMA VERDE	0.523	29.12
M	122-132	HEX-ACOET 75:25 HEX-ACOET 7:3	GOMA VERDE	0.0315	1.75
N	133-149	HEX-ACOET 7:3 HEX-ACOET 65:25	GOMA CAFE VERDOSO	0.0086	4.79
N	150-156	HEX-ACOET 65:35	SOLIDO AMARILLO	0.0296	1.65
O	157-173	HEX-ACOET 6:4	SOLIDO OCRE	0.0511	2.34
P	174-189	HEX-ACOET 55:45 HEX-ACOET 45:55	GOMA CAFE	0.0387	2.15
Q	190-198	HEX-ACOET 45:55 HEX-ACOET 35:65	SOLIDO CAFE ORO	0.0327	1.82
R	199-207	HEX-ACOET 35:65	SOLIDO CAFE ANARANJADO	0.0298	1.66
S	208-211	HEX-ACOET 35:65	SOLIDO CAFE ANARANJADO	0.0061	0.34
T	212-224	HEX-ACOET 3:7 a HEX-ACOET 25:75	SOLIDO CAFE	0.0199	1.11
U	225-230	HEX-ACOET 2:8	SOLIDO AMARILLO	0.0071	0.40
V	231-238	HEX-ACOET 15:85	SOLIDO AMARILLO	0.0111	0.62
W	239-258	HEX-ACOET 1:9	COMP. CEROSO AMARILLO OPACO	0.0171	0.95
X	259-274	HEX-ACOET 5:95	COMP. CEROSO AMARILLO	0.0149	0.83
Y	275-292	ACOET	COMPUESTO CEROSO AMARILLO	0.0131	0.73
Z	293-318	ACOET-MeOH 95:5	COMPUESTO CEROSO AMARILLO	0.0544	3.03



Eluyente:  
Hexano-AcOEt 9:1

FIG. 12 - PERFIL CROMATOGRAFICO DE LA FRACCION B DE LA CROMATOGRAFIA EN COLUMNA, DEL EXTRACTO DE ACETATO DE ETILO



Eluyente:

Acetato de etilo 100%

FIG. 13 PERFIL CROMATOGRAFICO DEL COMPUESTO III

FIG. 14 ESPECTRO DE UV. DEL COMPUESTO III

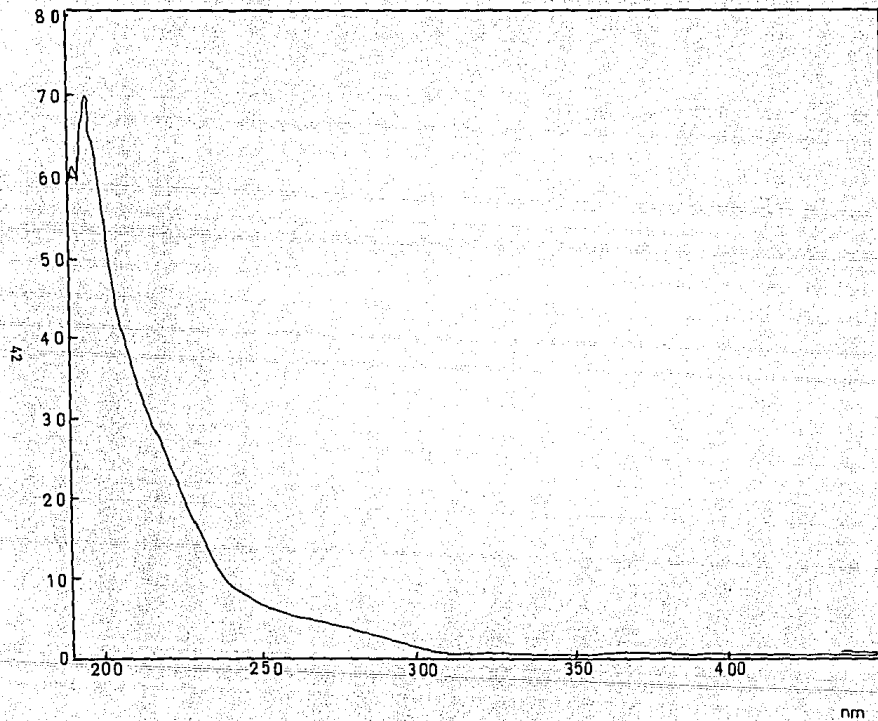


FIG. 15 ESPECTRO DE IR DEL COMPUESTO III

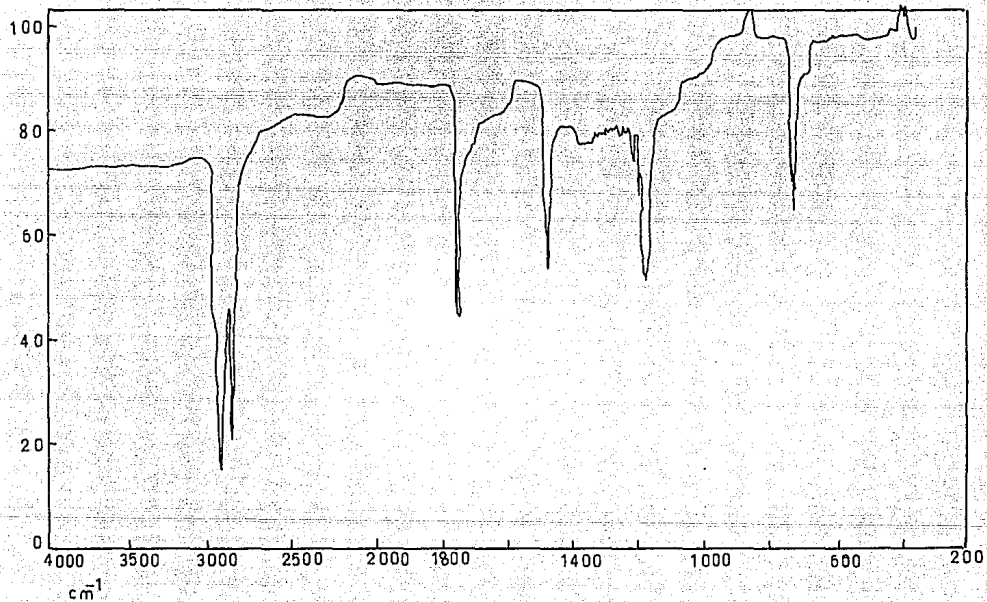


FIG. 16 ESPECTRO DE RMN DEL COMPUESTO III

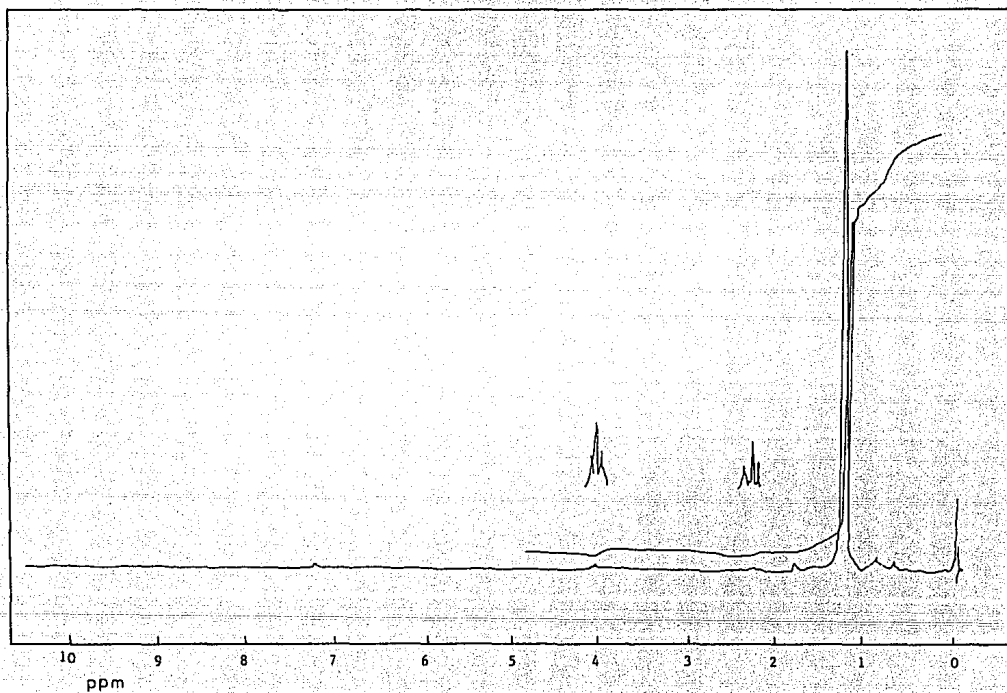
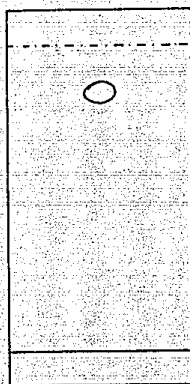


TABLA 6 SEÑALES DE LOS ESPECTROS DEL COMPUESTO III

U V		I R		R M N		
$\lambda_{max}$	nm	$\lambda_{max}$	$cm^{-1}$	SERIAL	ppm	G R U P O
191		2975 (h)		0.86		CH <sub>3</sub> -
195		2930		1.23		-CH <sub>2</sub> -
197 (h)		2865		2.25		CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>
200 (h)		1745		TRIPLETE		 C=O
249		1475				
		1380		3.98		CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>
		1180		TRIPLETE		 O
		725				O=C-R
		740				

CERA CON UNA INSATURACION





**Eluyente:**

**Hexano-AcOEt 95:5**

**FIG. 17 PERFIL CROMATOGRAFICO DEL COMPUESTO IV**

FIG. 18 ESPECTRO DE UV. DEL COMPUESTO IV

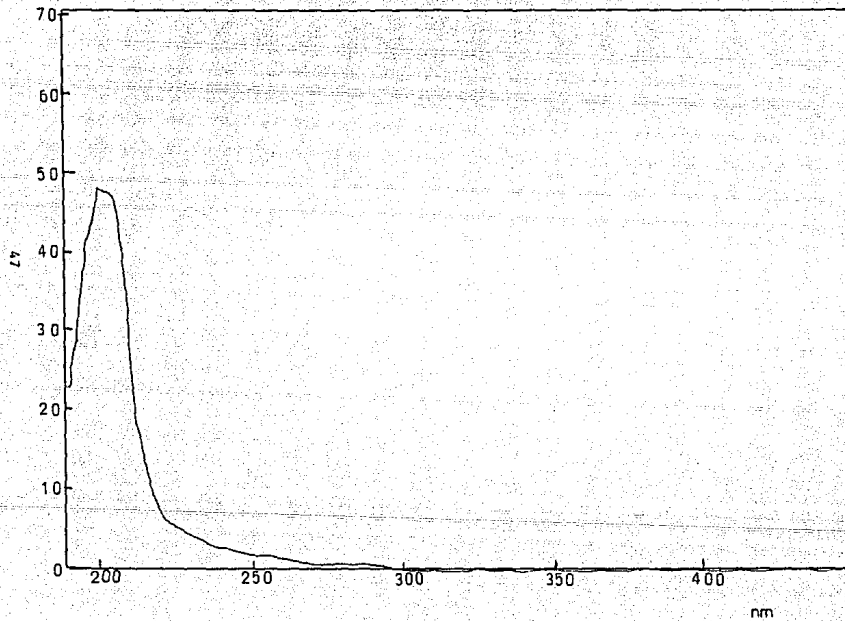


FIG. 19 ESPECTRO DE IR DEL COMPUESTO IV

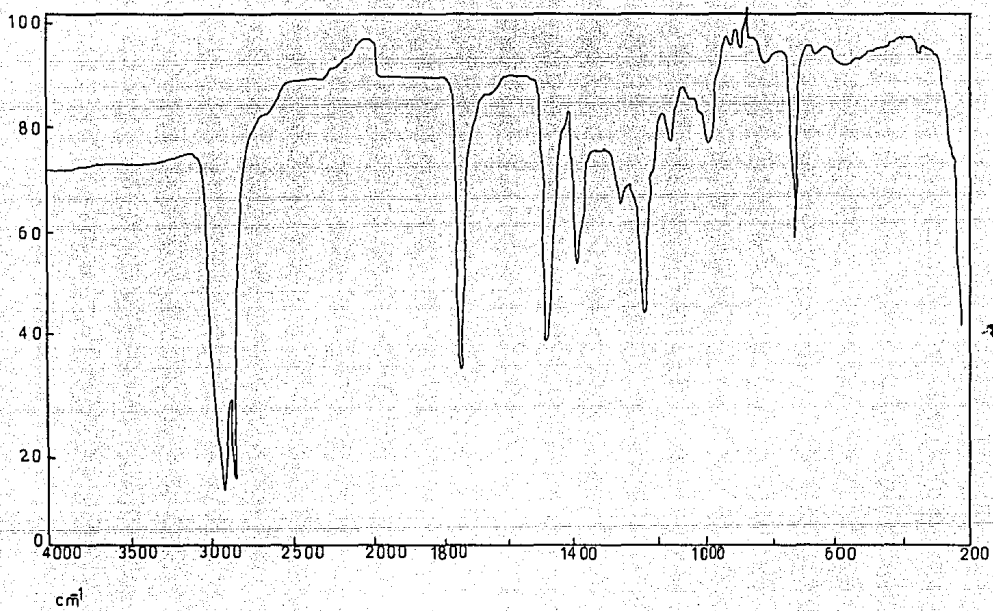


FIG. 20 ESPECTRO DE RMN DEL COMPUESTO IV

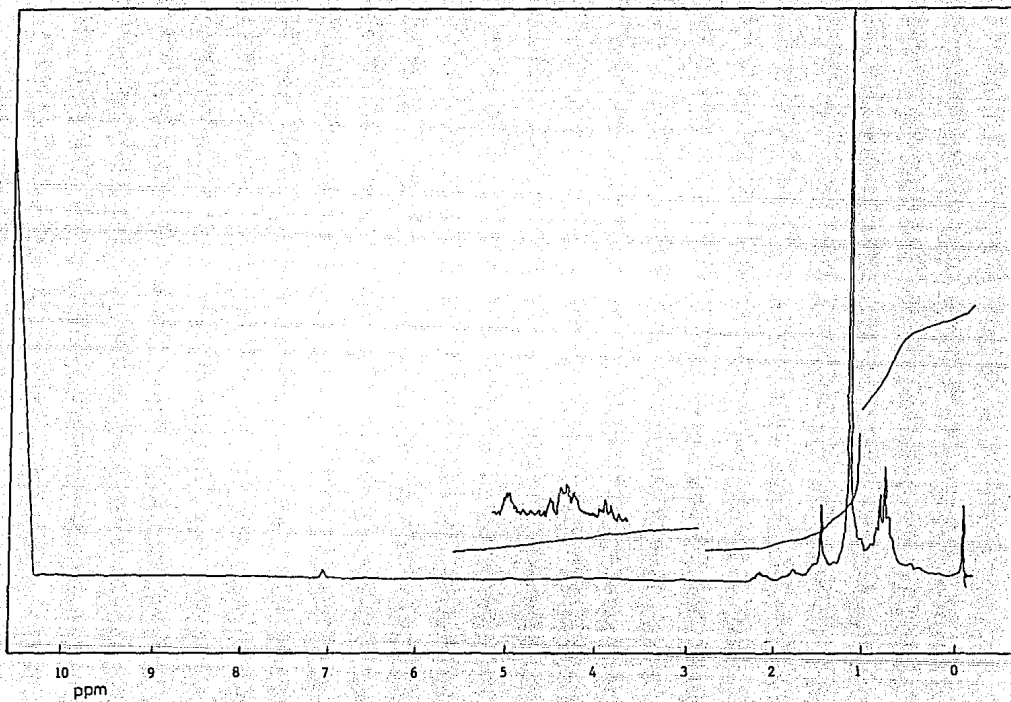
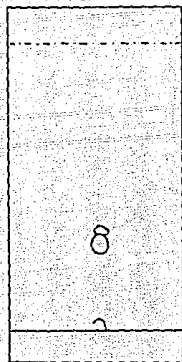


TABLA 7 SEÑALES DE LOS ESPECTROS DEL COMPUESTO IV

U V		I R		R M N	
nm	$\lambda$ max $\text{cm}^{-1}$	GRUPO	SERIAL ppm	GRUPO	
201	2936	C-H	0.70	CH <sub>3</sub> -	
	2870		0.72		
	1745		0.76		
203	1475	C=O	0.80		
	1390	-CH <sub>2</sub> -	0.85		
	1380	-CH <sub>2</sub> -	1.18		
260	1180	CH <sub>3</sub> -	1.50	CH <sub>3</sub> -C=O	
	725 (h)	C=O	1.84	-CH <sub>2</sub> - EN ANILLO	
	740	-CH <sub>2</sub> -	2.2	-CH <sub>2</sub> -C    O	
			3.92	$\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{-C-OH} \\   \\ \text{H} \\   \\ \text{R} \\   \\ \text{R-C-O-C} \\   \quad   \\ \text{H} \quad \text{O} \end{array}$	
			4.38		

COMPUESTO TERPENOIDE CON UNA FUNCIÓN ESTER EN LA MOLECULA.



Eluyente:

butanol:ácido acético:agua 5:1:4

FIG. 21 PERFIL CROMATOGRAFICO DEL COMPUESTO V

FIG. 22 ESPECTRO DE IR DEL COMPUESTO V

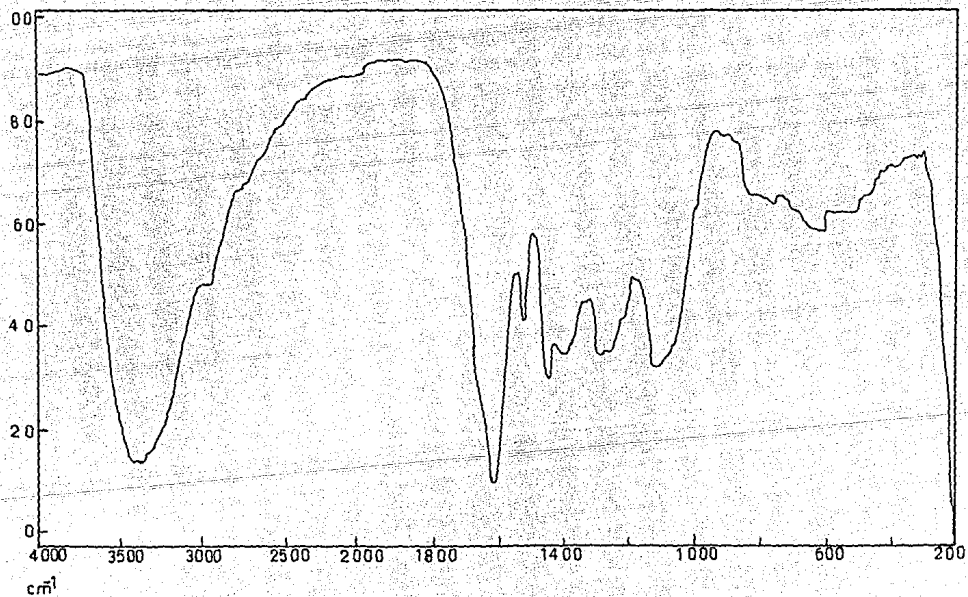


FIG. 23 ESPECTRO DE RMN DEL COMPUESTO V

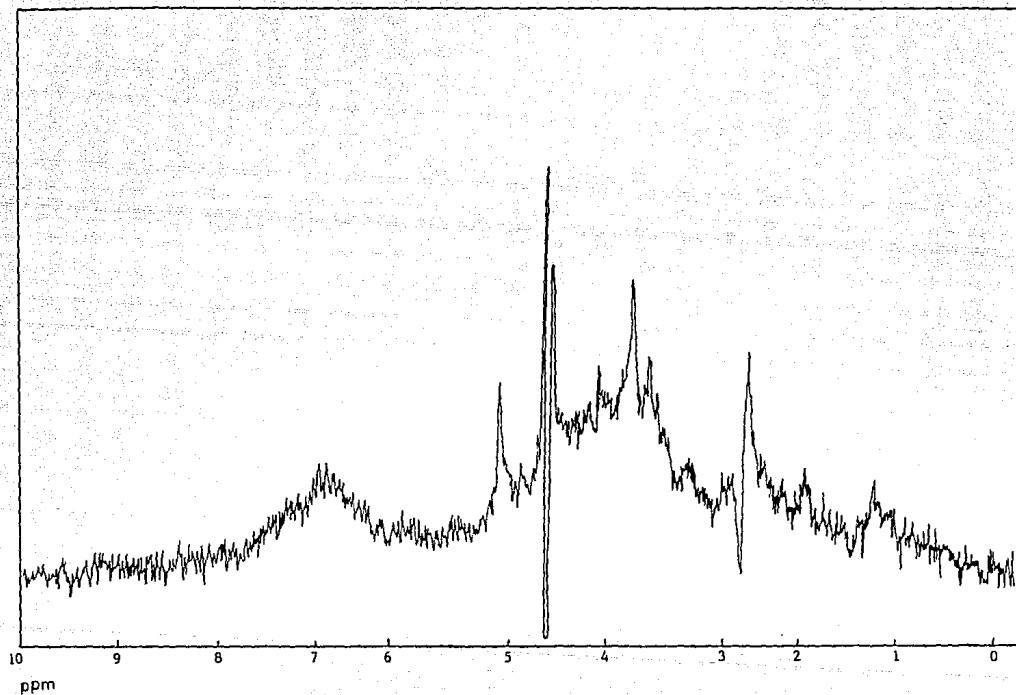




TABLA 8 SEÑALES DE LOS ESPECTROS DEL COMPUESTO V

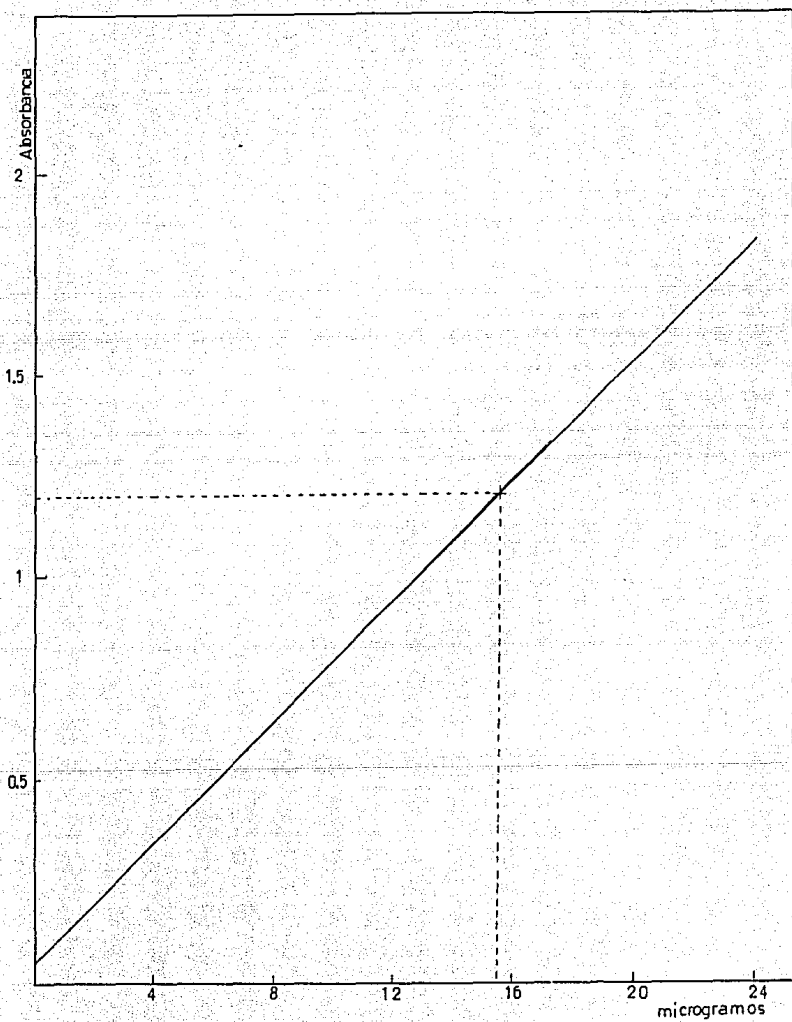
I R

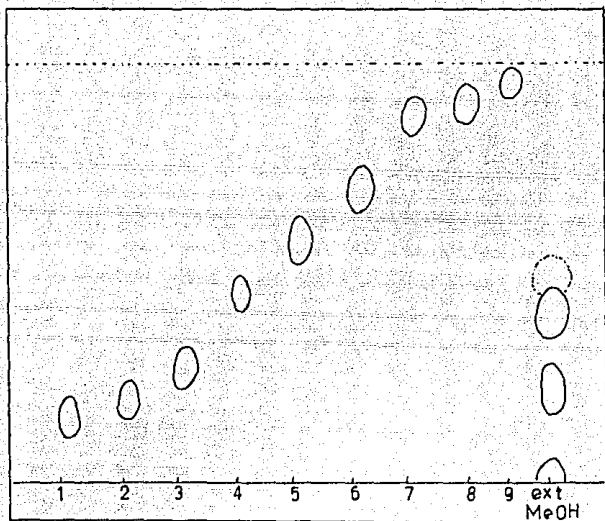
$\lambda$ max	cm <sup>-1</sup>	GRUPO
3 400		OH
BANDA ANCHA INTENSA		
1 620		C=O
1 450		-CH <sub>2</sub> -
1 390		CH <sub>3</sub> -

R M N

SERIAL	ppm	GRUPO
	2.5	-CH <sub>2</sub> -OH
	3.0 - 4.5	$\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{H}-\text{C}-\text{OH} \\   \\ \text{H} \end{array}$
	4.6	CH <sub>3</sub> O
	5.2	H <sup>+</sup> ANOMERICO
	7.0	H <sup>+</sup> AROMATICOS

FIG. 24 CURVA PATRON DE ACIDO TANICO, PARA CUANTIFICACION DE TANINOS.





Eluyente: butanol:ácido acético:agua: 5:1:4

FIG. 25 PERFIL CROMATOGRÁFICO DE LAS FRACCIONES OBTENIDAS EN PLACA PREPARATIVA DEL EXTRACTO METANOLICO.

TABLA 9.- CARACTERISTICAS DE LAS FRACCIONES OBTENIDAS DE LA CROMATOGRAFIA EN PLACA PREPARATIVA DEL EXTRACTO METANOLICO

FRACCION	CARACTERISTICAS		P E S O ( g )
	A P A R I E N C I A	Rf en ccd	
1	C E R A	0.1579	0.0249
2	A C E I T E	0.1974	0.0306
3	S O L I D O	0.2632	0.0590
4	S O L I D O	0.4474	0.0539
5	S O L I D O	0.5789	0.0125
6	S O L I D O	0.7105	0.0390
7	S O L I D O	0.8947	0.0116
8	S O L I D O	0.9210	0.0265
9	S O L I D O	1	0.0268

TABLA 10.- RENDIMIENTOS DE LOS 5 COMPUESTOS OBTENIDOS POR DIFERENTES METODOS DE SEPARACION CON RESPECTO AL PESO SECO DE LA MUESTRA

COMPUESTO	TIPO DE COMPUESTO	EXTRACTO DEL QUE SE OBTUVO	RENDIMIENTO NETO
I	ALCOHOL GRASO	HEXANICO	1.5%
II	CERA CON OXIDRILLO Y 2 DOBLES ENLACES	HEXANICO	0.05%
III	CERA CON UNA INSATURACION	ACETATO DE ETILO	0.026%
IV	TERPENOIDES CON UNA FUNCION ESTER	ACETATO DE ETILO	0.040%
V	TANINO	METANOLICO	1.99%

## RESULTADOS Y DISCUSION

De los tres extractos obtenidos, el que tuvo mayor rendimiento fué el extracto metanólico, constituyendo el 10.57% del peso total de la muestra procesada, seguido del extracto hexánico, con un 7.26%, y del extracto de acetato de etilo, con un 2.86% (Tabla 1).

De las cromatografías en capa delgada de los extractos (fig. 1) se observa que:

Los compuestos que están constituyendo el extracto hexánico tienen un gradiente de polaridad pequeño (1 eluyente de desplazamiento); este gradiente aumenta en los compuestos que se encuentran en el extracto de acetato de etilo (2 eluyentes de desplazamiento) y se hace aún más marcado en los del extracto metanólico (3 eluyentes de desplazamiento).

### ANALISIS DE LOS EXTRACTOS OBTENIDOS.

#### EXTRACTO HEXANICO.

Del extracto hexánico se obtuvo un producto (compuesto I), por precipitación, que presentó un perfil cromatográfico con 2 manchas (fig. 2), por lo que se purificó por medio de una recrystalización, controlando la pureza por ccd (fig. 3). El compuesto I pesó 338.9 mg, tuvo un punto de fusión de 84-86°C y se analizó espectrométricamente, (figs. 4, 5 y 6). De este análisis (tabla 2) se deduce que es un alcohol graso de 31 áto--

mos de carbono. Este mismo compuesto se encontró en Jatropha malacophylla (Barrios, 1988).

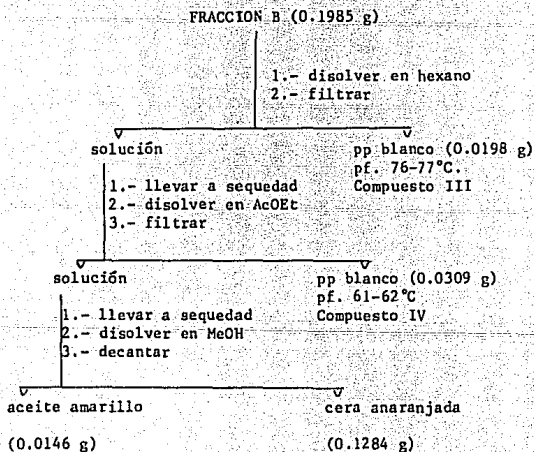
#### CROMATOGRAFIA EN COLUMNA.

El extracto proveniente de la filtración del compuesto I se utilizó para una cromatografía en columna. De esta separación se obtuvieron 328 fracciones que se reunieron en 27 nuevas fracciones. La mayoría de estas fracciones, según se observa en los perfiles cromatográficos de control, son mezclas de consistencia cerosa o aceitosa, que requieren de una posterior separación. Muy pocas presentan perfiles cromatográficos de compuestos puros, y de estas sólo la fracción R se obtuvo en cantidad suficiente para sus análisis espectrométricos. Esta fracción constituyó el compuesto II, sólido blanco, con un peso de 411 mg y un punto de fusión 77-80°C y se analizó espectrométricamente. Los resultados que arrojaron estos análisis (figs. 8, 9, 10 y 11), y cuyas señales las encontramos contenidas en la tabla 4, nos conducen a pensar en la presencia de una cera con un oxhidrilo y dos dobles enlaces en la molécula, de fórmula condensada  $C_{18}H_{30}O_3$  y peso molecular de 294.

#### EXTRACTO DE ACETATO DE ETILO.

#### CROMATOGRAFIA EN COLUMNA.

El extracto de acetato de etilo se sometió a una cromatografía en columna de gel de sílice, obteniéndose 319 fracciones que se reunieron en 28 nuevas fracciones. Estas fracciones, de acuerdo con sus perfiles cromatográficos, son mezclas, por lo que se deduce que los compuestos que constituyen este extracto son de polaridad semejante. Sin embargo, se pensó que la fracción B, que tuvo una separación bien delimitada en la cromatografía en columna, podría ser susceptible de purificación, a pesar de haberse obtenido en pequeña cantidad. Esta fracción se sometió a una separación con dos disolventes de diferente polaridad de acuerdo con el siguiente esquema:



ESQUEMA 1.- Separación de compuestos por filtración fraccionada.



El análisis de los espectros del compuesto III (tabla 6) indica que se trata de una cera con una insaturación. Debido a que no se pudo tener el espectro de masas, no se determinó su fórmula tentativa. Los resultados de la espectrometría del compuesto IV (tabla 7) evidencian la presencia de una sustancia terpenoide con una función éster en la molécula. Debido a la ausencia de E. N. tampoco se propone fórmula tentativa.

#### EXTRACTO METANOLICO.

De este extracto, por precipitación con MeOH, se obtuvo el compuesto V, sólido de color café ocre, que se oxida fácilmente al aire, adquiriendo un color café oscuro. Este compuesto pesó 1.3498 g y tuvo un punto de fusión de 145°C (d). De acuerdo a su perfil cromatográfico (2 manchas) podemos suponer que se trata de una sustancia pura y de su producto de oxidación (fig. 21). Los espectros de IR y de RMN (figs. 22 y 23; tabla 8) evidencian la presencia de un producto fenólico, presumiblemente taninos. Esta hipótesis se corroboró al resultar positiva la prueba de gelatina-sal y la de Price.

Como también la prueba para flavonoides resultó positiva, se dedujo la presencia de taninos condensados. Para confirmarla se hizo una hidrólisis por el método de Bate (1977), obteniéndose absorción en el espectrofotómetro a 545 y 560 nm, característica del núcleo flavonoidico.

La cuantificación de los taninos se hizo por el método de Price y se encontró que en 1 mg del compuesto V hay 15.7 microgramos de taninos, cal-

culados como ácido tánico.

#### CROMATOGRAFIA EN PLACA PREPARATIVA.

Las 9 fracciones de la separación de compuestos por placa preparativa, del extracto metanólico, muestran perfiles cromatográficos de compuestos puros (fig. 25), pero ninguna se separó en cantidad suficiente para su análisis espectrométrico.

## CONCLUSIONES

### EXTRACTO HEXANICO.

Del extracto hexánico se aislaron y caracterizaron 2 compuestos, un alcohol graso, de fórmula  $C_{31}H_{64}O$  y peso molecular de 452, y una cera, con un oxhidrilo y 2 dobles enlaces en la molécula, de fórmula  $C_{18}H_{30}O_3$  y peso molecular de 294.

### EXTRACTO DE ACETATO DE ETILO.

Del extracto de acetato de etilo se aislaron 2 compuestos puros, una cera insaturada y un compuesto terpenoide con una función ester en la molécula.

### EXTRACTO METANOLICO.

Del extracto metanólico se aislaron taninos y se caracterizaron con taninos condensados.

## B I B L I O G R A F I A

- 1.- Ballantine, J.A.. 1969. The isolation of two esters of the naphthaquinone alcohol, shikonin, from the shrub Jatropha glandulifera. *Phytochemistry* 8:1587-1590.
- 2.- Banerji, J., B. Das, A. Chatterjee, and J. N. Shoolery, 1984. Gadain, a lignan from Jatropha gossypifolia. *Phytochemistry*. 23(10):2323-2327.
- 3.- Barrios H., S. L.. 1988. Aislamiento de algunos metabolitos secundarios de extractos de Jatropha malacophylla (Euphorbeaceae). Tesis de Licenciatura, Fac. de Cienc. U.N.A.M.
- 4.- Bate-Smith, E. C.. 1977. Astringent tannins of Acer species. *Phytochemistry* 16:1421-1426.
- 5.- Cronquist, A.. 1981. An integrated system of classification of flowering plants. Columbia University Press. Nueva York.
- 6.- Chatterjee, A., B. Das, C. Pascard, and T. Prange. 1981. Crystal structure of lignan from Jatropha gossypifolia. *Phytochemistry* 20(8):2047-2048.

- 7.- Dehgan, B.. 1982. Comparative anatomy of the petiole and infrageneric relationships in Jatropha (Euphorbiaceae). Am. J. Bot. 69(8):1283-1295.
- 8.- Dehgan, B., and G. L. Webster. 1979. Morphology of the Genus Jatropha University of California Publications in Botany. 24:1-74.
- 9.- Dekker. 1987. Studies of south african medicinal plants, Jaherin a new daphnane diterpene with antimicrobial properties from Jatropha zeyheri. S. Afr. J. Chem. 40(1):74-76.
- 10.- Domínguez, X. A. y Rengifo G. R. V.. 1968. Estudio químico de la "mala mujer", Jatropha urens, Mill. Aislamiento de un nuevo triterpeno, el urensol. Rev. Soc. Quim. Mex. 13(3):118A-121A.
- 11.- Domínguez, X. A., G. Cano, R. Franco, A.M. Villarreal, W.H. Watson y B. Zabel. 1980. Rioloatrione, a new class of diterpene from Jatropha dioica var. sessiliflora. Phytochemistry (10):2468.
- 12.- Guevara F.,P.. 1988. Análisis químico comparativo de hojas y latex de cuatro especies del género Jatropha (Euphorbiaceae). Tesis de Licenciatura, Fac. de Cienc., U.N.A.M.
- 13.- Gupta, R. C.. 1985. Pharmacognostic studies on "Dravanti" part-I Jatropha curcas Linn. Proc. Indian. Acad. Sci. 94(1):65-82.

- 14.- Jiménez R., J.. 1982. Contribución al conocimiento del género Jatropha en México. Tesis de Licenciatura, Fac. de Cienc., U.N.A.M.
- 15.- Jiménez R., J.. 1985. Dos especies nuevas del género Jatropha en México. Cac. Suc. Méx. XXX(1):80-84.
- 16.- Kozhiparambil, K., Purushothaman and S. Chandrasekharam. 1979. Jatropholones A and B, new diterpenoids from the roots of Jatropha gossypifolia (Euphorbiaceae)-crystal structure analysis of Jatropholone B. Tetrahedron. 11:979-980.
- 17.- Kupchan S., M., C. W. Sigel, M. J. Matz, C. J. Gilmore, and R. F. Bryan. 1976. Structure and stereochemistry of Jatrophone, a Novel Macrocyclic diterpenoid tumor inhibitor. J. Amer. Chem. Soc. 98(8): 2295-2300.
- 18.- Parthasarathy, M. R. and P. Saradhi K. 1984. A coumarino lignan from Jatropha glandulifera. Phytochemistry 23(4):867-869.
- 19.- Price M. L. and Butler L. G.. 1977. Rapid visual estimation and spectrophotometric determination of tannin content of sorghum grain. J. Agric. Food. Chem. 25(8):1268-1273.

- 20.- Rzedowski, J.. 1988. Vegetación de México, Editorial Limusa - México.
- 21.- Subramanian, S., S. Nagarajan, and N. Sulochana. 1971. Flavonoids of some Euphorbiaceous plants. *Phytochemistry* 10:2548-2549.
- 22.- Torrence, S. J., R. M. Wiedhopf and J. R. Cole. 1976. Antitumor agents from Jatropha macrorhiza (Euphorbiaceae). II. Isolation and characterization of Jatrophatrione. *J. Org. Chem.* 41(10):1855-1857.
- 23.- Villarreal, A. M., y X. A. Domínguez. 1988. Citlalitrione, a new diterpene from Jatropha dioica var. sessiliflora. *J. Nat. Prod.* 51(4):749-753.