

Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUÍMICA

División de Estudios Superiores

" ESTUDIO QUÍMICO DE BEAUCARNEA GRACILIS "

T E S I S

Que para obtener el grado académico de Maestro en Ciencias Químicas
(Síntesis de Fármacos)

Presenta el Químico

FRANCISCO COLL MANCHADO

275



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA:

PRESIDENTE:	Dr. Francisco Giral G.
VOCAL:	Dra. Carmen Rivera
SECRETARIO:	Dr. Eugene A. Bratoeff
1er. SUPLENTE:	Dra. Ofelia Espejo
2° SUPLENTE:	Dr. Jorge Reyes

Sitio donde se desarrolló el tema: Laboratorio de Química Farmacéutica y Productos Naturales. División de Estudios Superiores, Facultad de Química.

SUSTENTANTE: Francisco Coll Manchado

ASESOR DEL TEMA: Dra. Carmen Rivera.

La realización de los estudios de Maestría fue posible gracias a la beca brindada por U.N.E.S.C.O. y a la ayuda posterior que otorgó la División de Estudios Superiores de la Facultad de Química de U.N.A.M.

Queremos hacer patente nuestro
agradecimiento al Dr. Francisco
Giral, cuya valiosa ayuda permitió
la ejecución de este trabajo.

Nuestro reconocimiento a la Dra.
Carmen Rivera por la acertada -
dirección y asesoramiento de es
te trabajo.

Nuestro agradecimiento al Dr.
Jorge Reyes por su valiosa -
ayuda en la sección de grasas
del presente trabajo.

"ESTUDIO QUÍMICO DEL RIZOMA DE BEAUCARNEA GRACILIS"

CAPITULOS

- I.- Introducción.
- II.- Parte Teórica.
- III.- Parte Experimental.
- IV.- Discusión y Resultados.
- V.- Conclusiones.
- VI.- Bibliografía.

I. INTRODUCCION

Desde su origen el hombre ha dependido de la naturaleza para su subsistencia, de ella ha obtenido alimentos, vestidos y los materiales necesarios para construir sus viviendas. A medida que el hombre ha ido evolucionando la explotación de los re cursos naturales se ha intensificado; hoy en día, además de obtener en mayores cantidades los medios anteriores, el hom bre extrae de la naturaleza numerosas sustancias que consti tuyen la base de los procesos industriales de nuestra época. Por citar sólo algunos ejemplos mencionaremos el de los acei tes que sirven de base a la industria de barnices, jabones, la cas y perfumes, además de ser empleados extensamente por el hombre en la preparación de sus alimentos. Otro ejemplo muy importante es el de la diosgenina descubierta por Marker en la Dioscorea Mexicana (1), quien además encontró el méto do para transformarla en un importante intermediario (2) que hoy en día es la base fundamental de la industria de hormonas esteroides de México. Este descubrimiento hizo que el precio de la cortisona descendiera de 200 dólares el gramo has-

ta 4 dólares (3). La industria de hormonas esteroides suministra el material necesario para la producción de 3/4 a 2/3 del total de hormonas esteroides consumidas en el mundo. Este volumen de producción contribuye en forma importante a la economía del país como se ilustra en el cuadro siguiente (3).

EXPORTACION DE MEXICO EN HORMONAS ESTEROIDES

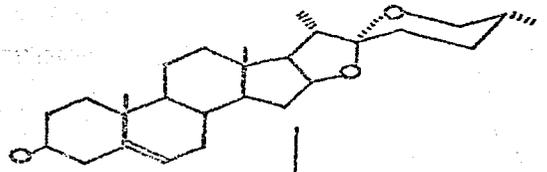
	<u>1960</u>	<u>1961</u>	<u>1962</u>	<u>1963</u>	<u>1964</u>	<u>1965</u>
Valor en Millones de pesos mexicanos	101.1	158.5	186.2	186.3	139.3	172.7
Peso en toneladas	119,9	161,1	159,1	145,3	141,6	155,6

Estos dos ejemplos son lo suficientemente estimulantes como para justificar el incremento de los estudios que se realizan en el campo de los productos naturales sin tener en cuenta las enormes sorpresas que aún nos aguardan ocultas en las inexploradas regiones que abundan en nuestros países.

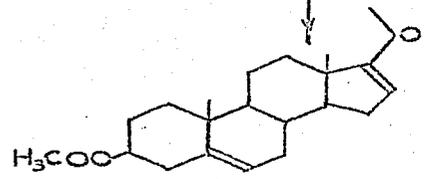
II. PARTE TEORICA

La Diosgenina es uno de los principales componentes de la *Beaucarnea gracilis*, aunque la cantidad de la misma es muy pequeña como para poder utilizarla en la industria de hormonas esteroideas de México. Como se sabe, al tratar dicha saponina con anhídrido acético a 200°C bajo presión y posteriormente oxidar el producto de dicha reacción se obtiene el acetato de 16 deshidropregnenolona con un rendimiento que oscila entre 40 y 45 por ciento, la cual, como se ilustra en los siguientes esquemas, es un intermediario en la obtención de muchas sustancias esteroideas que la industria farmacéutica Mexicana produce y que constituye una ayuda considerable a la economía del país.

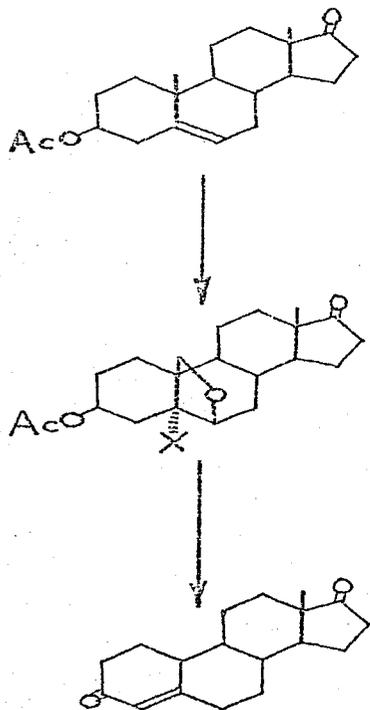
BARBASCO



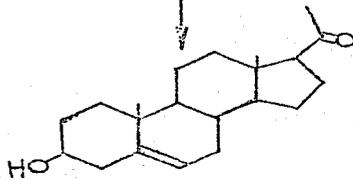
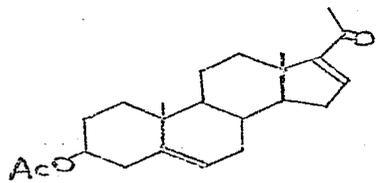
DIOSGENINA



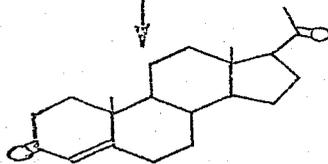
ACETATO DE 16-DESHIDROPREGNENOLONA



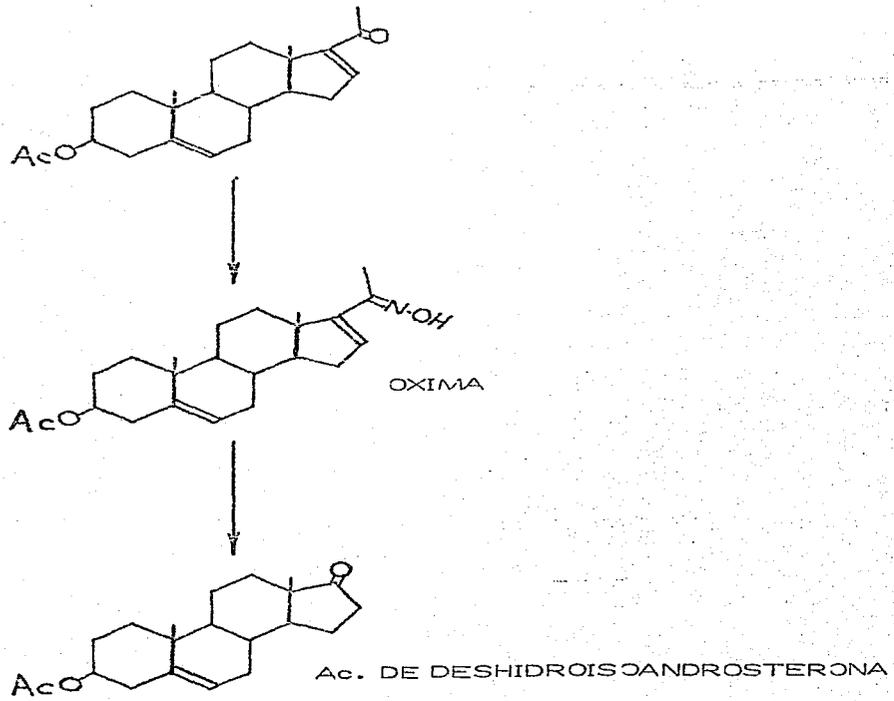
NORENDIOL A

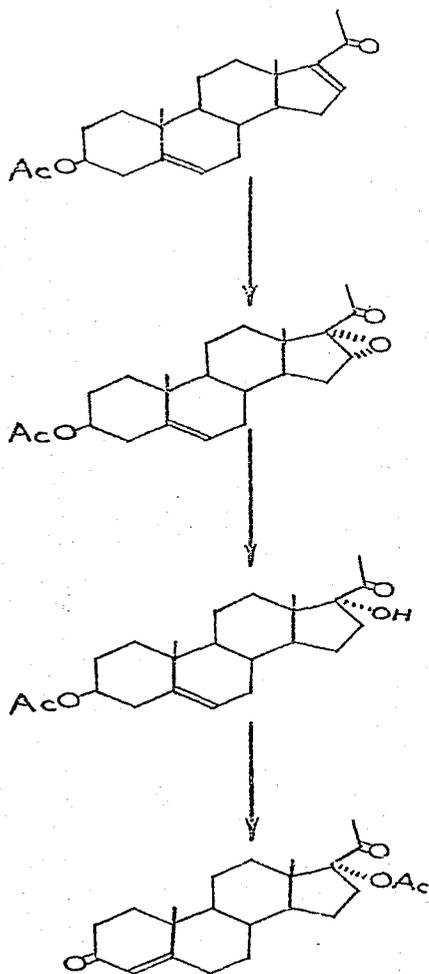


PREGNENOLONE

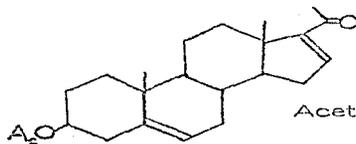


PROGESTERONE

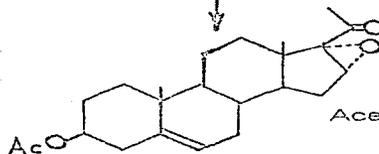




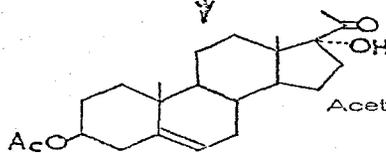
17 -ACET OXIPROGESTERONA



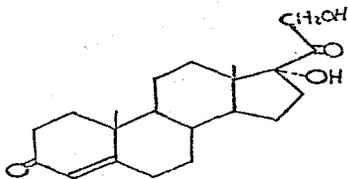
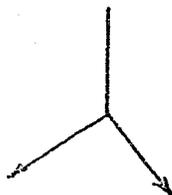
Acetato DE 16-DESHIDROPREGNENOLONA



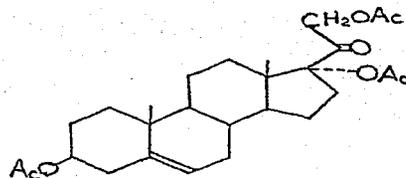
Acetato DE EPOSSIPREGNENOLONA



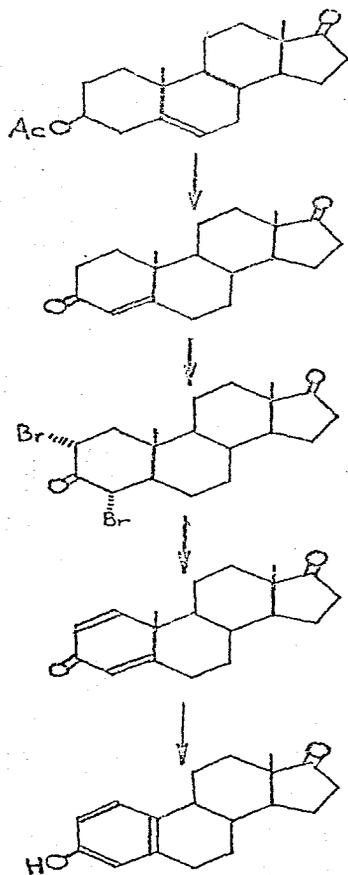
Acetato DE 17-HIDROXIPREGNENOLONA



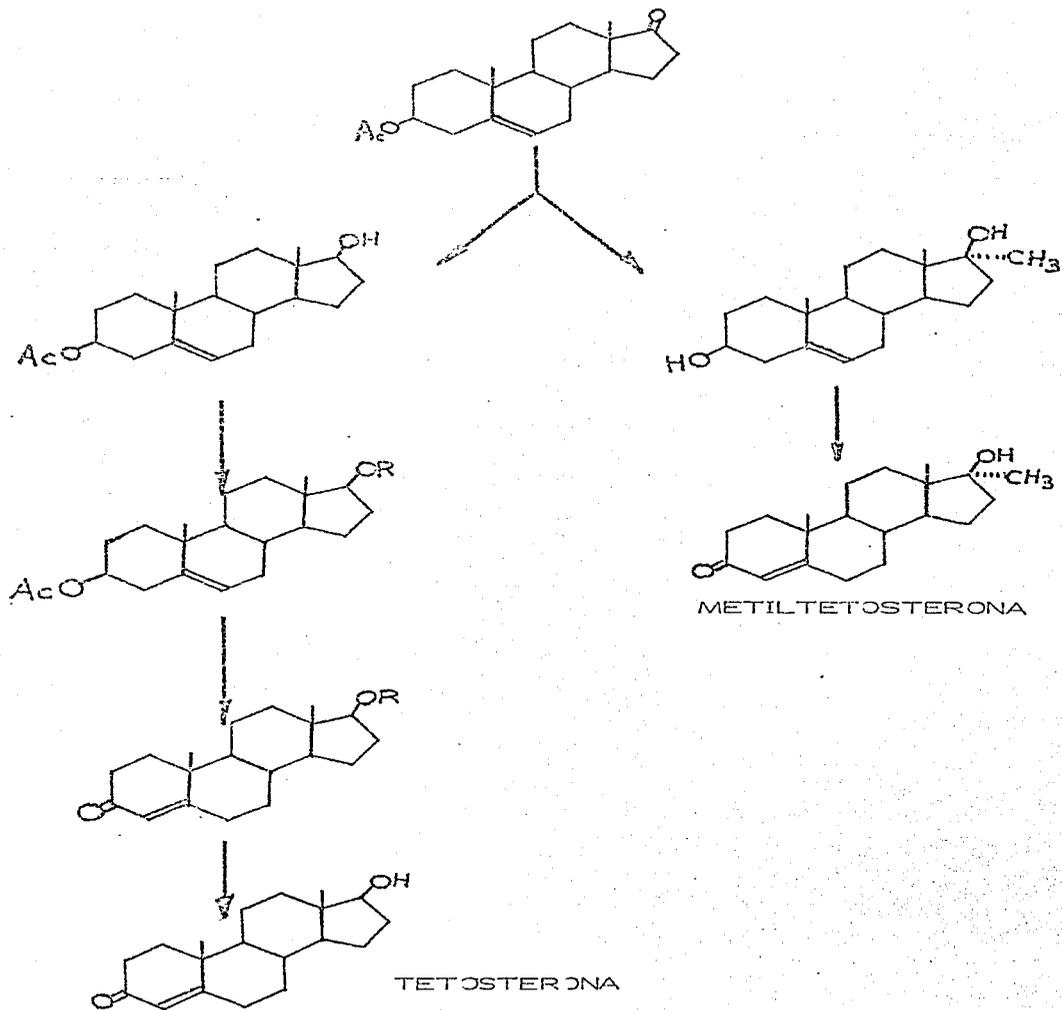
COMP. "S" DE REICHSTEIN



TRIACETATO DE 17-21 DIHIDROXIPREGNENOLONA



ESTRONA



III. PARTE EXPERIMENTAL

La clasificación botánica de la *Beaucarnea gracilis*, (4) la sitúa entre la familia de las liliáceas; posee un enorme rizoma que puede llegar a pesar más de 100 kg. El rizoma estudiado en el presente trabajo, pesó 70 kg. y el proceso seguido con el mismo se puede dividir en dos partes:

- Estudio de las grasas.
- Estudio de la mezcla de esteroides.

El estudio de la grasa se realizó empleando los métodos actuales; es decir, saponificación de la grasa y liberación de los ácidos, seguido de la esterificación de los mismos con diazometano y análisis de los ésteres por cromatografía gas-líquido, previa purificación de los mismos por cromatografía en columna. Los resultados obtenidos se encuentran dentro de los límites esperados para una liliácea (5).

La mezcla de esteroides obtenida por la extracción con heptano después de la hidrólisis del rizoma, fue separada por cromatografía en columna y de las 8 fracciones se estudiaron las tres más abundantes. Dos de estas fracciones estaban constituidas por los mismos componentes pero en diferentes cantidades y en

su estudio fue necesario emplear la cromatografía gas-líquido mediante la cual utilizando los métodos de tiempos de retención y de estándar interno tanto para las fracciones como para los derivados acetilados, se determinó la presencia de colesterol, B-sitosterol y una sustancia desconocida.

En el estudio de la tercera fracción se encontró diosgenina y su caracterización fue hecha empleando además de los puntos de fusión, los espectros de infrarrojo, de masas y de resonancia ---magnética nuclear, tanto de dicha fracción como de su derivado acetilado

Además esta sapogenina fue caracterizada, mediante cromatografía gas-líquido de su acetato y de su derivado silitado.

ESQUEMA DE TRABAJO

1.2 Kg. de planta seca y molida

Desengrasa con hexano

Residuo sólido

Hidrólisis con HCl
Neutralización y Filtración

Solución acuosa de
azúcares

Residuo sólido húmedo

Lavado con agua, secado al
aire y tratado con heptano

Residuo sólido

Solución heptánica de saponinas

Concentración en rotovapor
22.7 g. de saponinas crudas

Separación por cromatografía

Fracción #3
Colesterol
y B-Sitos-
terol.

Fracción #4
Colesterol
y B-Sitos-
terol.

Fracción #5
Diosgenina

19.3 g. de grasa

Saponificación

Jabones e insaponifi-
cables

Eter de petróleo

Insaponificables

Jabones

HCl hasta ph 2

Acetato de etilo

Solución de ácidos libres
en acetato de etilo

Acetato de etilo

CH₂N₂ en éter

Esteres metílicos impuros

Purificación por cromato-
grafía en columna

Esteres metílicos puros

Cromatografía gas-líquido

PARTE EXPERIMENTAL

EXTRACCION DEL RIZOMA DE LA BEAUCARNEA GRACILIS

Un lote de 1.2 kg. de planta seca y molida se trató con hexano en un Soxhlet, hasta que pruebas realizadas no dieron señales de grasa. El disolvente fue eliminado al rotovapor, obteniéndose un residuo de color ambar oscuro que pesó 19.3 g. La planta desengrasada se hidrolizó, calentándola a reflujo durante 8 horas con una solución de 12 litros de HCl 10%. La mezcla de reacción se filtró y lavó con NaHCO_3 hasta PH 7, después de lavarla con agua, la torta se secó al aire durante tres días. Una vez seca, la torta fue tratada durante 82 horas con heptano y por último se eliminó éste al vacío, dejando un residuo de 22.7 g. de sapageninas crudas.

A continuación se procedió a buscar las condiciones adecuadas para separar la mezcla de sapogeninas crudas por medio de una columna cromatográfica, resultando el sistema adecuado de los probados el de Benceno-Acetona (90:10), en el que se podían observar en la placa hasta 8 manchas.

SEPARACION

Se procedió a montar una columna de cromatografía en las siguientes condiciones:

Muestra: 15 g. de sapageninas crudas.

Adsorbente: 1500 g. de Gel de Sílica de la Merck
(0.033-0.200 mm)

Eluyente: Benceno-Acetona (90:10)

Velocidad de Flujo: 3 ml. por minuto.

Fracciones Colectadas: 1000 de 10 ml. cada una.

Después de realizar el control mediante cromatografía de placa delgada, se redujeron a 8 fracciones, de las cuales se estudiaron las tres más abundantes.

PURIFICACION

A la fracción # 3 se le hizo una cromatografía de placa delgada con patrones de diferentes esteroides empleando el mismo sistema de disolventes que el de la columna, notándose que al ser revelada con $H_2SO_4 5N.$, las manchas correspondientes a los testigos colesterol y β -sitosterol, adquirían una coloración lila y tenía un R_f similar, por lo que dicha fracción se corrió con esos patrones en diferentes medios:

Rf x 100

<u>Sistema Eluyente</u>	<u>Fracción #3</u>	<u>Coolesterol</u>	<u>B-Sitosterol</u>
Cloroformo: Acetona 90+10	70	73	71
Ciclohexano: Ac. Etilo 70+30	39	40	40
Ciclohexano: Ac. Etilo 50+50	21	24	17
Benceno: Ac. Etilo 90+10	25	27	25

La fracción #3 se recristalizó de etanol produciendo un punto de fusión de 136°C. Demasiado bajo tanto para el coolesterol como para el B-sitosterol. Por otra parte como los resultados del -- cuadro anterior nos indican era imposible separar por cromatografía en columna dicha fracción en sus componentes por lo que se decidió utilizar una técnica más concluyente como es la cromatografía gas-líquido.

La fracción #4 se trató de igual forma obteniéndose resultados -- similares a excepción del punto de fusión el cual fue de 138.5°.- En vista de estos resultados se procedió a estudiar ambas fracciones por cromatografía gas-líquido.

Primeramente se buscaron las condiciones adecuadas utilizando una mezcla de patrones de coolesterol y de B-sitosterol, siendo --

las mejores las siguientes:

Columna:	SE-30 al 3%
	Longitud 5 pies
	Diámetro interior 1/8 pulg.
Temp. Columna:	235°C.
Temp. Inyector:	272°C.
Temp. Detector:	230°C.
Flujo Nitrogeno:	40 ml/min.
Presión:	25 kg/cm ² .
Atenuación:	x 10
Velocidad Carta:	0.1 pulg/min.

La resolución se puede apreciar en el cromatograma #1.

Se procedió al análisis de las fracciones 3 y 4 siguiendo las mismas condiciones que para los estándares encontrando como resultado tres picos, dos de los cuales presentan tiempos de situación iguales a los obtenidos para colesterol y B-sitosterol. Para comprobar los resultados se siguió el método de "estandar interno" observándose el incremento en el área de los picos confirmando el resultado inicial.

Estos resultados se observan en los cromatogramas 2, 3, 4 y 4'.

Mezcla de patrones

Equipo Perkin Elmer 211
Columna acero inox 5E-30370
Dim. Columna long 3' dia. int 1/8"
Temp. Columna 235°
Temp. Inyector 270
Temp. Detector 232
Flujo Nitrogeno 40 ml/min
Presion Hz 25 Kg/cm²
Atenuacion x10
Velocidad Curia 0.1 pulg/min

COLECTOR

3-10-1968

Cromatograma

Fracción 3
Equipo : Perkin Elmer 811
Columna : SE-30 6%
Temp. Columna : 252°C
Temp. Inyector : 290°C
Temp. Detector : 249°C
Flujo : 54.5 ml/min
Presión : H₂ 25 kg/cm²

B. Sitosterol
65.65%

27.48%

1. Colesterol 6.88%

Cromatograma 2

Fraccion 4

Fraccion 5

Fraccion 3 con
standards de
B-sitosterol y
Colesterol

Equipo Perkin Elmer 511
Columna acero inox SE30 3%
Dim. Columna 100 x 5' diámetro 1/8"
Temp. Columna 225°C
Temp. Inyector 272°C
Temp. Detector 232°C
Flujo Nitrogeno 10 ml/min
Presion 25 Kg/cm²
Atenuacion
Velocidad Carta 0.1"/min

Colesterol

B-sitosterol

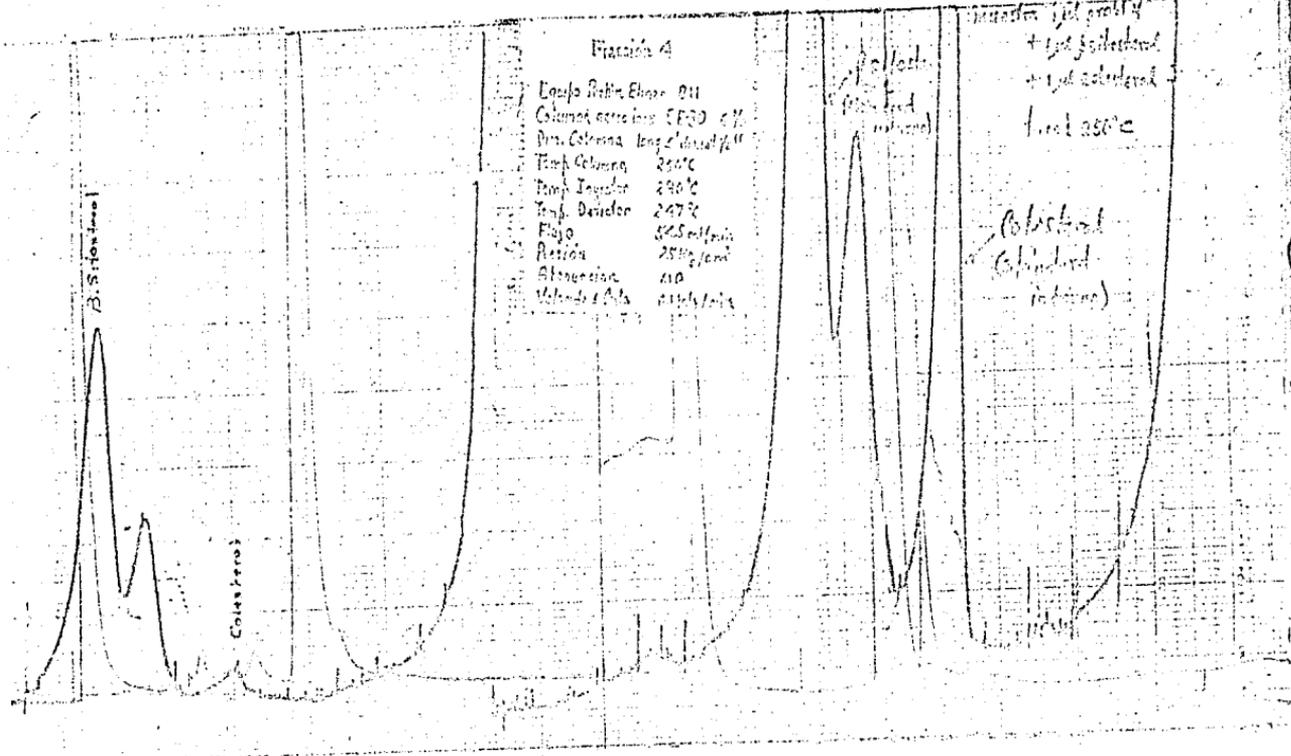
Colesterol

B-sitosterol

Colesterol

B-sitosterol

Cromatograma 3



Fracción 4

Equipo Retin, Elmer 811
 Columna columna SF30 2%
 Pres. Columna longitud 2 1/2"
 Temp. Columna 250°C
 Temp. Inyector 240°C
 Temp. Detector 247°C
 Flujo 365 ml/min
 Retención 25 1/2 /min
 Absorción 110
 Velocidad 1.5 ml/min

cholesterol
 (cholesterol)

Detector: 1 ml alcohol
 + 1 ml glicérol
 + 1 ml alcohol
 Temp 250°C

cholesterol
 (cholesterol)

B. S. cholesterol

cholesterol

De los cromatogramas anteriores se puede inferir que las fracciones #3 y #4 están constituidas por los mismos componentes, aunque al calcular las cantidades de dichos componentes por medio del método de triangulación se observó que éstos eran dife-
rentes en cada fracción.

	%Colesterol	%B-sitosterol	%Compuesto desconocido
Fracción 3	6.88	65.65	27.48
Fracción 4	3.2	31.3	65.5

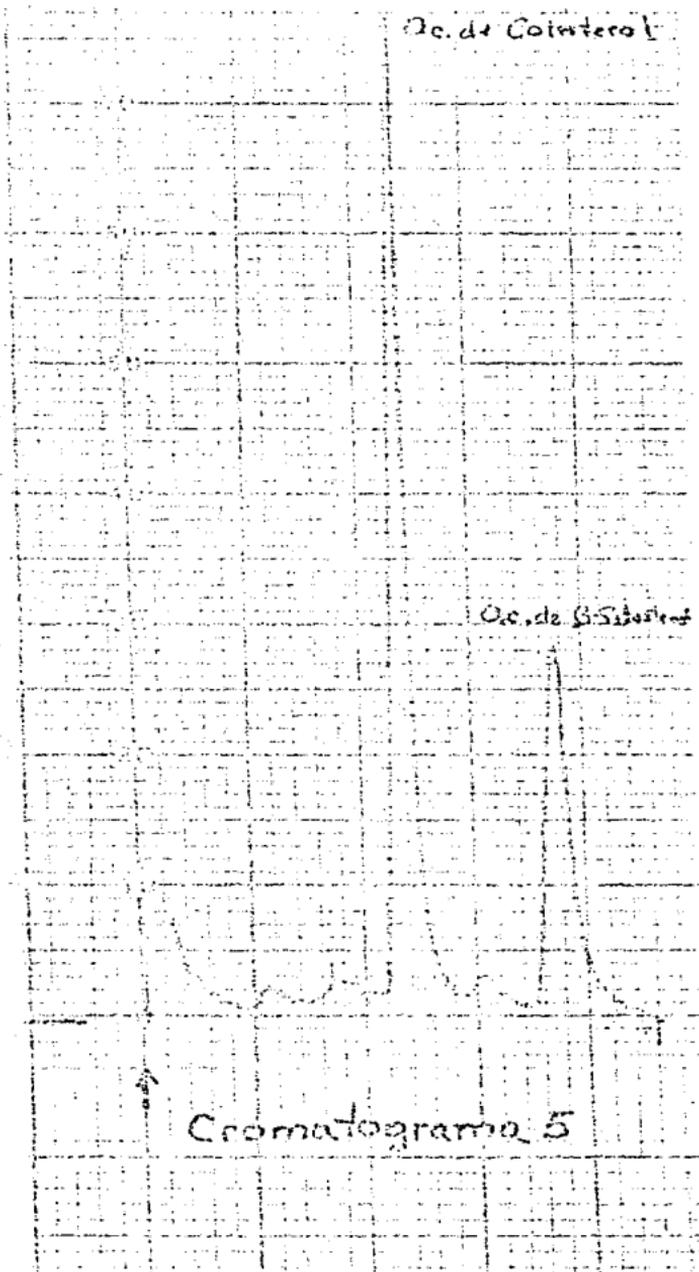
Derivado de la Fracción #4

60 mg. de la fracción #4 se acetilaron, disolviéndolos en 1 ml. de piridina y añadiendo 0.5 ml de anhídrido acético y calentándolo a reflujo durante 2 horas. Se vertió sobre metanol y se concentró -- al vacío; posteriormente se eliminó la piridina residual agregan-
do benceno y destilando el azeótropo (6).

Antes de analizar por cromatografía gas-líquido la fracción #4 -- acetilada, se procedió a averiguar si en las condiciones anterior-
mente empleadas se obtenía una buena resolución, para lo cual -- se inyectó primero una mezcla de acetatos de colesterol y de --
B-sitosterol notándose que la resolución era buena, según se pue-
de observar en el cromatograma #5.

Patrones

Equipo Perkin Elmer 311
Columna acero inox. SE-30 3%
Dim. Columna long 5' dia. int. 1/8"
Temp. Columna 235°C
Temp. Inyector 272°C
Temp. Detector 232°C
Flujo Nitrogeno 40 ml/min
Presion 25 Kg/cm²
Atenuacion X10
Velocidad Carta 0.1 pulg/min



Cromatograma 5

Los tiempos de retención absolutos son de 11.2 min. para el acetato de colestero_l y 18.1 min. para el acetato de B-sitos-
terol.

Se inyectó el acetato de las fracciones #4 obteniéndose 2 picos con idénticos tiempos de retención que los testigos, por lo tanto se comprobaron los resultados por el método de estandar interno, lo cual se aprecia en los cromatogramas 6 y 7.

Ca. Fracción 7

Ca. Fracción 4 con Ca. de
Petróleos

Ca. 2.5 ml/min

Ca. 2.5 ml/min

Ca. 2.5 ml/min

Ca. 2.5 ml/min

Equipo Pirkin Elmer 311
Columna acero inox. SE-30, 3%
Dim. Columna long 5' dia. int 1/8"
Temp. Columna 233°C
Temp. Inyector 272°C
Temp. Detector 230°C
Flujo Nitrogeno 40 ml/min
Presion 25 Kg/cm²
Atenuacion x10
Velocidad Carta 0.1 partg/min

Cromatograma 6

Equipo Perkin Elmer 311
 Columna acero inox. SE-30 3%
 Dim. Columna long. 5' dia. int. 1/8"
 Temp. Columna 235°C
 Temp. Inyector 272°C
 Temp. Detector 232°C
 Flujo Nitrogeno 40 ml/min.
 Presión Hidrogeno 25 Kg/cm²
 Atenuación Variable
 Velocidad Carta. 0.1 pulg/min.

Acetatos
 Fracción 4

Ac. Fracción 4
 + Ac. Colesterol
 + Ac. B-Sitosterol
 [Standards int.]

Ac. Colesterol

Ac. B-Sitosterol

$$\frac{H. Ac. Colest.}{H^*} = 0.25$$

$$\frac{H. Ac. B-Sitost.}{H^*} = 1.63$$

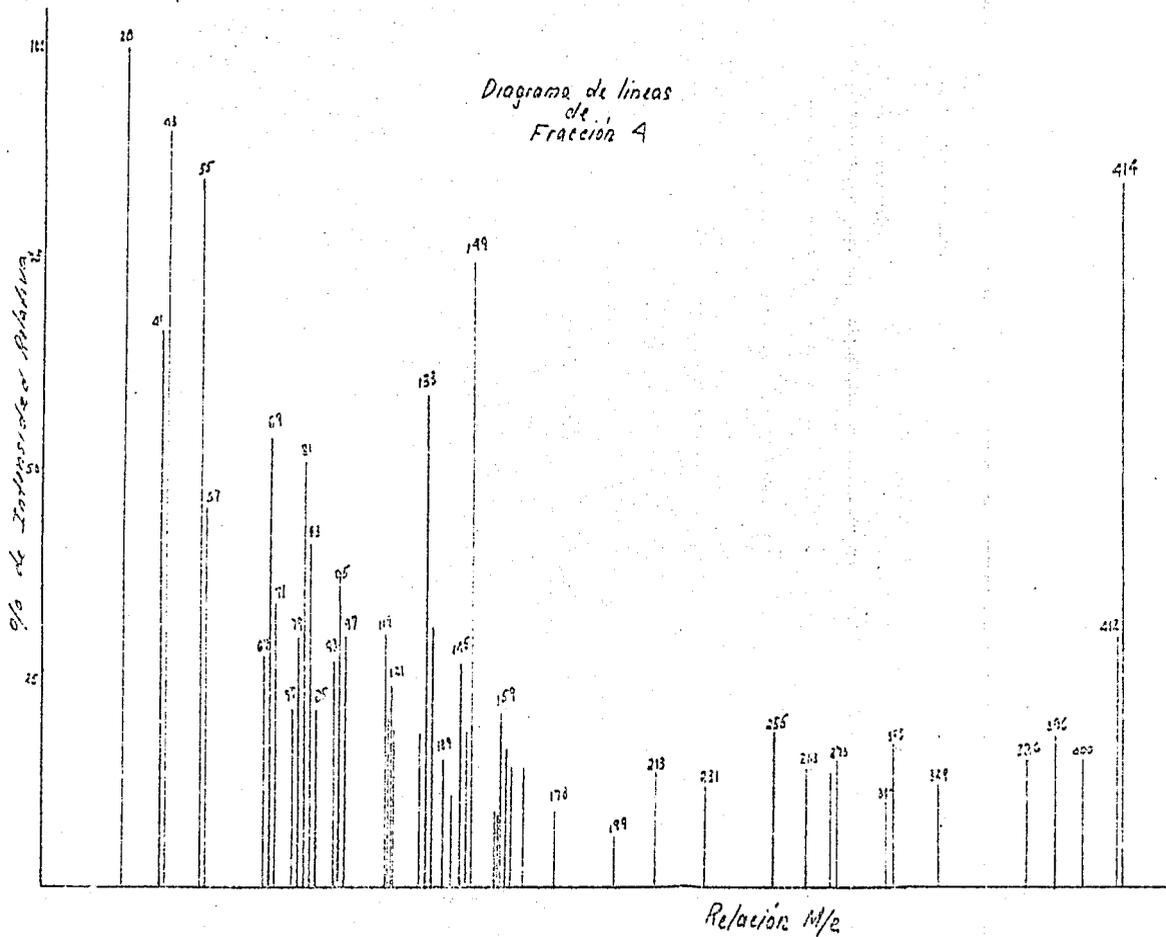
$$\frac{H. Ac. Colest.}{H^*} = 0.93$$

$$\frac{H. Ac. B-Sitost.}{H^*} = 2.32$$

A la fracción #4 de punto de fusión 138.5°C se le hizo un espectro de masas pudiéndose observar que es una mezcla de un compuesto de PM 386 y otro de PM 414.

El diagrama de líneas de dicho espectro se muestra a continuación.

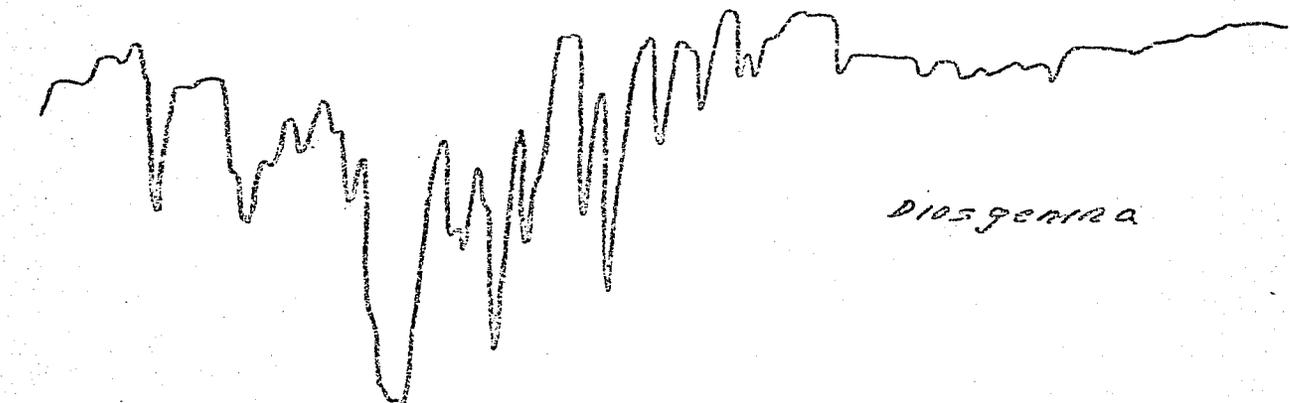
Diagrama de líneas
de
Fracción 4



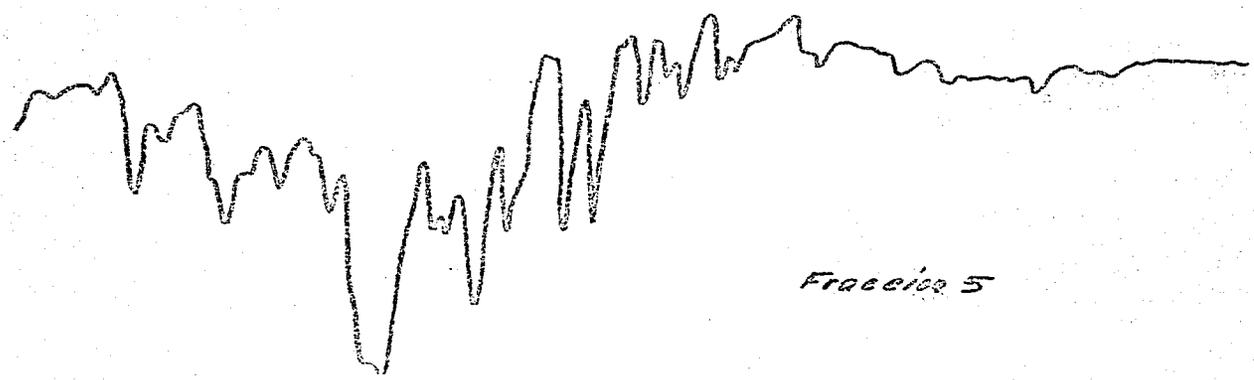
La fracción #5 se corrió en cromatografía de capa delgada con patrones de esteroides utilizando como disolvente el mismo sistema que el de la columna, notándose que dicha fracción tenía el mismo Rf que los patrones de diosgenina y yamogenina y que al ser revelada con $5H_2SO_4$ adquiría una coloración rosca salmón similar a la de dichas sapogeninas. La fracción #5 se cristalizó en acetona primero y etanol después obteniéndose un sólido cristalino de punto de fusión $198.5^{\circ}C$.

A una parte de la fracción #5 purificada se le hicieron espectros de infrarrojo, masas y RMN. El espectro de IR de la fracción #5 se comparó primero con el espectro de IR de un patrón de yamogenina y después con otro de diosgenina.

Los espectros anteriores y su comparación se muestran en los espectros 1 y 2.

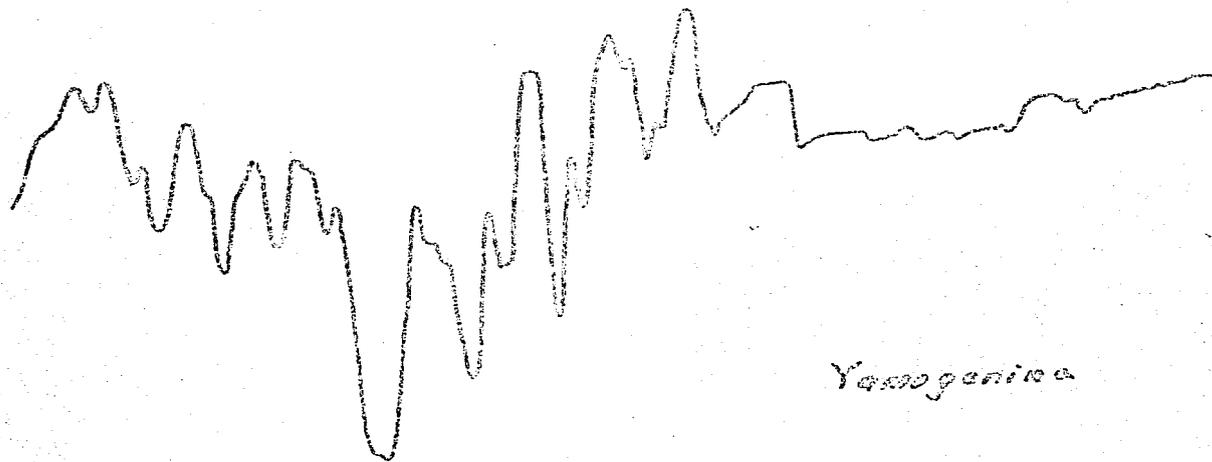


Diosgenina

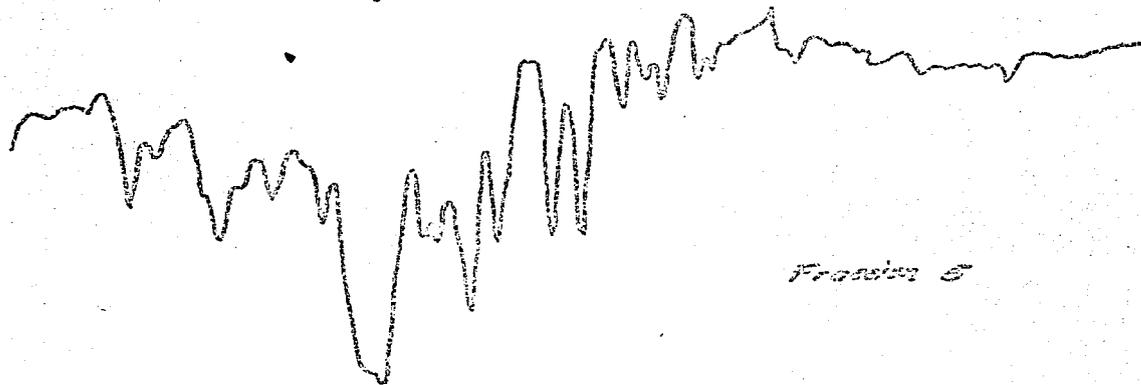


Fracción 5

1300 1200 1100 1000 900 800 700 600 500



Yamogenina



Frasier 5

1300

1200

1100

1000

900

800

700

600

500

Derivado de la fracción #5

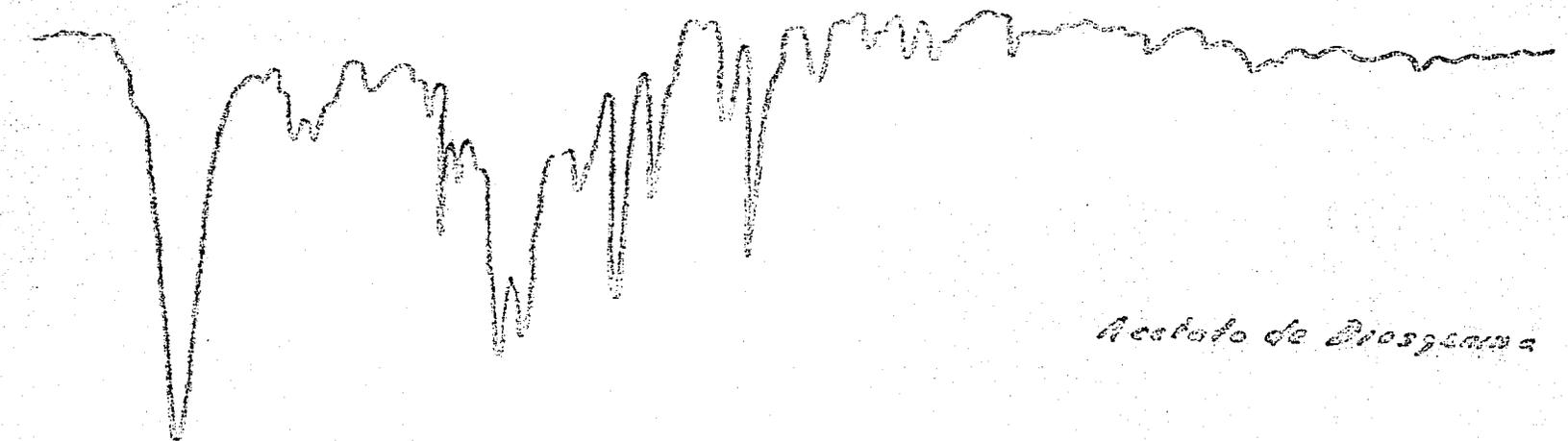
50 mg. de la fracción #5 se acetilaron disolviéndolos en 1 ml. de piridina, agregándole 0.5 ml. de anhídrido acético recién destilado y calentando dicha mezcla a reflujo durante dos horas (6). Una vez eliminada la piridina y purificado el acetato obtenido se enviaron muestras del mismo a IR y RMN.

El espectro de IR del acetato de la fracción #5 se comparó con el espectro del acetato de diosgenina, notándose una coincidencia pico a pico entre las bandas de dichos espectros.

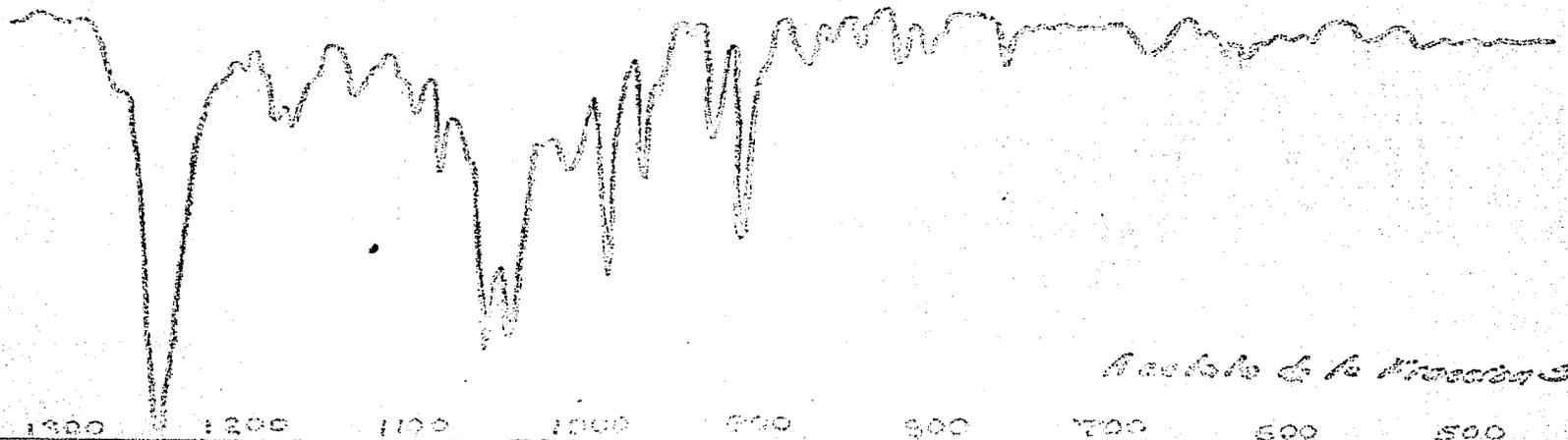
Lo anterior se aprecia en el espectro 3 y la RMN en el espectro 4.

Al acetato de la fracción #5 se le determinó el punto de fusión y se le hizo un punto de fusión de mezcla, obteniéndose los siguientes resultados:

Punto de fusión de diosgenina	197.5°C
Punto de fusión de mezcla	197°C.

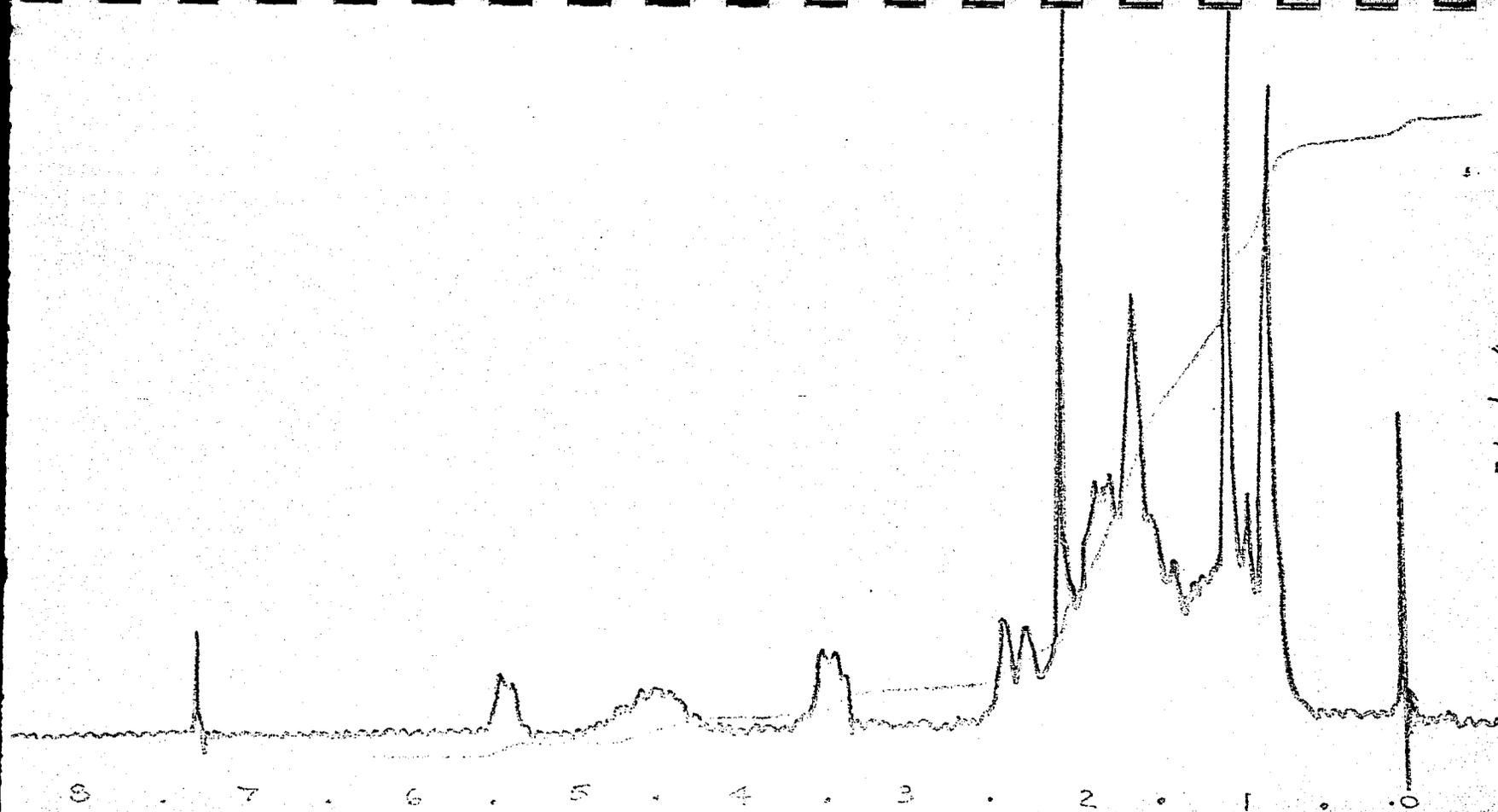


Acetato de Propileno



Acetato de Propileno

1800 1700 1600 1500 1400 1300 1200 1100



Esterone A

Además dicho acetato se sometió a cromatografía gas-líquido empleando la técnica del standar interno obteniéndose el cromatograma 8.

Sililación de la Fracción #5.

10 mg. de la fracción #5 se sililaron con TMCS y piridina - según el método de Gerrard y Kilburn (7) y la mezcla fue inyectada directamente al cromatógrafo, primero sola y después con un estandar de diosgenina sililada, obteniéndose el cromatograma 9.

Equipo Perkin Elmer 811
Columna acero inox. SE-30 3%
Dim. Columna long 5' dia. int 1/8"
Temp. Columna 235°C
Temp. Inyector 272°C
Temp. Detector 232°C
Flujo Nitrogeno 40 ml/min
Presion Hidrogeno 25 Kg/cm²
Velocidad Carra 0.1619/min

Acetato de
Diósigenina

Acetatos de
Fracción #5

Acetatos de Fracción #5
+ Acetato de Diósigenina
[Standard interno]

Cromatograma 8

Equipo Fisher Elmer 811
Columna acero inox SE-30 3%
Dim. Columna long 5' diámetro 1/8"
Temp. Columna 330°C
Temp. Inyector 320°C
Temp. Detector 320°C
Flujo Nitrogeno 40 ml/min
Presion Hidrogeno 25 kg/cm²
Atenuacion x10
Velocidad Coria 0.1 pulg/min

Diosgenina
Silanizada

Fraccion 5
Silanizada

Cromatograma 2

Estudio de la Grasa.

Extracción.

Es un soxhlet se colocaron 1200 g. de planta seca y molida, la cual fue extraída con hexano 48 horas. El disolvente se - eliminó por destilación a vacío, obteniéndose un residuo de - color ambar que pesó 19.3 g. (1.64%).

Saponificación.

1.74 g. de extracto crudo (19) fueron tratados con 15 ml. -- KOH alcohólica (6% en alcohol de 95°) calentándose hasta ebu- llición durante 8 horas. Dada por terminada la reacción, el - alcohol se evaporó a vacío y el residuo se extrajo con éter de petróleo (30-60°C) el cual después de ser eliminado produjo - 0.34 g. (19.5%) de insaponificable. El residuo básico fue aci- dulado con HCL diluido (10%) hasta ph. 2 y se extrajo 4 veces- con acetato de etilo usando un volúmen de 50 ml. cada vez. Se eliminó el acetato de etilo obteniéndose 0.86 gramos (49.9%) - de ácidos libres.

Metilación.

Los ácidos libres (0.86 g.) fueron disueltos en éter etílico anhí- dro y tratados con 40 ml. de una solución etérea de diazometano

(0.41 g/ml) a -15°C con agitación constante durante 30 minutos (14). El exceso de diazometano se eliminó calentando la mezcla de reacción hasta temperatura ambiente durante 3 horas con agitación, después de destilar a vacío el disolvente, se obtuvieron 0.86 g. de ésteres metílicos.

Los ésteres metílicos obtenidos se purificaron por cromatografía en columna, utilizando como adsorbente gel de sílice y como eluyente el sistema benceno-éter isopropílico (80:20), obteniéndose 0.767 gramos de ésteres metílicos puros (44.08%).

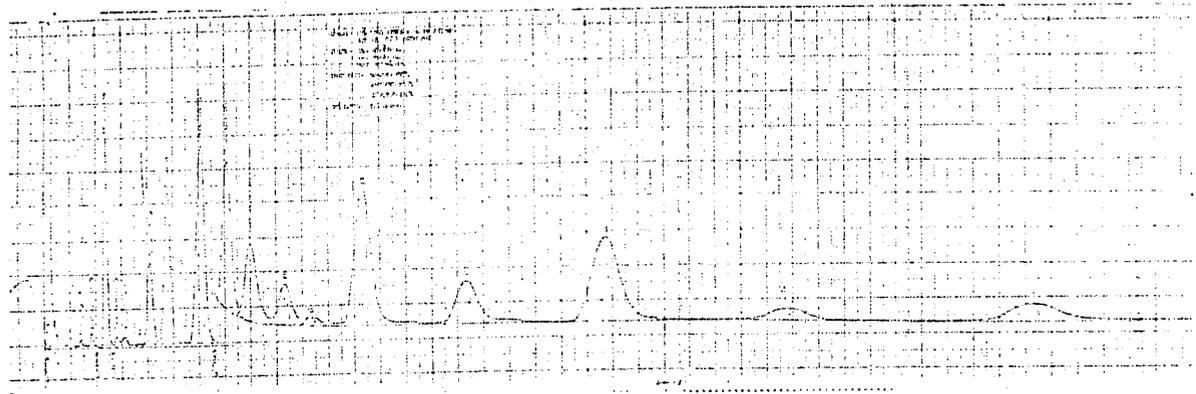
Análisis

Los ésteres metílicos obtenidos fueron analizados por cromatografía gas-líquido con un cromatógrafo Varian aerograph 2700 usando una columna DEGS 15%; $6 \times 1/8''$ acero inoxidable, a -195°C de temperatura con 30 ml/min. de nitrógeno, con una velocidad de carta de 0.5 in/min. y usando un detector de flama.

Los resultados obtenidos aparecen en la Tabla No. 1 y cromatograma 10.

Tabla 1

<u>Acidos</u>	<u>%</u>
C ₁₄	0.4
C _{14:1}	0.7
C ₁₆	25.7
C _{16:1}	0.9
C ₁₇	0.9
C ₁₈	8.3
C _{18:1}	17.4
C _{18:2}	29.1
C ₂₀	2.3
C _{18:3}	1.6
C ₂₂	0.9
? C ₂₄	3.7
? C ₂₆	1.5
? C ₂₈	3.9
? C ₃₀	0.7
? C ₃₂	1.4



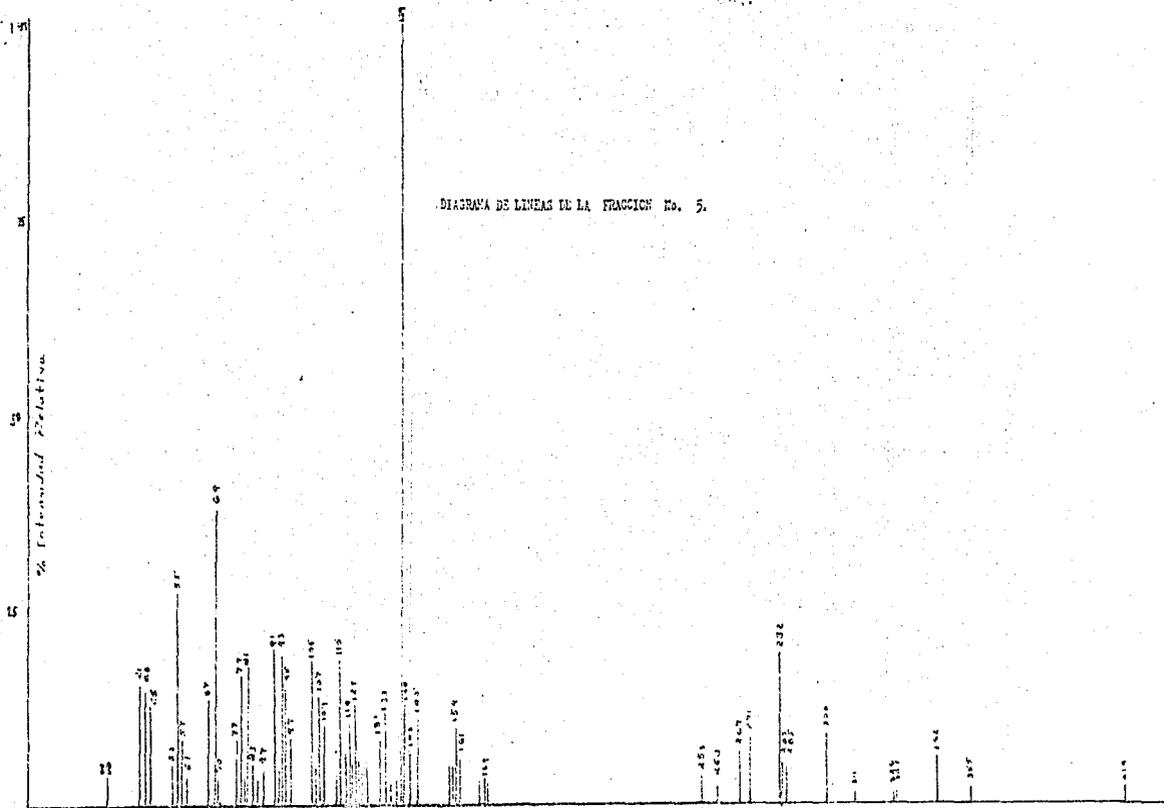
IV. DISCUSION Y RESULTADOS

Al comparar los espectros de la yamogenina y el de la fracción #5 se nota que aunque muchas bandas coinciden, existen algunas diferencias en la región comprendida entre 800 cm^{-1} y 1050 cm^{-1} y que mientras que en la yamogenina la banda en 900 cm^{-1} es menos intensa que la de 920 cm^{-1} , en la fracción 5 estas dos bandas tienen la misma intensidad.

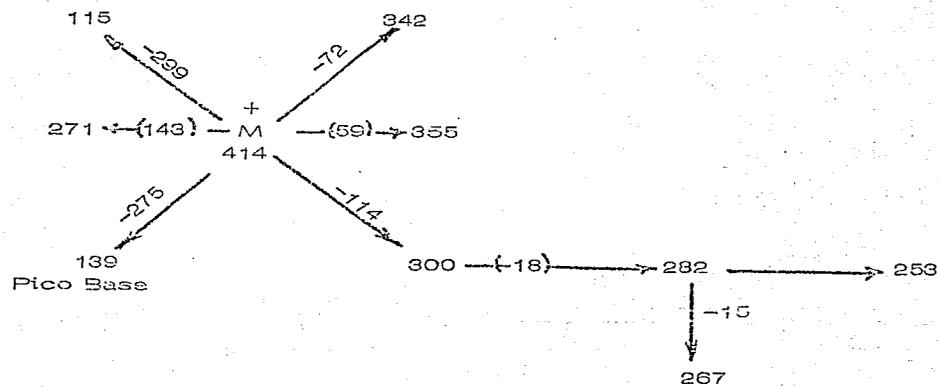
Al realizar la misma comparación con el espectro de la diosgenina y el de la fracción 5 se comprueba, que aunque hay una mayor coincidencia entre las bandas de los dos espectros, sin embargo existe también una diferencia en las bandas de 900 cm^{-1} y 920 cm^{-1} pues mientras que en el espectro de la diosgenina la primera es mayor que la segunda, en el de la fracción 5 las dos bandas tienen la misma intensidad.

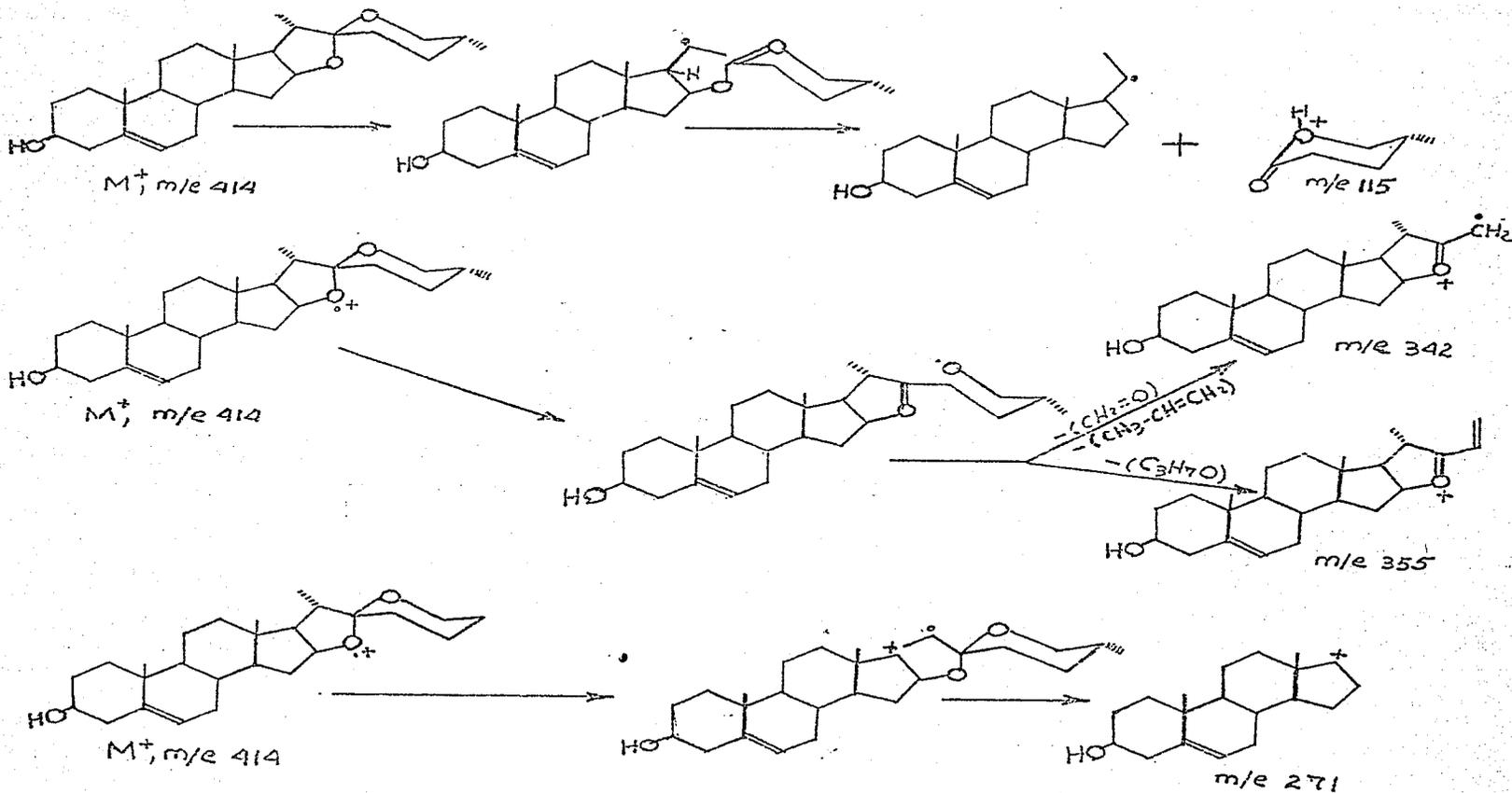
Los espectros IR del acetato de la fracción 5 y del acetato de diosgenina coinciden totalmente. Por tanto no hay dudas de la identidad de dicha fracción.

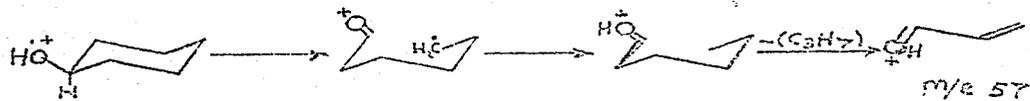
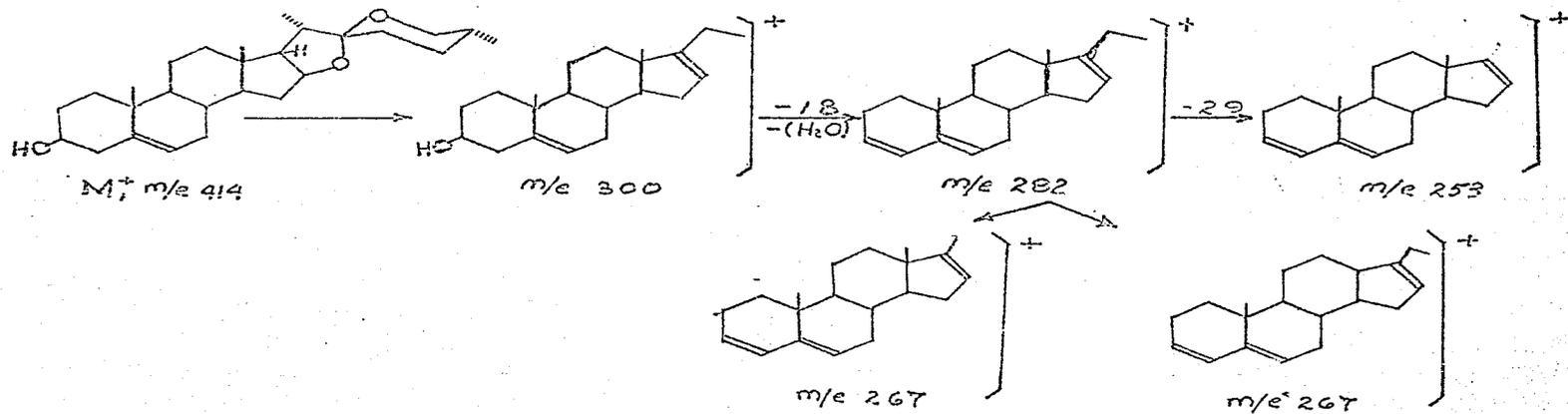
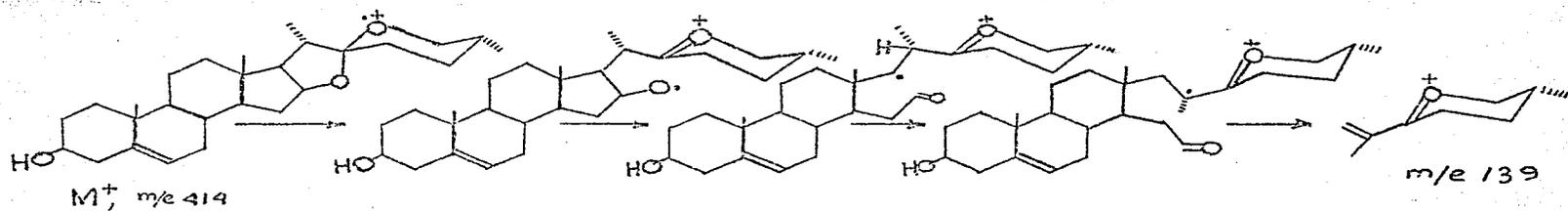
DIAGRAMA DE LINEAS DE LA FRACCION No. 5.



Esquema de interpretación del Espectro de Masa de la Diosgenina (10)







Interpretación del Espectro de R. M. N.

en ppm.

2.30	(m) (2H) en las posiciones 4 y 7
3.45	(m) (2H) en la posición 26 y 26
4.45	(m) (2H) en las posiciones 3 y 16

De los datos anteriormente analizados correspondientes a la fracción #5 se desprende que su composición es principalmente Diosgenina, la cual se encuentra en las siguientes cantidades.

	% en base a	
Peso en grms.	material seco	material húmedo
Diosgenina	0.023	0.009

V. CONCLUSIONS

En el estudio del rizoma de la *Beaucarnea gracilis*, se obtuvieron los siguientes resultados:

Substancias de estructura estereoidal

	Peso en gramos	% en base a material seco	% en base a material húmedo
Colesterol	0.168	0.013	0.003
B-Sitosterol	2.076	0.17	0.003
Diosgenina	0.623	0.052	0.009

Acidos Grasos

Acidos	%
C ₁₄	0.4
C _{14:1}	0.7
C ₁₆	25.7
C _{16:1}	0.9
C ₁₇	0.9
C ₁₈	8.3
C _{18:1}	17.4
C _{18:2}	29.1
C ₂₀	2.3
C _{18:3}	1.6
C ₂₂	0.9
(?) C ₂₄	3.7

	Acidos		%
(?)	C ₂₆	1.5
(?)	C ₂₈	3.9
(?)	C ₃₀	0.7
(?)	C ₃₂	1.4

Los ácidos que aparecen con una interrogación a la izquierda, es debido a que desafortunadamente no se disponía de los patrones adecuados para su comprobación, por lo que su interpretación está basada en el tiempo de retención que deberían tener dichos ácidos.

VI. BIBLIOGRAFIA

Bibliografía

1. R. E. Marker, R. B. Wagner y Col. J. Am. Chem. Soc. 65, 1199, (1943).
2. Russell E. Marker y John Krueger. J. Am. Chem. Soc. 62, 3350 (1940).
3. Dr. Francisco Gilal. "Gufinica y Sociedad III". 58-60, (1967).
4. L. H. Bailey. "The Standar Cyclopedia of Horticultura". Vol II, MacMillan Company, 1ra. Ed. New York, pag 2147-48 (1937).
5. Hilditch - Williams. "The Chemical Constitution of Natural Fats". Chapman Hall, 4ta. Ed. Londres 1964 pag. 237.
6. Adams, R, J, Johnson y Wilcox. "Laboratory Experiments in Organic Chemistry". 5ta. Ed. W. Williams Co., N. Y. 1939.
7. Gernrod W. y K. D. Kilburn. J. Chem Soc. 1536 (1956).
8. Norman Jones, P. Humphries, F. Herling and Konrad Dobriner. J. Am. Chem. Soc. 73, 3215 (1951).
9. Anne M. Smith y C. Roland Eddy. Analytical Chemistry 31, 1539 (1939).
10. Glyn Roberts, Beatrice Gallahagan y R. Norman Jones. "Infrared Absorption Spectra of Steroids". Vol II. Ed. Inter-Science, Publishers, Inc. New York, pag 37, (1958).
11. H. Buchzlikerwicz, C. Djerassi, D. H. Williams. "Structure Elucidation of Natural Products by Mass Spectrometry". Holden Day, Inc. pag 110, (1964).

12. W. Simon y T. Clere. "Elucidación Estructural de Compuestos Orgánicos por Métodos Espectroscópicos" Tomo 1. Tablas. Editorial Alhambra, S. A., México, (1970).
13. V. C. Mehlenbacher, "The Analysis of Fats and Oils". The Garrard Press, Publishers, Inc., Ed. Champaign, Illinois, pag. 109-11, (1960).
14. A. I. Vogel. "A text-Book of Practical Organic Chemistry", Longmans, 3ra. Ed., Londres, pags. 967-968, (1956).