



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

Análisis Químico de Algunos Corales Mexicanos

320

T E S I S

Que para obtener el título de:

Q U I M I C O

P r e s e n t a

Héctor Jaime Salgado Zamora

México, D. F.

1974



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.

CLAS. Test
AÑO. 1974
FECHA _____
PROC. 407-3000 2974



QUÍMICA

Jurado asignado:

PRESIDENTE: Dra. Elvira Santos S.
VOCAL: Dr. Helio Flores R.
SECRETARIO: Dra. Rocío Pozas H.
1er. SUPLENTE: Graciela Chávez
2do. SUPLENTE: Victor Coronado.

Sitio donde se desarrollo la tesis:

DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES

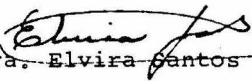
FACULTAD DE QUIMICA

U N A M

SUSTENTANTE:


Héctor Jaime Salgado Zamora.

ASESOR DEL TEMA:


~~Dra. Elvira Santos de Flores.~~

Mi más sincero agradecimiento a la Dra. Elvira Santos de Flores por su asesoramiento, gracias al cual fué posible llevar a cabo la presente tesis.

Deseo expresar mi agradecimiento al Dr. Angel Guzmán por sus valiosas contribuciones para la realización del presente trabajo.

Agradezco a la Dra. Gloria Pérez de Guzmán sus importantes aportaciones durante el desarrollo de ésta tesis.

A la memoria de
mi Padre.

A mi Madre y a
mi Hermana.

A Estela

CONTENIDO

	Pag.
Introducción	1
Parte Teórica	3
Discusión y Resultados	17
Parte Experimental	26
Conclusiones	31
Bibliografía	32

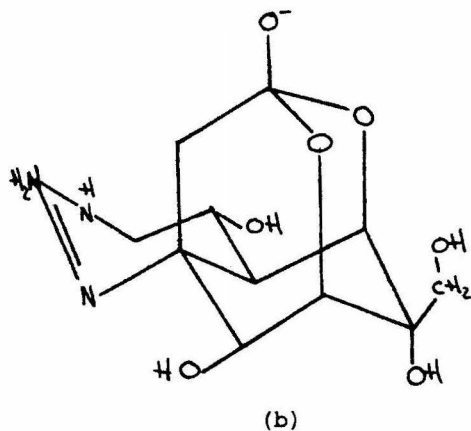
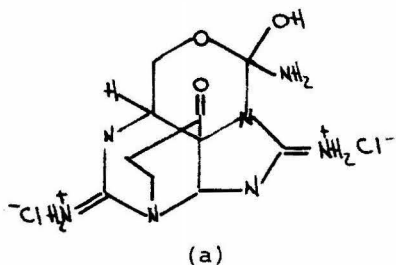
INTRODUCCION

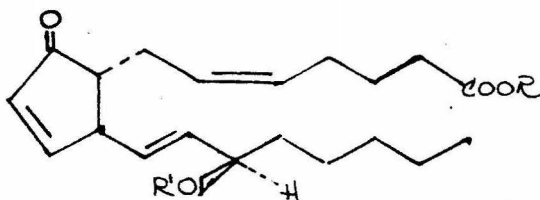
En los últimos años se ha manifestado un gran interés por el estudio de los recursos del mar^{1a}. Tal vez este interés se deba al hecho de que algunos compuestos de organismos marinos sean empleados como drogas benéficas.

Entre los compuestos aislados, se encuentran esteroides (Gorgosterol^{1b}), alcaloides, pigmentos, terpenos, antraquinonas, porfirinas, carotenoides², aunque sobresalen las toxinas Saxitoxina I y tetrodotoxina II (fig. 1 a,b) y las prostaglandinas. Estas últimas de considerable importancia debido a su actividad farmacológica^{3,4}.

Las prostaglandinas 15-epi PGA₂ (fig. 1c) y su acetato del ester metílico (fig. 1d); fueron aislados de corales blandos-gorgonios de algunas especies de Plexaura Homomalla de las costas de Florida por Weinheimer y Spraggins⁵.

Figura 1





(c) $R=R'=H$

(d) $R=CH_3$, $R' = Ac$

El presente trabajo es un estudio que se realizó - sobre algunas especies de corales mexicanos; con la idea de in vestigar la presencia de prostaglandinas y de iniciar el estu- dios de la fracción neutra de algunos de ellos.

La investigación se realizó sobre los siguientes - corales: *Plexaura* sp., *Eunicea Laciniata*, *Pseudoplexaura cru-* cis, *Plexaurella dichotoma*^{6,7}, *Pseudopterogorgia acerosa* y *Mu-* ricea *Muricata*, recolectados en las costas del Golfo de México, en diferentes lugares del estado de Veracruz y *Plexaura homoma* lla, recolectado en la zona del Caribe en Can-cun, Quintana -- Roo, México.

PARTE TEORICA

En el año de 1960 aparece el primero de una serie de artículos sobre química de Coelenteratos, escrito por Ciereszko L. S., Sifford y Weinheimer A. J.⁸, que marca el inicio del estudio sistemático de los corales de la familia de los gorgonios.

Los neutros de cada coral, en general, se han separado por cromatografía en columna (Florisil, Gel de Sílice y Gel de Sílice impregnada de Nitrato de Plata⁹) pues ha sido la técnica que ha dado los mejores resultados en cuanto a la separación de terpenos.

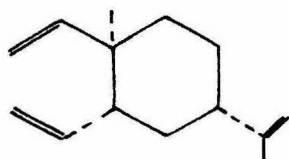
De esta manera se han investigado varios corales que a continuación se enumeran, señalando en cada caso los compuestos, concretamente terpenoides, que contiene.

Es de hacerse notar dos hechos sobresalientes en el estudio de estos animales sencillos. El primero es, que aparentemente cada especie de gorgonios elabora un grupo característico de hidrocarburos (C_{15}) y por lo tanto podría pensarse que el análisis de los hidrocarburos condujera, en el futuro, a la identificación de los diferentes gorgonios.

El segundo, es que cada uno de los sesquiterpenos aislados hasta el momento, de estos animales marinos, es enantiómero con la forma que se aísla comunmente de plantas terrestres. (10)

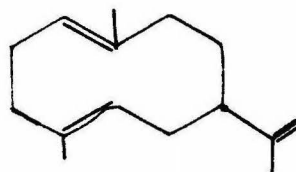
De la *Eunicea Mammosa* se aislaron el (+) β -elemeno (fig. 2a) y el germacreno (fig. 2b), éste último se puede isomerizar al primero con bastante facilidad.

Figura 2



(+)- β -elemeno

(a)



germacreno

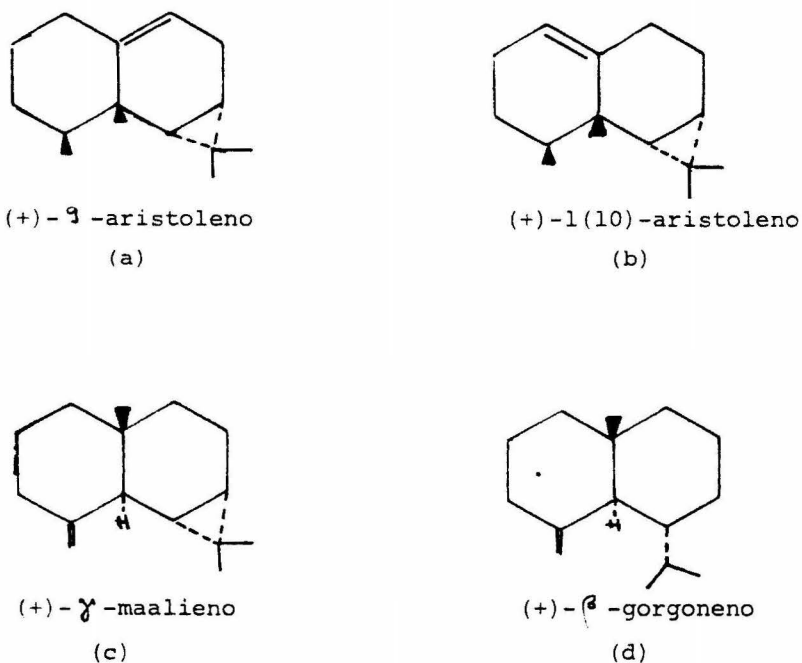
(b)

De la *Pseudopterogorgia americana*¹⁰ se obtuvo una mezcla de hidrocarburos del extracto hexánico frío. Los principales componentes fueron los siguientes que además se encuentran en la misma proporción (+)- 9 aristoleno (fig. 3a), (-) - 1(10)- Aristoleno (fig. 3b), (+) - γ maalieno (fig. 3c) y - - (+) β - Gorgoneno.

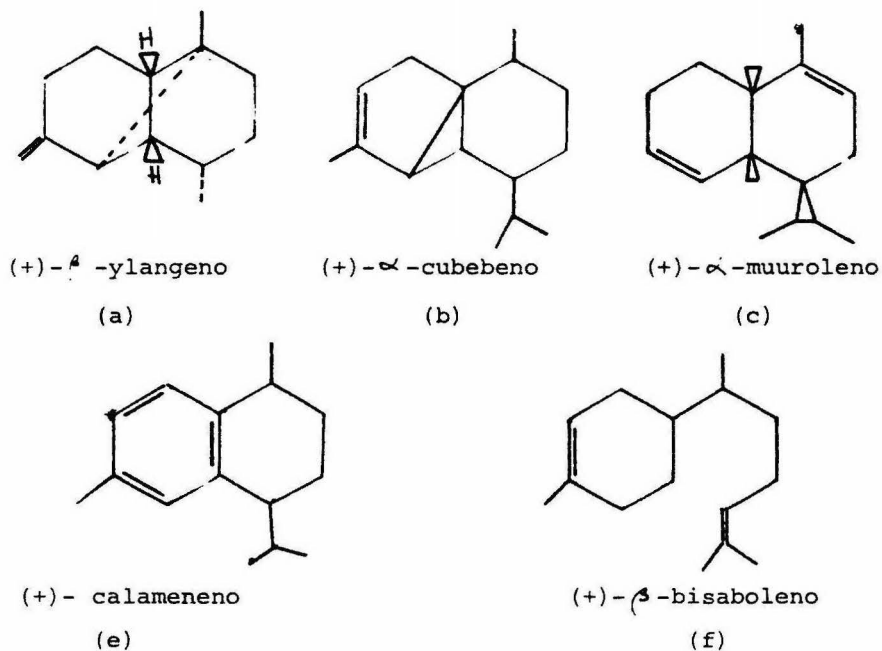
Si bien (+) - 9 aristoleno y (-) - 1(10) - aristole

no son enantiómeros con las formas halladas en plantas terrestres, hay una excepción ^{11, 12} que la constituye el α feruleno hallado en el latex de la *Perula Communis*.

Figura 3



En *Pseudoplexaura porosa* se hallaron los siguientes hidrocarburos: (+) - β - ylangeno (fig. 4a), (+) - α - cubebeno (fig. 4b), (+) α - muuroleno (fig. 4c) y (+) - calameneno (fig. 4d).



De la *Plexaurella dichotoma* se aisló el (+)- α -muuroleno (fig. 4c) y además el (+)- β -bisaboleno (fig. 4e).

Las propiedades físicas de éstos sesquiterpenos se presenten en la tabla I.

En los gorgonios también se encuentran una serie de lactonas diterpénicas cristalinas como son: Eunicin y Jeunicin (fig. 5a y 5b respectivamente). La primera obtenida de *Eunicea mammosa* recolectada en Bimini, la segunda obtenida también de *Eunicea mammosa* pero recolectada en Jamaica. La estructura de las lactonas no se ha determinado completamente --

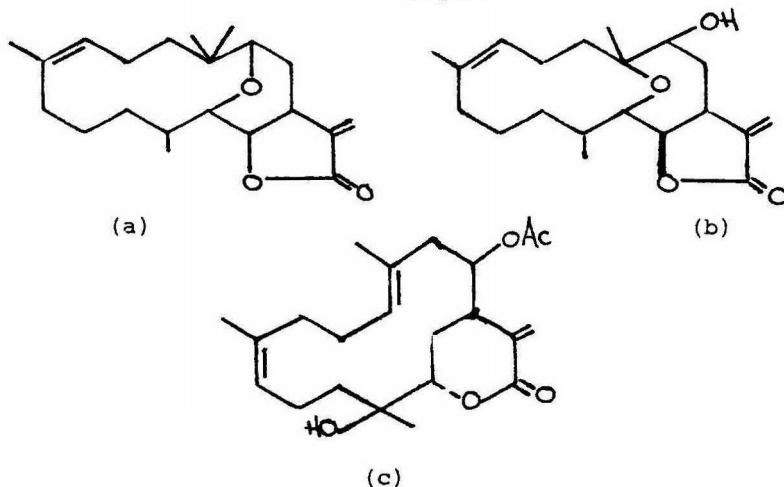
T A B L A I

	α _D ²⁵	n _D ²⁵	d ₄ ²⁵	m.p.
(+)- β -Elemeno	+ 15.1°	1.4910	0.8825	
Germacreno				
(+)- α -Muuroleno	+ 67.1°	1.5051	0.9210	
(+)-9-Aristoleno	+ 80.9°	1.4975	0.9249	
(-)-1(10)-Aristoleno	- 78.5°	1.5005	0.9198	
(+)- δ -Maalieno	+ 11.6°	1.4992	0.9230	
(+)- β -Gorgoneno	+ 13.9°	1.5010	0.9108	
(+)- β -Ylangeno	+ 9.2- 10.6°	1.4986	0.9200	
(+)- α -Cubebeno	+ 23.6°	1.4790	0.8731	
(+)-Calameneno	+ 55.4°	1.5164	0.9309	
(+)- β -Bisaboleno	+ 83.1°	1.4884	0.8664	
Acetato de Crassin	+ 70.4° (EtOH)			138-140°
Eunicin	- 89.4° (CHCl ₃)			154-155.5°
Jeunicin	+ 12.8° (CHCl ₃)			139-141°

y solo se han propuesto estructuras probables que son las mostradas en las figuras⁶.

Muy relacionado a las lactonas diterpénicas se encuentra el acetato de Crassin (fig. 5c) que es un terpeno anti microbial tóxico, in vitro, a *Endomoeba Histalytica* y que parece ser característico del género *Pseudoplexaura*, habiéndose -- aislado de *Pseudoplexaura porosa*, *Pseudoplexaura wagnaari*, -- *Pseudoplexaura flagellosa*, *Pseudoplexaura crassa*.

Figura 5



Parece que la materia orgánica que ha dado lugar a los compuestos terpenoides ha sido proporcionada en gran parte por la Zooxanthellas (algas simbióticas) que se encuentran en abundancia en la mayoría de los arrecifes de corales. La se--

creción de compuestos terpénicos parece estar asociada con la ocurrencia de estas algas parásitas¹³.

Entre otras sustancias presentes en la fracción -- neutra de los corales se encuentran los esteroides.

De los esteroides que se han logrado identificar, - en corales se hallan el colesterol (fig. 6a), 24 - ~~o~~ metilen colesterol y el gorgosterol (fig. 6b y 6c respectivamente). -- El gorgosterol se encuentra presente en Pseudopterogorgia americana.

Recientemente se ha encontrado un nuevo esteroide de un coral blanco (Alcyonarian)¹⁴, que es el 25- Hidroxi - 24 ~~E~~ - metil - colesterol.

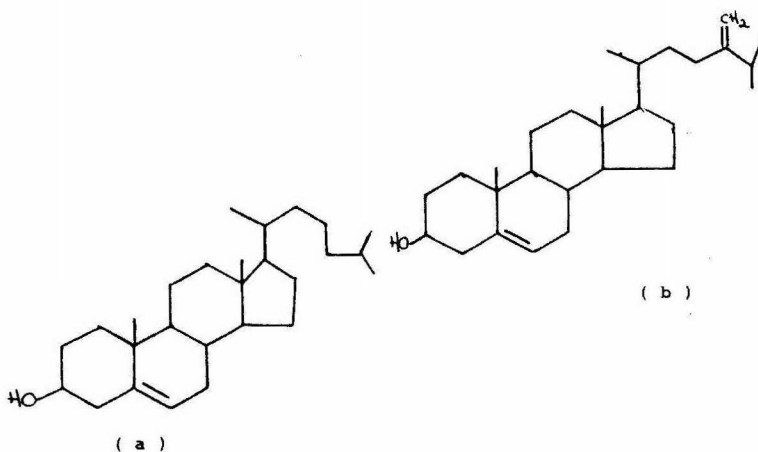
Cabe hacer nota que tanto el gorgosterol como el - 25-OH-24 metil colesterol resultan ser moléculas poco comunes biológicamente.

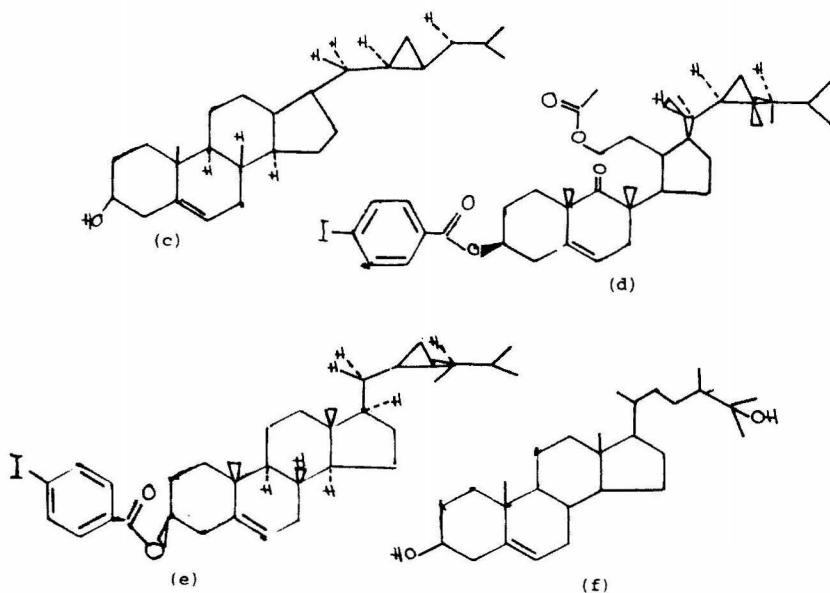
En el gorgosterol por ejemplo, el ciclopropano y los sustituyentes alquilo en el C-22 y C-23 son únicas cuando se - comparan con otros esteroides obtenidos de fuentes terrestres¹⁵.

Otros esteroides relacionados al gorgosterol son - el 9-oxo-9,11-secogorgost-5en-3 ,11-diol 11-acetato y el 24-demetil gorgosterol¹⁶ cuyos para-Iodo-Benzoatos se muestran en las figuras 6d y 6e, el primero fué aislado de Pseudopterogorgia americana y el segundo de Gorgonia flabellum y Gorgonia -- ventalina¹⁷.

Por su parte el 25-hidroxi-24 ϵ -metil colesterol parece ser el primer estero l oxigenado en C-25 aislado de fuentes marinas (fig. 6f).

Figura 6





Del coral *Plexaura homomalla* no existe un estudio-completo de su fracción neutra; solo se ha logrado identificar al alcohol batílico, grandes cantidades de ácido arachidónico¹⁸, y una mezcla de cuando menos siete esteroides; colesterol, - - 24-metilencolesterol y compuestos $C_{28} H_{48} O$, $C_{29} H_{50} O$ ¹⁹.

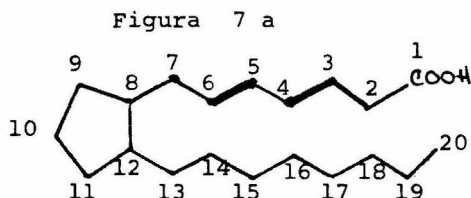
La sustancia más interesante aún cuando no forme - parte de la fracción neutra de los corales, es sin duda la --- prostaglandina.

Es claro que mientras no se tengan síntesis que -- abaraten la obtención de prostaglandinas, estos corales, Ple-- xaura homomalla, representan potencialmente una fuente natural para la obtención de esas sustancias.

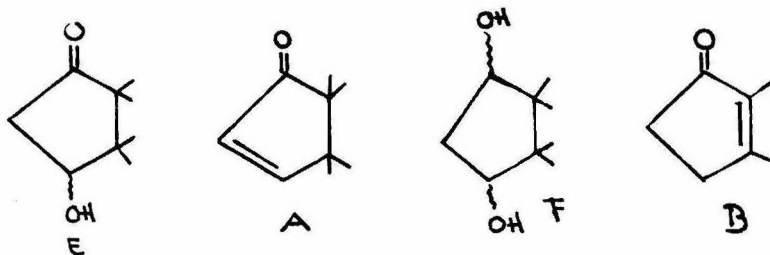
Por lo cual se han efectuado estudios²⁰ para que - su recolección no afecte el sistema ecológico y la reproduc--- ción de estos corales.

En estos animales se presentan unas algas parási-- tas, zooxanthellae que viven en simbiosis con ellos, observan-- dose que al podar una colonia hay el desprendimiento de una -- "nube" café, que parece estar cargada con prostaglandinas, aun-- que lo anterior no se ha demostrado.

Las prostaglandinas naturales comprenden cuatro -- clases de compuestos denominados E, F, A y B. La clasifica--- ción se basa en el estado de oxidación del anillo ciclopentáni-- co del ácido prostanóico (fig. 7a), tal como se muestra en la figura 7b.

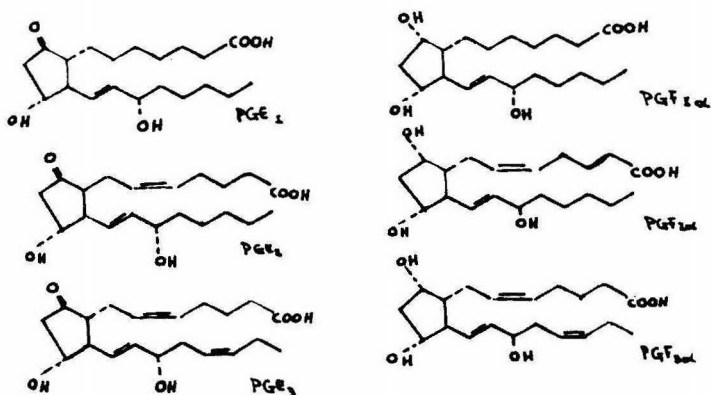


7(b)



Las prostaglandinas de la "serie E" tienen un grupo cetónico en C-9, mientras que los de la "serie F" tienen en C-9, un grupo α -OH, las dos series tienen grupos α -OH en -- C-11 y C-15. A cada una de las series anteriores pertenecen tres tipos de prostaglandinas que son diferenciadas por el número de dobles enlaces presentes en las cadenas, el cual se indica con los números 1, 2 ó 3 a continuación del nombre (esquema 1).

ESQUEMA I



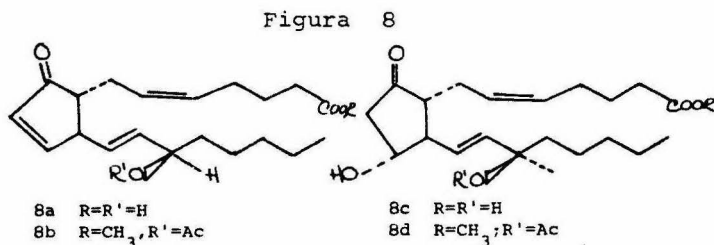
Estas seis prostaglandinas son llamadas prostaglandinas primarias. Y a las prostaglandinas de la "serie A" y de la "serie B" se les llama prostaglandinas secundarias.

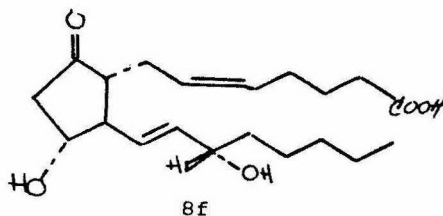
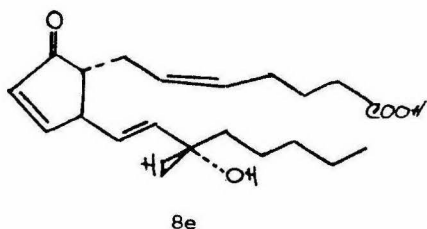
Del gorgonio *Plexaura homomalla*⁵ se han identificado las siguientes prostaglandinas y sus derivados.

15-epi-PGA₂ (fig. 8a) y su diester (fig. 8b) presentes en la corteza del coral, la cual es epimérica con la potente hormona aislada de los mamíferos, en el carbono alílico (C-15) que lleva la función oxidrilo.

(15-R) PGE₂ (fig. 8c) y su ester metílico (fig. 8d)²¹.

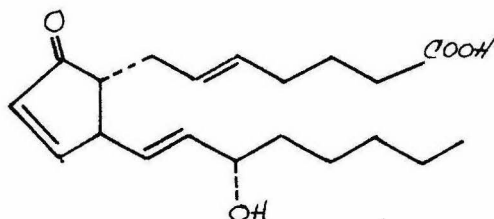
Se ha identificado también la presencia de derivados esterificados de (15-S)-PGA₂ (fig. 8e) y (15-S)-PGE₂ (fig. 8f), idénticos con las prostaglandinas derivadas de fuentes de mamíferos²².





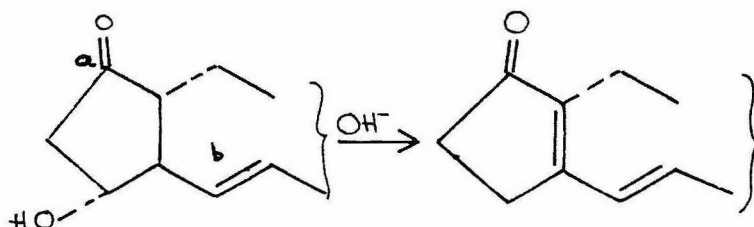
En algunas muestras de este gorgonio se han aislado tanto la (15-R) como la (15-S) PGS juntas.

Recientemente, durante la purificación de (15-S)-PGA₂ obtenida de Plexaura homomalla se detectó una nueva prostaglandina natural, la cual fué purificada por cromatografía - en columna empacada con gel de sílice impregnado de AgNO₃. Se le asignó la estructura (15-S)-15-OH-9oxo-5-Trans, 10, 13-trans-ácido prostatrienónico (5-Trans PGA₂)²³.



Los métodos espectroscópicos utilizados en el análisis de prostaglandinas son: U.V., I.R., R.M.N., D.O.R.

El análisis por U.V. se basa en que todos los compuestos naturales PGE y los derivados de la 11-Hidroxi-PGA forman el cromóforo dienona de acuerdo con el siguiente diagrama:



La absorción máxima de los cromóforos a y b en --- 217 y 218 nm hacen posible la estimación cualitativa y cuantitativa de los prostaglandinas.

En el análisis por I.R. son estudiadas las regiones entre $3500-3000\text{ cm}^{-1}$, $1750-1700\text{ cm}^{-1}$, $1000-600\text{ cm}^{-1}$.

El análisis por R.M.N. es el que proporciona los datos más precisos para la presencia y estructura de prostaglandinas.

Como es la región de 5 a 7.5 ppm característica de protones vinílicos.

Las curvas de D.O.R. y D.C. se han utilizado para el análisis conformacional de las prostaglandinas. Las curvas de D.O.R. sugirieron la estructura Trans de las cadenas, es de cir la configuración de los carbonos 8 y 12. La curva de C.D. ayuda a establecer la conformación del C-15.⁵

DISCUSION Y RESULTADOS

Los siguientes corales; *Plexaura* sp. *Eunicea* *Laciniata*, *Pseudoplexaura* *crucis*, *Plexaurella* *dichotoma*, *Pseudopterogorgia* *acerosa*, *Muricea* *Muricata*, fueron numerados para su identificación (Tabla II) y con cada uno de ellos se realizó el siguiente procedimiento, para determinar la presencia de -- prostaglandinas.

T A B L A II

NOMBRE	ASIGNACION	LOCALIDAD	ESTADO
<i>Plexaura</i> sp.	001	Isla Verde	Veracruz
<i>Plexaura</i> sp.	002	La Blanquilla	Veracruz
<i>Eunicea</i> <i>Laciniata</i>	004	Isla Verde	Veracruz
<i>Pseudoplexaura</i> <i>Crucis.</i>	005A	Isla Verde	Veracruz
<i>Pseudoplexaura</i> <i>Crucis</i>	005C	Anegada de adentro	Veracruz
<i>Plexaurella</i> <i>Dichotoma</i>	006	Isla Verde	Veracruz
<i>Pseudopterogorgia</i> <i>Acerosa</i>	007	Isla Verde	Veracruz
<i>Muricea</i> <i>Muricata</i>	008	Isla Verde	Veracruz

El coral molido, una cantidad conocida (Ver parte experimental) se extrajo con hexano frío y con $\text{CH}_2\text{-Cl}_2$.

El extracto de CH_2Cl_2 se concentró y secó al alto-vacío, para su posterior análisis espectroscópico.

Desafortunadamente solo uno de los corales, el - - 005 (Plexaurella crucis, espectro 1) presentó un espectro de - R.M.N. que podría sugerir la presencia de prostaglandinas, ya que presenta en 5.75 ppm. multiplete característico de protones vinílicos, sin embargo un análisis posterior produjo resultados negativos.

Análisis de la Fracción Neutra

La fracción rica en neutros, es decir, el residuo extraído con hexano de los corales, se cromatografió en capa fina, utilizando eluyentes poco polares (Benceno, hexano).

Este análisis mostró similitud en los productos -- que constituyen estos corales, por lo que se escogieron arbitrariamente para iniciar el estudio las muestras, - marcadas - 005 y 008, por disponer de una mayor cantidad de ellos.

Dado que la diferencia en r.f. entre los productos

era bastante grande, se decidió hacer la separación por medio de cromatografía en columna y-o en capa fina de gel de sílice.

En las dos muestras se observaron tres productos, dos de ellos de difícil purificación, son aceites que corresponden a hidrocarburos de peso molecular elevado. El otro fue un sólido cristalino, que recristalizado produjo cristales --- blancos, con punto de fusión 50-5 C.

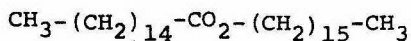
Su espectro de I.R. muestra las siguientes bandas.

I.R. (KBr) ν_{\max} bandas finas en 2920 y 2840 (CH_3 , - - CH_2) 1750 ($-\text{C}=\text{O}$), característico de éste-- res; 1360 (CH_3-) débil; 1260 ($-\text{C}-\text{O}$) éster.

El espectro de R.M.N. mostró las siguientes señales:

R.M.N. (CDCl_3) 0.9 ppm (6H), triplete (CH_3-)
 1.25 ppm (54H) singulete ($-\text{CH}_2-$)
 2.25 ppm (2H) triplete ($-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}$)
 4 ppm (2H) triplete ($-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-\text{CH}_2$)

Con estos datos se identificó el palmitato de ceti
 lo.



Para el resto de la fracción se intentaron varios métodos de separación: cromatografía en columna y en placa, -- llevando como adsorbente florisil y gel de sílice impregnada - de AgNO_3 , cuya preparación se indica en la parte experimental.

Sin embargo los intentos fueron vanos, obteniéndose, por lo general, una mínima cantidad de sustancia conteniendo varios componentes de semejante polaridad y por lo tanto de muy difícil separación, por lo que de momento se suspendió su investigación.

Análisis de Plexaura Homomalla.

En colaboración con el Centro de Ciencias del Mar y Limnología de la U.N.A.M. se recolectaron en diferentes sitios de Can-cun Quintana Roo, muestras de Plexaura homomalla.

El coral se conservó en su medio, por congelación, hasta su llegada a México.

El coral fué molido y a continuación se sometió a una hidrólisis básica por espacio de 12-15 horas²⁴. Se ajustó el pH y se extrajo la fracción neutra con CH_2Cl_2 , eter y/o acetato de Etilo. Luego se aciduló y se extrajo con CH_2Cl_2 y/o eter se evaporó el disolvente, obteniéndose el concentrado de Prostaglandinas.

La identificación de la Prostaglandina se hizo a través de sus espectros de U.V. y R.M.N. (espectro 2).

U.V. (CHCl_3)	λ_{max} . pH neutro 217 nm; pH básico 280 nm.
	0.9 ppm (3H) triplete (CH_3 - en 20)
	3.25 ppm (1H) multiplete (C_{12} -H)
R.M.N. (CDCl_3)	4.12 ppm (1H) multiplete (C_{15} -H)
	5.5 ppm (4H) multiplete ($\text{C}_5, \text{C}_6, \text{C}_{13}, \text{C}_{14}$ -H)

6.15 ppm (1H) doblete de doblete ($C_{10}\text{-H}$)

6.5 ppm (2H) singulete (-COOH, -OH)

7.49 ppm (1H) doblete de doblete ($C_{11}\text{-H}$)

Los resultados de muestras tratadas se presentan - en la tabla III. La numeración fué arbitraria y sirve solo pa ra identificación.

El valor del coeficiente de extinción ϵ se obtuvo por medio de la siguiente fórmula (Ec. 1).

Ec. 1 $\epsilon = \frac{A \times PM.}{c \times l}$ donde ϵ = Coeficiente de ex tinción.

A = Absorbancia

PM = Peso Molecular

c = concentración

l = longitud de la cel da.

l = 1 cm.

Para conocer la pureza, se empleó la siguiente regla de tres simple.

PGA₂ reportado $\epsilon = 9900$ $\lambda = 217\text{nm}$

PGA₂ reportado = 100 % (Pureza)

obtenido practicamente = X %

$$x \% = \frac{\epsilon \text{ práctico} \times 100}{\epsilon \text{ reportado}}$$

T A B L A III

Asignación	Porciento Prostaglandina	278 =alcalino	Pureza	20°
		217 =ácido		D
A - 1	1.85	17,780 7,245	73.18	+60.52
A - 15	2.37	18,620 8,318	85.03	+82.99
C - 1	3.81	18,210 8,128	82.10	+77.4
C - 2	3.71	19,950 9,400	94.194	+99.38

Se trabajó también, con el líquido que acompañaba a los corales, obteniéndose bajísimos rendimientos en unos casos y en otros resultados negativos, con lo que se comprobaría la ausencia de prostaglandinas en la "nube" café (Ver parte teórica) que acompaña a los corales, al ser podados.

Análisis de la Fracción Neutra de Plexaura Homomalla.

Para la separación de la fracción neutra de éste coral se modificó la técnica empleada en los casos anteriores, (Ver parte experimental).

Se lograron aislar dos sólidos cristalinos. Después de recrystalizado, uno de ellos, fundió 146-148°C; su espectro de I.R. así como su espectro de R.M.N. y su tiempo de retención en cromatografía de gases coinciden con el Colesterol.

El otro producto recrystalizado de acetona, fundió 195-198 °C. Este punto de fusión no coincidió con ninguno de los reportados para los productos neutros aislados con anterioridad de este coral¹⁹.

Su espectro de I.R. mostró las siguientes absorciones características.

I.R. (KBr) λ_{max} banda ancha en 3450 (OH)
2850, 2940, (CH₃-CH₂-)
1050 (C-O)

R.M.N. (CDCl₃) 0.8 ppm (3H) singulete (CH₃-);
 0.98 ppm. (3H) singulete (CH₃-);
 4.3 ppm (1H) multiplete (OH-);
 5.3 ppm (1H) multiplete (H)

Los espectros de I.R. y de R.M.N. (espectro 3 y es
pectro 4 respectivamente) sugieren la estructura de un esteroi
de, sin embargo debido a la pequeña cantidad que se pudo aislar;
10 mg. (obtenidos de 15 g. de neutros) no se pudo, de momento,
llegar a su identificación.

PARTE EXPERIMENTAL *

Obtención de extractos de los Corales.

El coral se molió con hielo seco en una licuadora, después que se eliminó el hielo seco, se pesaron 200 g. de --- muestra, la cual se extrajo por espacio de una hora con 500 ml de hexano frío, repitiéndose esta operación tres veces.

Los extractos se juntaron, se concentraron y secaron al vacío, conservandose el residuo en refrigeración. Este residuo corresponde a la fracción neutra de los corales.

*Los puntos de fusión se determinaron en un aparato Fischer-Jones y no estan corregidos. Los espectros de absorción en el infrarrojo se determinaron en un espectro fotómetro de doble haz Perkin-Elmer modelo 337. Los espectros de absorción en el ultravioleta fueron determinados en un espectrofotómetro Perkin-Elmer, modelo 202. Los espectros de R.M.N. se determinaron en un espectrómetro analítico Varian A-60, utilizando CDCl_3 como disolvente y tetrametil silano como referencia interna. Los desplazamientos químicos estan expresados en partes por millón (ppm), utilizando el parámetro δ . La rotación óptica fué determinada en un polarímetro Perkin-Elmer, modelo 241. La cromatografía de gases se efectuó en un cromatógrafo de gases Perkin-Elmer modelo 811. Las cromatografías se efectuaron empleando silica gel 0.2-0.5 mm. (Merck) y GF₂₅₄ (Merck).

A continuación el coral se extrajo, por espacio de una hora con 300 ml de CH_2Cl_2 , repitiéndose la operación tres veces. Las dos primeras veces se evapora el disolvente completamente y la tercera solo se evapora la mitad para poder eliminar los sólidos presentes por filtración.

El filtrado fué concentrado evaporándose el disolvente a una temperatura menor de 30°C . Finalmente el residuo se secó en la bomba de alto vacío, hasta peso constante, para su posterior análisis espectroscópico.

La cromatografía en capa fina de la fracción neutra de los corales se realizó utilizando como adsorbente gel de Silice y como eluyente una mezcla de Benceno-hexano (1:1), por ser la que dió mejor resolución. Utilizando este sistema de los corales (005 (plexaurella crucis) y 008 (Muricea Muricata)) se aisló un sólido cristalino que recristalizado de acetona presentó las siguientes bandas en I.R. ν max. bandas finas en 2920, 1750, 1360, 1260 cm^{-1} .

En R.M.N. se observaron las siguientes señales: --
 0.9 ppm (6H) triplete (CH_3-), 1.25 ppm (54) singulete ($-\text{CH}_2-$),
 2.25 ppm (2H) triplete ($-\text{CH}_2\text{COO}-$), 4ppm (2H) triplete -----
 ($-\text{C}-\underset{\text{O}}{\text{O}}-\text{CH}_2$).

Preparación de gel de Sílice impregnada de AgNO_3 .

Para placa: Se disolvieron 7.5g. de AgNO_3 en -- 7.5 ml. de agua diluyendose en 125 ml. de alcohol y se agregaron gradualmente a 50 g. de gel de Sílice sin dejar de agitar, hasta 15 min. después de la adición.

Se secó la mezcla de alcohol-agua en el rotavapor y el residuo se secó al alto vacío hasta peso constante.

Para columna; a 125g. de AgNO_3 se agregaron 450 g. de gel de Sílice (0.15-0.3mm) disueltos en 300 ml. de agua. - Se mezclaron durante 5 min. Se evaporó el agua en el rotavapor y el residuo se secó a 130°C durante 6 horas. El polvo resultante fué blanco y se guardó en la obscuridad. El empacado de la columna se hizo en la forma ordinaria.

Separación de la Fracción neutra de Plexaura Homomalla.

Para la separación de los neutros de este coral se varió la técnica empleada en los casos anteriores.

En una columna, empacada con florisil, se utilizó

una relación 20:1 (adsorbente-sustancia), separándose solo la fracción arrastrable con benceno.

Esta fracción fué sometida a recromatografía en ca pa fina, utilizandose como eluyente un sistema CH_2Cl_2 -AcOet -- (9:1). Se observaron 6 productos diferentes además del punto de aplicación, numerándolos del uno al seis en forma descendente para su identificación. Los productos dos y cinco fueron sólidos.

El producto cinco se recristalizó de acetona y lue go de etanol hasta punto de fusión constante. Los cristales fundieron a 146-148°C.

Su espectro de I.R. presentó las siguientes bandas:

λ_{max} 3450; 2920; 2840; 1050 cm^{-1} .

El espectro R.M.N. presenta las siguientes señales:

0.8 ppm (3H), singulete (CH_3^+); 0.9 ppm (3H) singulete (CH_3^-); 3.5 ppm (1H) multiplete (OH-).

Para su cromatografía de gases se utilizó una colum na 3 % SE-30 en varaportt 30 100/120 mallas acero inoxidable -- 5ft x 1/i pgd. con las siguientes condiciones:

Temp. de inyector 280°C; temp. columna 245°C;

Temp. detector 255°C; gas de arrastre N₂ 40 ml/min.

El tiempo de retención fué de 8.5 min. idéntico al del colesterol bajo las mismas condiciones.

El compuesto número dos se recristalizó de acetona; los cristales fundieron a 195-198°C. Su espectro de I.R. presentó las siguientes bandas: 3450, 2850, 2940, 1050 cm⁻¹. Su espectro de R.M.N. presentó las siguientes señales 0.8 ppm - - (3H) singulete (CH₃-); 0.98 ppm (3H) singulete (CH₃-); 4.3 ppm (1H) multiplete (OH-); 5.3 ppm (1H) multiplete (C=H).

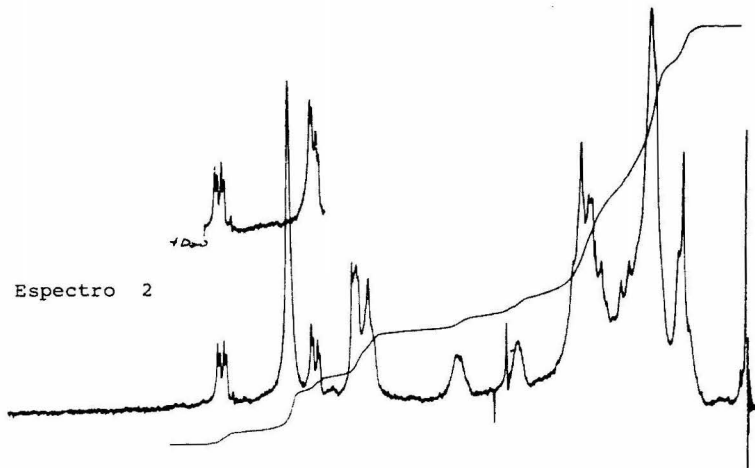
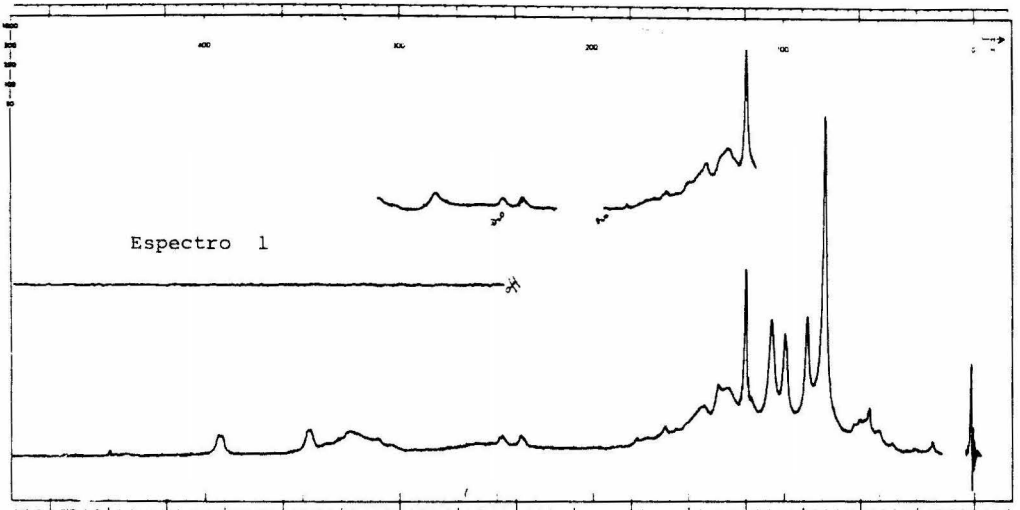
C O N C L U S I O N E S

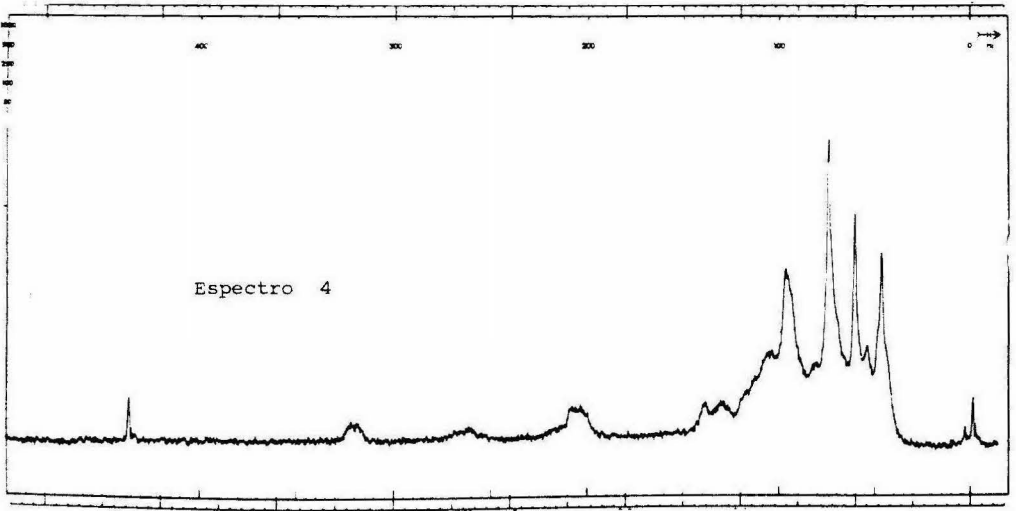
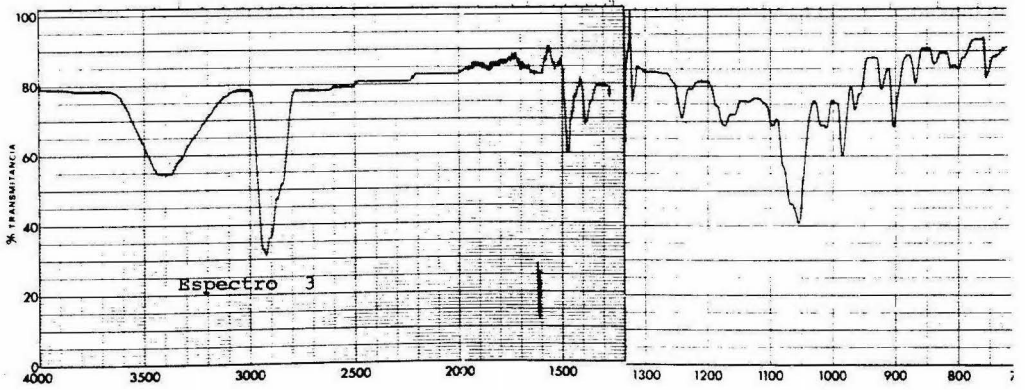
En los siguientes corales; Plexaura sp., Eunicea - laciniata, Pseudoplexaura crucis, Plexaurella dichotoma, Pseudopterogorgia acerosa, Muricea muricata, no se detectó la presencia de prostaglandinas.

En la fracción neutra de los corales anteriores - se aisló e identificó como una de las sustancias más abundantes al palmitato de cetilo.

Del gorgonio Plexaura homomalla se aisló y purificó prostaglandinas, con rendimientos similares a los reportados.

De la fracción neutra del coral Plexaura homomalla se aisló e identificó al colesterol. Asimismo se aisló un esteroide cuyo punto de fusión no coincidió con ninguno de los - reportados, pero de momento no se llegó a su identificación.





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

- 1a.- Chang C.W., J. Chem. Ed., 50, (4) 260-2 (1973).
- 1b.- Gupta K.C. & Sheuer J.P., Steroids., 13, 343 (1969).
- 2.- Grossert J. S., Chem. Soc. Rev., 1, 1 (1972).
- 3.- Aragón Molina Ma. Cristina, Prostaglandinas: Química y Farmacología, Tesis U.N.A.M. México (1972).
- 4.- Simposio sobre Prostaglandinas, Centro Médico, México 1972.
- 5.- Weinheimer A. J. & Spraggins, R. L., tetrahedron lett, 5185 (1969).
- 6.- Weinheimer A. J., Schmitz F. J., Ciereszko, L.S. Drugs Sea Trans Symp, 135-40 (1968).
- 7.- Sharapin N., Brazil Farm., 49, (5) (1968).
- 8.- Ciereszko L. C., Sifford, Weinheimer, Ann N.Y. Acad. Sci. 90, 917-19 (1960).
- 9.- Torbjorn N. & Westfelt L. Acta Chem. Scand. 17 (6) 1828-30.
- 10.- Weinheimer A. J., Washecheck P.H., Vander Helm D. & Ho---
ssain B. Chem. Comm. 1070-71 18 (1968).
- 11.- Carboni S., Da Settino Malaguzzi A. & Pacini P.L. Tetrahe-
dron Lett., 3017-21 (1965).
- 12.- Buchi G., Greuter F. & Takashi Tokoroyama, Tetrahedron - -
Lett. 827 (1962).
- 13.- Buchsbaum R. Milne & I. Jones J.
The Lower animals
3rd. Ed. Double day & Co. Inc. New York (1962).
- 14.- Engelbrecht J. P., Tursch B. Djérassi C., Steroids 20 (1),
121-6 (1972).

- 15.- Hale R. L., et al, J. Amer Chem. Soc. 92, 2179-81 (1970).
- 16.- Enwall et al J.C.S. Chem. Comm. 4 215-16 (1972).
- 17.- Schmitz, F. J. & Pattabhiramax T.
J. Amer Chem. Soc. 92 2179 (1970).
- 18.- Robley J. L., Biochim, Biophys Acta 3 296 (1973).
- 19.- Schneider W. P., Bundy L. G., Frank H. L.
J. Chem. Soc. Chem. Comm. (7), 254-5 (1973).
- 20.- Himman L.W. Preprint OTC 1768
American Institute of Mining and Petroleum Engineers, - -
Inc. (1973).
- 21.- Schneider W. P., Hamilton R. D., Rhuland L. E., J. Amer
Chem. Soc. 94, (6), 2122-3 (1972).
- 22.- Robely L. J., Samuelson, B.
J. Biochem., 28, (2) 232-40 (1972).
- 23.- Bundy G.L., Daniels E.G., Lincoln F.H.
J. Amer. Chem. Soc. 94, (6), 2123-24 (1972).
- 24.- Elvira Santos et al
Congreso de Química, Zacatecas, México, 1974.