

5  
201

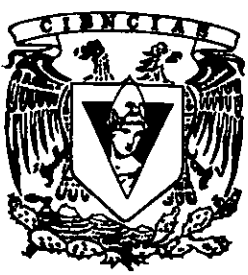


UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

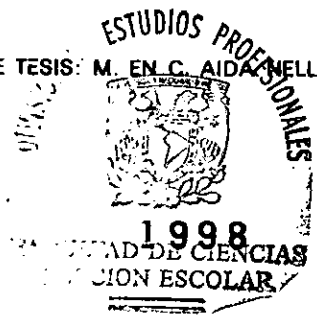
FACULTAD DE CIENCIAS

ESTUDIO FITOQUIMICO DE LAS FRACCIONES NO  
POLARES DE LA RAIZ DE Merremia dissecta (Jacq.)  
Hallier f. y M. tuberosa (L.) Rendle  
(CONVOLVULACEAE)

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 :  
EVA AGUIRRE HERNANDEZ



DIRECTOR DE TESIS: M. EN C. AIDA NELLY GARCIA ARGAEZ.



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

266917



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.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

M. en C. Virginia Abrín Batule  
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la  
Facultad de Ciencias  
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis: ESTUDIO FITOQUÍMICO DE  
LAS FRACCIONES NO POLARES DE LA RAÍZ DE Merremia dissecta (Jacq.)  
Hallier f. Y M. tuberosa (L.) Rendle (CONVOLVULACEAE)

realizado por EVA AGUIRRE HERNANDEZ

con número de cuenta 8007719-2 , pasante de la carrera de BIOLOGIA

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis M. en C. Aída Nelly García Argáez

Propietario Dr. Mariano Martínez Vázquez

Propietario M. en C. Susana Valencia Avalos

Suplente M. en C. Ana Lilia Lastra Santana

Suplente Biol. Carlos Contreras Hernández

Edna M. Suárez D.  
Consejo Departamental de Biología  
Dra. Edna María Suárez Díaz



DEPARTAMENTO  
DE BIOL

ESTA TESIS SE LLEVO A CABO EN EL LABORATORIO DE QUIMICA DE LA FACULTAD DE CIENCIAS DE LA UNAM BAJO LA DIRECCION DE LA M. EN C. AIDA NELLY GARCIA ARGAEZ, CON APOYO DE LA DIRECCION GENERAL DE ASUNTOS DEL PERSONAL ACADEMICO DE LA UNAM, A TRAVES DEL PROGRAMA PAPIIT (PROYECTO No. IN206595).

## DEDICATORIAS

A mis padres y hermanos por su gran apoyo. En especial a mi papá por su gran ejemplo, su cariño y ayuda incondicional.

A Hilda, a Georgina y a Doña Tere por ser mis amigas y brindarme su ayuda.

A la familia Pinzón por facilitarme la realización de este trabajo.

Gracias a Raúl y a Raulin por estar a mi lado, por su gran apoyo, su comprensión y por su confianza.

## AGRADECIMIENTOS

Al personal Técnico-Académico del Instituto de Química por el apoyo brindado en las determinaciones espectroscópicas de las muestras.

A la M. en C. Aída Nelly García Argáez por su gran apoyo como persona y directora de la tesis.

Al Dr. Mariano Martínez Vázquez por su revisión del manuscrito y por sus comentarios valiosos.

Al Lic. José A. Pérez Islas por los tantos permisos brindados durante el tiempo que trabajé con él.

## LISTA DE ABREVIATURAS Y SIMBOLOS.

AcN	acetonitrilo
AcOEt	acetato de etilo
ba	banda ancha
bf	banda fuerte
c	cuarteto
°C	grados centígrados
<sup>13</sup> C-DEPT	espectros de engrandecimiento de transferencia de polarización de menor distorsión de <sup>13</sup> C
CC	cromatografía en columna
CCF	cromatografía en capa fina
CDCl <sub>3</sub>	cloroformo deuterado
CHCl <sub>3</sub>	cloroformo
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	cloruro de metileno
d	doblete
D <sub>2</sub> O	agua deuterada
dd	doblete de doblete
δ	desplazamiento químico
EM	espectrometría de masas
FAB <sup>+</sup>	bombardero rápido de átomos
FAB <sup>+</sup> EM	espectrometría de masas por bombardero rápido de átomos

FCME	Herbario de la Facultad de Ciencias
$\nu$	frecuencia de absorción en $\text{cm}^{-1}$
$\text{H}_2\text{O}$	agua
HPLC	Cromatografía Líquida de Alta Resolución
Hz	hertz
IR	infrarrojo
J	constante de acoplamiento
m	señal múltiple
m/z	relación masa/carga de iones
$\text{M}^+$	ión molecular
MeOH	metanol
MEXU	Herbario Nacional, Instituto de Biología
p.f.	punto de fusión
P.M.	peso molecular
PND	desacoplamiento de hidrógeno
ppm	partes por millón
RMN	resonancia magnética nuclear
RMN- $^{13}\text{C}$	resonancia magnética nuclear de $^{13}\text{C}$
RMN- $^1\text{H}$	resonancia magnética nuclear de hidrógeno
s	singulete
sa	señal ancha
t	triplete



## TABLA DE CONTENIDO

LISTA DE ABREVIATURAS Y SIMBOLOS	1
1. INTRODUCCION	4
2. OBJETIVOS	6
2.1. General	6
2.2. Particulares	6
3. ANTECEDENTES	7
3.1. Metabolitos secundarios presentes en las Convolvuláceas	7
3.1.1. Metabolitos secundarios presentes en el género <i>Merremia</i>	10
4. UBICACIÓN TAXONOMICA DE <i>Merremia dissecta</i> y <i>M. tuberosa</i>	19
4.1. <i>Merremia dissecta</i>	19
4.1.1. Clasificación	19
4.1.2. Sinonimias	19
4.1.3. Nombres comunes	20
4.1.4. Descripción de la especie	20
4.1.5. Distribución en México	21
4.2. <i>Merremia tuberosa</i>	21
4.1.1. Clasificación	21
4.1.2. Sinonimias	22
4.1.3. Nombres comunes	22
4.1.4. Descripción de la especie	22
4.1.5. Distribución en México	23
5. MATERIAL Y METODOS	24
5.1. Material vegetal	24
5.2. Condiciones generales para el trabajo experimental	24
5.3. Preparación del material vegetal	25
5.4. Extracción del material vegetal	25
5.5. Diagrama metodológico de las extracciones	26
5.6. Análisis de los extractos de <i>Merremia dissecta</i>	27

5.6.1. Diagrama metodológico	27
5.6.2. Extracto hexánico de <i>Merremia dissecta</i> (DH)	28
5.6.3. Extracto de acetato de etilo de <i>Merremia dissecta</i> (DA)	30
5.7. Análisis de los extractos de <i>Merremia tuberosa</i>	32
5.7.1. Diagrama metodológico	32
5.7.2. Extracto hexánico de <i>Merremia tuberosa</i> (TH)	33
5.7.3. Análisis por HPLC de la fracción THA-2	34
5.7.4. Extracto de acetato de etilo de <i>Merremia tuberosa</i> (TA)	36
6. RESULTADOS Y DISCUSION	38
6.1. Rendimiento de los extractos	38
6.2. Extractos de <i>M. dissecta</i>	39
6.3. Extractos hexánico y de acetato de etilo de <i>M. dissecta</i>	39
6.4. Extractos de <i>M. tuberosa</i>	64
6.5. Extracto hexánico de <i>M. tuberosa</i> (TH)	64
6.6. Extracto de acetato de etilo de <i>M. tuberosa</i> (TA)	69
7. CONCLUSIONES	74
8. ESPECTROS	75
9. BIBLIOGRAFIA	127

## 1. INTRODUCCION.

En México debido principalmente a lo difícil que resulta el acceso a los medicamentos proporcionados por los Centros de Salud Pública, a las condiciones económicas y al estado de marginación en que se ubican la mayor parte de la población rural, las plantas medicinales constituyen una alternativa viable para resolver los problemas de salud de varios grupos étnicos (Estrada, 1985).

Es en este contexto que se han hecho estudios tanto farmacológicos y fitoquímicos de algunas especies de plantas medicinales que tienen importantes antecedentes etnobotánicos. Así de la familia Convolvulaceae se han estudiado algunas de sus especies más representativas, debido a sus propiedades curativas y psicotrópicas. Por otro lado también se han realizado trabajos quimiotaxonómicos con el objeto de relacionar la presencia de algunos metabolitos secundarios característicos de esta familia.

La familia Convolvulaceae esta representada por 40 géneros, dentro de los cuales se reportan más de 1500 especies. En México la familia comprende 22 géneros (McDonal, 1993). Aunque las Convolvuláceas son mejor conocidas por su hábito trepador, varias especies se presentan en forma arbórea, arbustiva, o como hierbas erectas o postradas. Las flores del grupo son de aspecto tubular y de colores brillantes.

La importancia económica de las Convolvuláceas es considerable, la especie más importante es *Ipomoea batatas* (L.) Lam., camote comestible que se cultiva a escala mundial. Por otro lado en México varias especies producen semillas que al ingerirse son alucinógenas (e.g., *Turbina*

*corymbosa* (L.) Raf. e *Ipomoea tricolor* (Cav.), y aún se usan como medio adivinatorio en las tradiciones indígenas. Otras especies proveen una fuente de medicamentos purgativos, tal como la "purga de Xalapa" o "Raíz de Jalapa", *Ipomoea purga* (Wender.) Hayne, la cual tiene una larga historia comercial y es usada desde los tiempos precolombinos (McDonald, 1993).

La "Raíz de Jalapa" constituye uno de los recursos tradicionales de México más conocidos en el extranjero debido a sus propiedades medicinales. La "jalapa" fué conocida principalmente por su acción purgante y emética, sin embargo se le atribuye otra propiedad, tal como antihelmíntica (Martínez, 1959). Farmacológicamente esta clasificada como catártico drástico, hidragogo (Bauser, 1937; Wallis, et al., 1960). La difusión internacional que consiguió la "raíz de jalapa" a partir de la Conquista española y el éxito de sus aplicaciones como purgante trajo como consecuencia la búsqueda de especies que tuvieran resinas purgantes y que sirvieran para sustituir el uso de la "jalapa".

La mayoría de las especies de Convolvuláceas que se han utilizado para la obtención de resinas purgantes en México, son especies pertenecientes al género *Ipomoea* (Pedraza, 1982), sin embargo en otros países se han utilizado además del género *Ipomoea*, especies de otros géneros como *Convolvulus*, *Operculina* y *Merremia*.

En el género *Merremia* los metabolitos secundarios más estudiados son las glicorresinas, aunque también se ha reportado la presencia de otros compuestos como los alcaloides, los glicósidos kauranoicos y los glicósidos cianogénicos. Sin embargo los estudios químicos de especies de este género son escasos, por lo que en este trabajo se pretende contribuir al conocimiento químico de dos especies de *Merremia*.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. GENERAL

Realizar un estudio químico de los extractos de baja y mediana polaridad de la raíz de dos especies del género *Merremia*, *M. dissecta* y *M. tuberosa*.

### 2.2. PARTICULARES

- 1).- Preparar extractos hexánicos y de acetato de etilo de las raíces de *M. dissecta* y *M. tuberosa*.
- 2).- Separar y purificar algunos metabolitos secundarios presentes en los extractos anteriormente preparados.
- 3).- Analizar por HPLC las fracciones que contengan resinas glicosídicas.
- 4).- Determinar la estructura de los compuestos aislados.

### 3. ANTECEDENTES.

#### 3.1. Metabolitos secundarios presentes en las Convolvuláceas.

En las plantas durante los procesos metabólicos además de los metabolitos vitales se producen otro tipo de sustancias como terpenos, alcaloides, acetogeninas, esteroides, glucósidos, etc., que se consideran productos del metabolismo secundario. (Valencia, 1995).

En la familia Convolvulaceae se han encontrado alcaloides como metabolitos secundarios del tipo del ácido lisérgico y de las ergolinas contenidas en *Turbina corymbosa* e *Ipomoea violacea* publicadas por (Hofmann y Tschertter, 1960), quienes realizaron las primeras investigaciones en estas especies.

Posteriormente, se encontraron, también en *Turbina corymbosa*, dos glucósidos isómeros, derivados del kaurano, la turbicorina y la corimbosina, aislados por (Pérez-Amador, *et al.*, 1964). Durante varios años no se volvió a mencionar la existencia de sustancias similares en otros miembros de la familia y no fue sino hasta 1976 que (Canonica *et al.*) Separaron de *Operculina aurea* glucósidos con este núcleo.

Más tarde en el año de 1980 (Pérez-Amador, *et al.*) en semillas de diversos géneros de la familia, determinaron mediante cromatografía en capa fina (CCF), la presencia de kaurenos y alcaloides como el ácido lisérgico, la chanoclavina y la amida del ácido isolisérgico.

Dentro de los metabolitos secundarios de las Convolvuláceas, las resinas glicosídicas fueron las primeras en adquirir importancia por sus propiedades purgantes, y se han aislado principalmente de tubérculos de varias especies, así como también de hojas, semillas y de la planta entera. Asimismo se han descrito otras actividades biológicas de posible interés terapéutico para estos compuestos, como son sus efectos antimicrobianos (Bieber *et al.*, 1986 y Pereda-Miranda *et al.*, 1993) antiinflamatorios y antitumorales (Bieber *et al.*, 1986).

Las resinas, como se ha mencionado anteriormente, son productos del metabolismo secundario de este tipo de plantas y se cree que biogénicamente provienen de la oxidación de los terpenos. Este tipo de compuestos usualmente se sintetizan y acumulan en estructuras vegetales especializadas y se aíslan como sólidos amorfos que presentan una naturaleza química compleja. Físicamente son duras, transparentes o translúcidas, cuando se calientan tienden a ablandarse y fundir; generalmente son insolubles en agua. Desde el punto de vista químico, se ha demostrado que las resinas son mezclas complejas de ácidos resínicos, resinoalcoholes, resinotanoles, ésteres y compuestos químicamente inertes denominados resenos.

Los estudios químicos relativos a la composición y estructura de las resinas datan del siglo pasado y se realizaron principalmente en *Ipomoea purga* (Jáuregui, 1885; Velasco, 1885). Asimismo, con posterioridad se han realizado estudios de resinas de otras especies de Convolvuláceas, de las que se tiene conocimiento de su actividad purgante, siendo las más estudiadas la resina de Jalapa Brasileña (*Operculina macrocarpa*) (Auterhoff y Demleitner, 1955; Shellard, 1961a; Graf, *et al.*, 1965; Wagner y Kazmaier, 1971; 1977; Ono, *et al.*, 1989; 1989a), la resina de escamonea (*Convolvulus scammonia*) (Votocék y Valentin, 1929; Bauer y Junge, 1934; Noda, *et al.*, 1990; 1992), la resina de semillas de *Ipomoea muricata* (Mirsa y

Tewari, 1953; Khanna y Gupta, 1967; Liptak, *et al.*, 1978; Noda, *et al.*, 1988; 1988a; 1988b) y la de las raíces de *I. orizabensis* (Power y Rogerson, 1910; Shellard, 1961b; Noda, *et al.*, 1987), entre otras.

La complejidad en la composición de estas glicorresinas y su alto peso molecular han dificultado el aislamiento de los constituyentes individuales; de tal suerte que la identidad química de muchos de los compuestos en estas mezclas glicosídicas, así como la información relacionada con su posible biosíntesis se desconoce (Pérez Díaz, 1995).

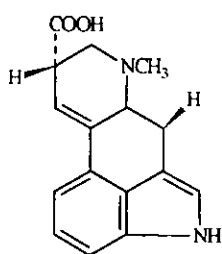
No obstante, de los estudios químicos que han tenido éxito, se ha aislado y caracterizado el principio activo de éstas especies. Así se ha determinado que la estructura principal de estos compuestos pertenece al grupo de los glicolípidos. Las cuales están constituidas generalmente, por un ácido graso oxhidrilado unido a una parte glicídica cuyos azúcares son por lo general, fucosa, glucosa, rhamnosa y quinovosa, entre otros, aún más, algunas de las unidades de azúcar están asimismo, esterificadas por ácidos orgánicos. Debido a esto se les ha dado el nombre de glicorresinas o resinas glicosídicas.

Por la complejidad de sus estructuras, a la gran diversidad de éstas y a las actividades biológicas que se les atribuyen, las glicorresinas son los compuestos más estudiados de las Convolvuláceas desde el punto de vista químico, de tal forma que la determinación de otros metabolitos es escasa o nula.

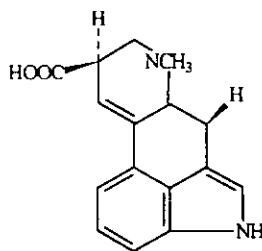


### 3.1.1. Metabolitos secundarios presentes en el género *Merremia*.

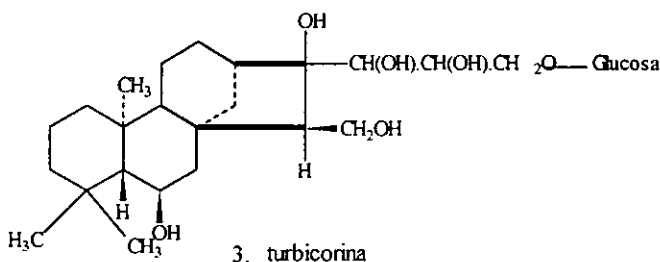
En el género *Merremia* se ha determinado la presencia de algunos de los compuestos característicos de la familia Convolvulaceae como son los alcaloides y los glucósidos kauranoicos. (Pérez Amador, *et al.*, 1988) en semillas de tres especies: *Merremia umbellata*, *M. cissoides* y *M. quinquefolia* identificaron la presencia de alcaloides como el ácido isolisérgico (1) y lisérgico (2) y un glucósido kauranoico, la turbicorina (3) (Fig. 1) mediante perfiles cromatográficos.



1. ácido isolisérgico



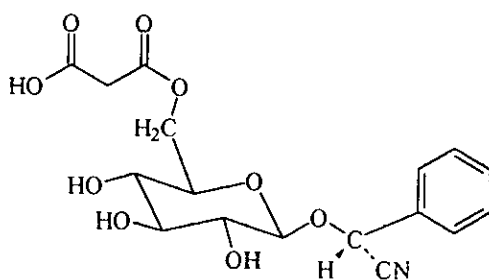
2. ácido lisérgico



3. turbicorina

Fig. 1. Estructura de alcaloides y glucósidos presentes en el género *Merremia* según (Pérez-Amador, *et al.*, 1988).

(Nahrstedt, *et al.*, 1989) aislaron de hojas de *Merremia dissecta* un glucósido cianogénico llamado malonato de 6'-prunasina (4) (Fig. 2).



4 malonato de 6'- prunasina

Fig. 2. Estructura del glicósido cianogénico aislado por (Nahrstedt, *et al.*, 1989).

En 1990 los mismos autores aislaron de las semillas de *Merremia dissecta* tres glucósidos cianogénicos que fueron identificados como amigdalina (5) y dos esteres de éste: 6''-(4-hidroxi)-benzoato (6) y 6''-(4-hidroxi)-E-cinamate (7) (Fig. 3).

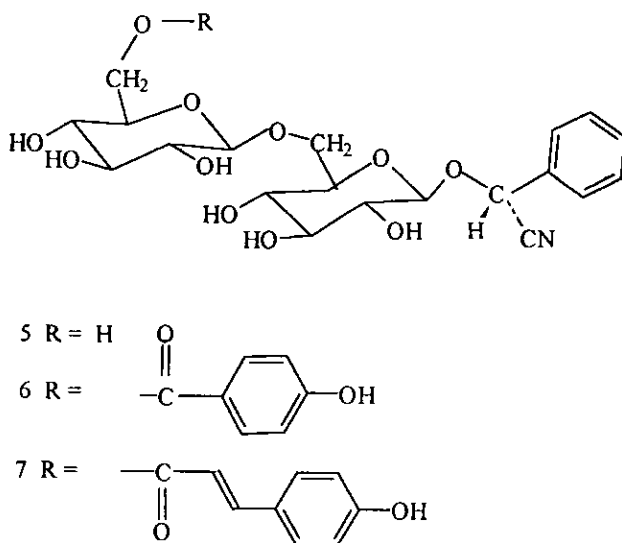


Fig. 3. Glicósidos cianogénicos presentes en *M. dissecta* según (Nahrstedt, *et al.*, 1990).

(Weigl, *et al.*, 1992) aislaron de la raíz de *Merremia dissecta* alcaloides a los que llamaron datumetina (8) y merresectina A (9) y B (10) (Fig. 4).

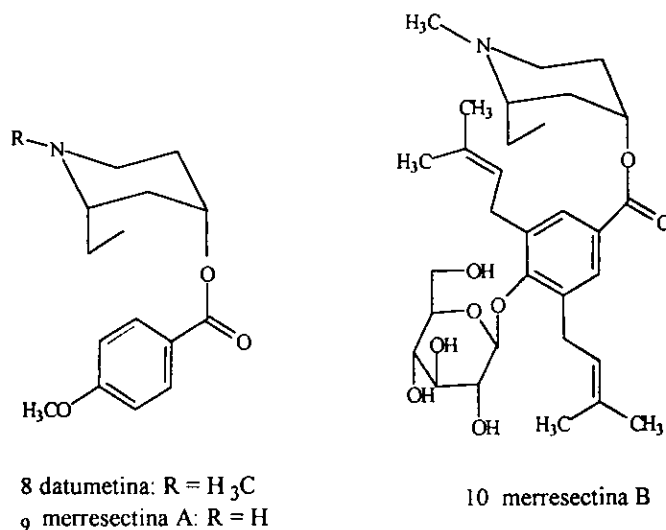


Fig. 4. Estructura de alcaloides aislados por (Weigl, *et al.*, 1992).

Dentro de los metabolitos secundarios del género *Merremia*, los más estudiados son las glicorresinas. A continuación se detallan el aislamiento y la determinación estructural de algunas glicorresinas de las siguientes especies.

#### *Merremia mammosa*

Es una planta utilizada en la medicina folklórica de Indonesia, conocida como "Bidara upas", la cual se usa en el tratamiento de la diabetes, garganta y sistema respiratorio. (Kitagawa, *et al.*, 1988) aislaron de los tubérculos seis resinas glicosídicas llamadas merremósidos a, b, c, d, f y g y determinaron solamente la estructura de los compuestos b y d (compuestos 12 y 14), mismos que

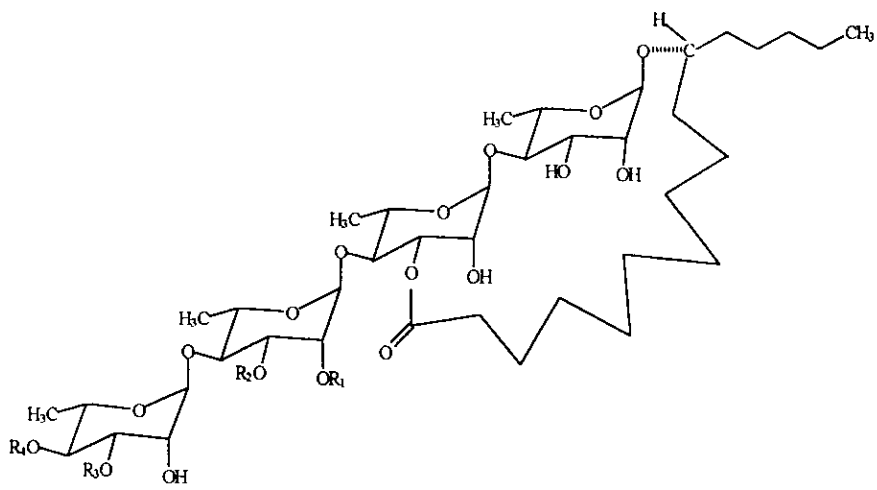
son tetrasacáridos del ácido jalapínolico, esterificados por el ácido iso-butírico (Fig. 5).

Continuando con este estudio, en artículos posteriores en 1996a y 1996b, los mismos autores proponen la estructura de los merremosidos a, c, e, f, g, h<sub>1</sub> y h<sub>2</sub> (compuestos 11, 13, 15, 16, 17, 18 y 19 respectivamente) (Fig. 5).

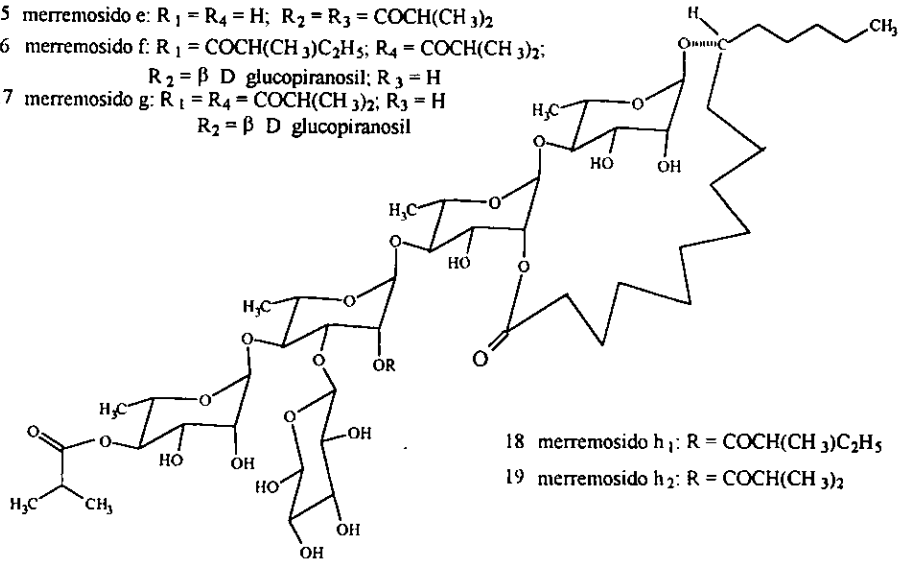
En 1989, y posteriormente en 1997 los mismos autores aislaron cuatro resinas glicosídicas llamadas mammosidos A, B, H<sub>1</sub> y H<sub>2</sub> (compuestos 20 a 23 respectivamente) (Fig. 6).

#### *Merremia tuberosa*

(Ono, *et al.*, 1993) realizaron análisis químicos del tallo de *Merremia tuberosa*, conocida en Japón como "Woodrose", porque el cáliz seco se asemeja a una rosa. Los tubérculos de esta planta los usan como alimento. Los autores aislaron dos resinas glicosídicas a las que llamaron Woodrosina I y II (WI y WII) (compuestos 24 y 25) (Fig. 7). Son pentasacáridos del ácido jalapínolico que se encuentra en forma de lactona macrocíclica y cuya diferencia entre ellas es un ester del ácido butírico en la WI, mientras que en la WII es un ester del ácido iso-butírico.

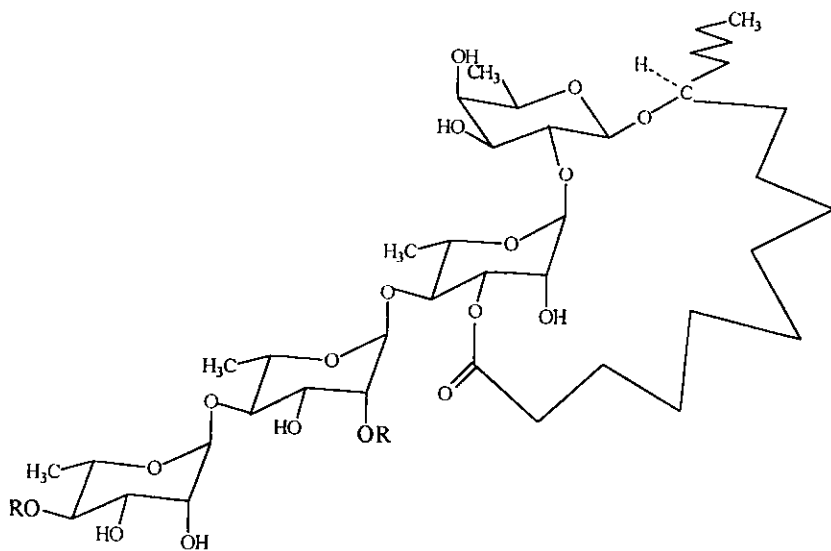


- 11 merremosido a:  $R_1 = R_4 = \text{COCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5$ ;  $R_2 = R_3 = \text{H}$
- 12 merremosido b:  $R_1 = R_4 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$ ;  $R_2 = R_3 = \text{H}$
- 13 merremosido c:  $R_1 = R_3 = \text{H}$ ;  $R_2 = \text{COCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5$ ;  
 $R_4 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$
- 14 merremosido d:  $R_1 = R_3 = \text{H}$ ;  $R_2 = R_4 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$
- 15 merremosido e:  $R_1 = R_4 = \text{H}$ ;  $R_2 = R_3 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$
- 16 merremosido f:  $R_1 = \text{COCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5$ ;  $R_4 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$ ;  
 $R_2 = \beta \text{ D glucopiranosil}$ ;  $R_3 = \text{H}$
- 17 merremosido g:  $R_1 = R_4 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$ ;  $R_3 = \text{H}$ ;  
 $R_2 = \beta \text{ D glucopiranosil}$



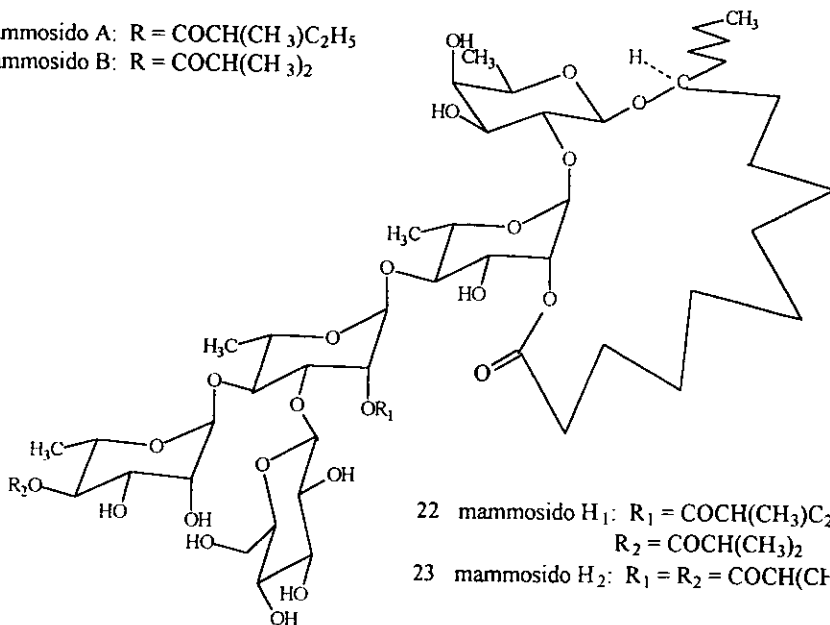
- 18 merremosido h<sub>1</sub>:  $R = \text{COCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5$
- 19 merremosido h<sub>2</sub>:  $R = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$

Fig. 5. Estructura de los merremosidos aislados por (Kitagawa, *et al.*, 1988, 1996a y 1996b).



20 mammosido A:  $R = \text{COCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5$

21 mammosido B:  $R = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$



22 mammosido H<sub>1</sub>:  $R_1 = \text{COCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5$   
 $R_2 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$

23 mammosido H<sub>2</sub>:  $R_1 = R_2 = \text{COCH}(\text{CH}_3)_2$

Fig. 6. Mammosidos aislados por (Kitagawa, *et al.*, 1989 y 1997).

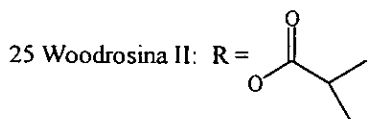
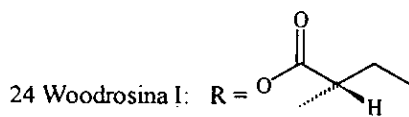
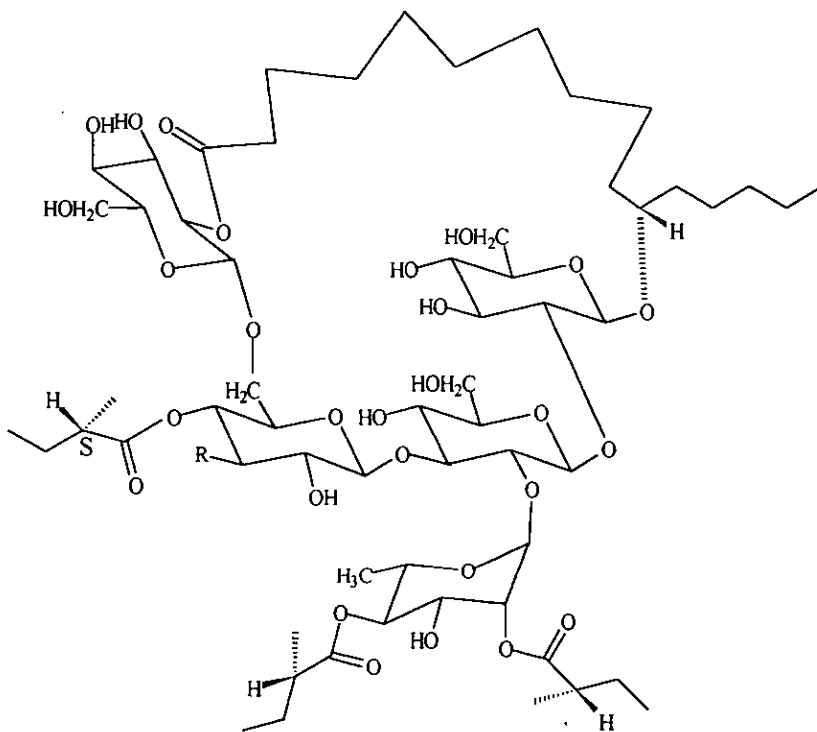


Fig. 7. Estructura de las Woodrosinas I y II (Ono, *et al.*, 1993).

Merrenia hungaiensis.

En un estudio de la resina de la raíz de *Merrenia hungaiensis*, conocida por los chinos como "Tu-Gua", y usada en el tratamiento de la hepatitis crónica y la hernia, (Noda, *et al.*,1994) aislaron y elucidaron la estructura de diez resinas glicosídicas llamadas Tuguajalapias I-X (compuestos 26 a 35 respectivamente) (Fig. 8). Formadas por el ácido jalapínico, el cual forma una lactona macrocíclica, unido a cinco azúcares, los cuales tienen esterificados ácidos orgánicos de: 16 átomos de carbono (palmitico); 18 átomos de carbono (estearico); y 20 átomos de carbono (araquídico).

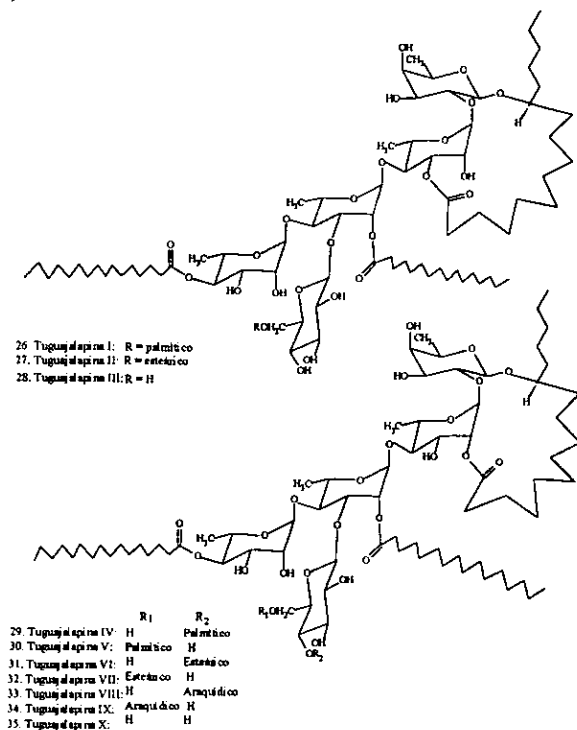


Fig. 8. Estructura de las Tuguajalapias I-X. (Noda, *et al.*, 1994).



Los mismos autores en 1995 proponen la estructura del primer ejemplo de una resina glicosídica dimérica tipo ester llamada merremina (36), compuesta por dos unidades de ácidos glicosídicos parcialmente acilados por ácidos grasos.

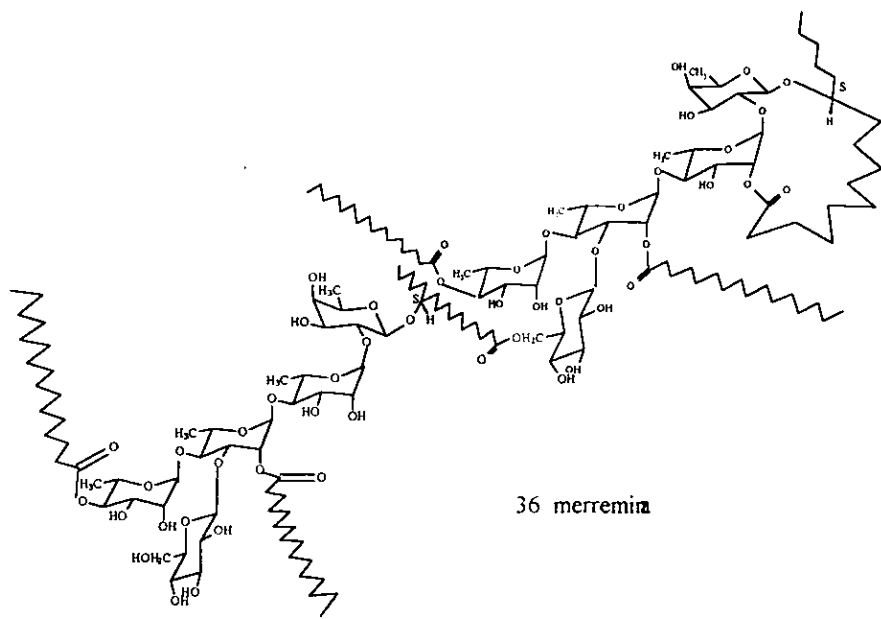


Fig. 9. Estructura de la merremina (Noda, *et al.*, 1995)

#### 4. UBICACION TAXONOMICA DE *Merremia dissecta* y *M. tuberosa*.

##### 4.1. *Merremia dissecta* (Jacq.) Hallier f. Bot. Jahrb. Syst. 16:552.1983.

###### 4.1. 1. Clasificación (Cronquist, 1981).

Reino	Vegetal
División	Magnoliophyta
Subdivisión	Angiospermae
Clase	Magnoliopsida
Subclase	Asteridae
Orden	Solanales
Familia	Convolvulaceae
Género	<i>Merremia</i>
Especie	<i>Merremia dissecta</i> (Jacq.) Hallier f.

Según McDonald, 1993, describe las sinonimias, nombres comunes, descripción y distribución en México de *M. dissecta*.

###### 4.1.2. Sinonimias.

*Convolvulus dissectus* Jacq., Obs. Bot. 2:4, tab. 28. 1767. Tipo: América.

*Convolvulus palmatus* Miller. Gard. Dict., ed. 8 n. 8. 1768. Tipo: México, Veracruz, Houstoun s.n.

*Ipomoea sinuata* Ortega, Hort. Matrit. Descr. Dec. 7:84.1798. Tipo. Cuba, "ubi Aguinaldo", Espinosa s.n.

*Ipomoea dissecta* (Jacq.) Pursh, Fl. Amer. Sept. 145.1814.

#### 4.1.3. Nombres comunes

Campanilla, sandía, cimarrón.

#### 4.1.4. Descripción de la especie.

**Enredaderas** volubles, rastreras, perennes, lignescentes. **Tallos** postrados o volubles, rollizos, contortos, de 5 m de largo, 1-3 mm de diámetro, ramificados, lisos, verdes o pajizos, ligera a densamente hirsutos, pelos amarillos; **entrenudos** 5.5-15.0 cm de largo. **Hojas** simples, palmadamente pseudocompuestas, segmentos 5-7, los senos llegando 5-10 mm hasta la base de la lámina, persistentes, pecioladas, verdes en ambas superficies; **lámina** palmatisecta, 3.0-11.5 cm de largo, 2.5-12.0 cm. de ancho, membranácea, márgenes enteros e incisos, los ápices de los lóbulos atenuados obtusos, la base atenuada; **venación** palmatipinnada; segmentos divididos apenas hasta la base de la lámina, variables, ovados, ovado-elongados a estrechamente elípticos, 1.5-7.3 cm de largo, 0.5-2.3 cm de ancho, glabros, estrigosos o hirsutos, márgenes enteros o dentado-sinuados, los dientes 2-10 mm de largo, 2-6 mm de ancho; **pecíolos** rollizos, 3-9 cm de largo, ca. 1 mm de diámetro, lisos o estriados, glabros, ligera a densamente hirsutos. **Inflorescencias** en monocasios reducidos, flores 1-2; **pedúnculos** primarios rectos, rollizos, 3.3-11.0 cm de largo, 1-2 mm de diámetro, glabros o ligeramente hirsutos; **pedicelos** rectos durante anthesis, reflexos durante la fructificación; **pedúnculo** primario recto, rollizo, 3.3-11.0 de largo, 1-2 mm de diámetro, glabro o ligeramente hirsuto; **pedicelos** rectos, reflexos durante la fructificación, rollizos, 1.8-2.6 cm de largo, ca. 1 mm de diámetro, dilatándose hasta 3 mm de diámetro en el ápice, lisos, glabros; **sépalos** subiguales, imbricados, verde-oscuros, frecuentemente purpúreos en los márgenes, los exteriores un poco más grandes que los interiores, 1.2-1.8 cm de largo, 5-7 mm de ancho, acrescentes y reflexos durante la fructificación, de 2.4 cm

de largo, 1 cm de ancho, ovados elongados, elípticos, coriáceos, glabros, márgenes enteros, frecuentemente escariosos, el ápice agudo, obtuso, la base truncada; **corola** campanulada, 3.0-4.5 cm de largo, tubo 1.0-1.5 cm de largo, 5-14 mm de diámetro, púrpura por adentro, blanca por fuera glabra, limbo subentero, dilatándose gradualmente, estivación convoluta induplicada, blanca, glabra; **estambres** subiguales 1.5-2.0 cm de largo, filamentos insertos en la base del tubo de la corola, blancos; **anteras** contortas, blancas; **estilo** ca. 2 cm de largo, blanco, glabro; **estigma** capitado, escasamente bilobado. **Fruto** una cápsula, parda al secarse, subcónica, 1.2-1.5 cm de largo y ancho, lóculos 2, 4-valvada, dehiscencia generalmente irregular, membranácea, lisa, glabra; **semillas** 4, negras, subrotundas, ángulos 3, 6-8 mm de largo y ancho, lisas, brillantes, la testa dura, glabra. **Raíz** tuberosa.

#### 4.1.5. Distribución en México.

Sinaloa, Coahuila, Nuevo León, Tamaulipas, San Luis Potosí, Hidalgo, Sonora, Veracruz, Oaxaca, Yucatán, Campeche y Quintana Roo.

#### 4.2. *Merremia tuberosa* (L.) Rendle en Fl. Trop. Africa 4:104. 1905.

##### 4.2.1. Clasificación (Cronquist, 1981).

Reino	Vegetal
División	Magnoliophyta
Subdivisión	Angiospermae
Clase	Magnoliopsida
Subclase	Asteridae
Orden	Solanales

Familia      Convolvulaceae  
Género      *Merremia*  
Especie      *Merremia tuberosa* (L.) Rendle.

Según McDonald, 1993, describe las sinonimias, nombres comunes, descripción y distribución en México de *M. tuberosa*.

#### 4.2.2. Sinonimias.

*Ipomoea tuberosa* L., Sp. Pl. 160. 1753. Tipo: Jamaica.

*Convolvulus gossypifolius* H.B.K., Nov. Gen. Sp. 3:107. 1818. Tipo: Cuba, Havana, Feb. 1801, Humboldt & Bonpland s.n.

*Convolvulus tuberosus* (L.) Sprengel, Syst. Veg. 1:591. 1825.

*Convolvulus macrocarpus* Sprengel, Syst. Veg. 1:592. 1825. nom. superfl. para *C. gossypifolius* H.B.K.

*Batatas tuberosus* (L.) Bojer, Hort. Maurit. 226. 1837.

*Operculina tuberosa* (L.) Meissner, in C. Martius Fl. Brasil 7:212. 1869.

#### 4.2.3. Nombre común.

Pata de gallo.

#### 4.2.4. Descripción de la especie.

**Lianas** robustas, volubles, perennes, tuberosas. **Tallos** rollizos en crecimiento nuevo, surcados en crecimiento maduro, contortos, de 20 m de largo, 0.2-3.5 cm de diámetro, ramificados, lisos o rugosos, glabros. **Hojas** simples, palmadamente lobadas, 8-20 cm de largo, 9.5-19 cm de ancho,

segmentos 6-7, verdes en ambas superficies, ovadas elongadas, 3.2-9.0 cm de largo, 1-5 cm de ancho, glabras en ambas superficies, márgenes enteros, los ápices atenuados; **venación** pinnada; **peciolos** surcados, 3-3-3-3-3 3-13 cm de largo, 1-3 mm de diámetro, lisos o estriados, glabros. **Inflorescencias** en cimas, la primera ramificación dicasial, las siguientes monocasiales, flores 3-6, una sola flor fértil por inflorescencia; **pedúnculo** primario rollizo, 4.5-13.0 cm de largo, 1-4 mm de diámetro, glabro, recto y leñoso durante la fructificación; **pedicelos** rectos o péndulos durante antesis 8-16 mm de largo, 1-2 mm de diámetro, lignificados, recurvados, dilatándose hasta de 8 mm de diámetro durante la fructificación, lisos a estriados, glabros; **sépalos** subiguales, imbricados, verdes, elípticos 1.9-2.7 cm de largo, 8-11 mm de ancho, coriáceos, las márgenes enteros, membranáceos, el ápice agudo durante antesis, reflexos y envolviendo fruto durante la fructificación, anaranjados hacia adentro, glabros; **corola** infundibuliforme, 4-6 cm de largo, limbo subentero, dilatándose gradualmente, 4-5 cm de ancho, amarillo, glabro; **estambres** subiguales, 2.5-3.0 cm de largo; **anteras** contortas, blancas, pubescente-glandulares en la base; **estilo** de tamaño igual al estambre más largo. **Fruto** una cápsula, pajiza y transparente al secarse, globoso, 3.5-4.0 cm de diámetro, dehiscencia irregular, el pericarpo membranáceo, glabro; **semillas** 4, negras subglobosas, ángulos 2 ó 3, 1.5-2.0 cm de largo y ancho, tomentosas, pelos negros. **Raíz** tuberosa.

#### 4.2.5. Distribución en México.

Yucatán, Campeche, Quintana Roo, Veracruz, Oaxaca y Chiapas.

## 5. MATERIAL Y METODOS.

### 5.1. Material vegetal.

Las dos especies se colectaron a 100 m del poblado de Apazapan, sobre el camino que va de Apazapan a Jalcomulco, Mpio. de Apazapan (aproximadamente a 20 minutos de la Cd. de Jalapa), Ver. Se realizaron dos colectas: una en septiembre de 1995 y la otra en enero de 1996.

Las determinaciones de las especies las realizaron la M. en C. Rosa Amelia Pedraza de la Dirección General de Asuntos Ecológicos del Estado de Veracruz, la M. en C. Susana Valencia del Herbario de la Facultad de Ciencias (FCME), y la M. en C. Martha Olvera del Herbario Nacional, Instituto de Biología (MEXU).

Los ejemplares de respaldo se depositaron en el Herbario de la Facultad de Ciencias (FCME), correspondiendo los números de registro 47552 para *Merremia tuberosa* y 47555 para *Merremia dissecta*.

### 5.2. Condiciones generales para el trabajo experimental.

Los puntos de fusión (p.f.) se determinaron en un aparato Fischer Jones y no están corregidos. La cromatografía en columna se desarrolló con gel de sílice para cromatografía en placa fina Merck Art. No. 7730. Las cromatografías en capa fina (CCF) se efectuaron utilizando cromatoplasmas de gel de sílice Merck 60 F 254 de 0.25 mm de espesor. El revelado de las placas se hizo utilizando luz ultravioleta tanto de onda larga como corta y revelador de sulfato cérico.

Los espectros de ultravioleta (UV) se determinaron en un espectrofotómetro Perkin Elmer, modelo 552, en metanol. Los espectros de infrarrojo (IR), en un espectrofotómetro de transformada de Fourier modelo Nicolet FT-5 SX, en cloroformo. Los espectros de Resonancia

Magnética Nuclear (RMN) tanto protónica (RMN- $^1\text{H}$ ) como de  $^{13}\text{C}$  (RMN- $^{13}\text{C}$ ) y de engrandecimiento de transferencia de polarización de menor torsión de  $^{13}\text{C}$  ( $^{13}\text{C}$ -DEPT) se obtuvieron en un espectrómetro Varian modelo Gemini 200 o en un espectrómetro Varian modelo VRX-3005 a 300 MHz en todos los casos se utilizó tetrametilsilano (TMS) como referencia interna, los desplazamientos químicos ( $\delta$ ) se expresan en partes por millón (ppm), las señales se indican de la siguiente manera: s = singulete, d = doblete, dd = doblete de doblete, t = triplete, c = cuarteto, m = multiplete y sa = señal ancha; las constantes de acoplamiento (J) se dan en Hertz (Hz). Los espectros de masas fueron determinados en un espectrómetro Jeol JMS-AX505HA.

### 5.3. Preparación del material vegetal

Las raíces de ambas especies se cortaron en trozos pequeños y se les dejó secar a temperatura ambiente, posteriormente se molieron finamente en un molino de manivela obteniendo 986 g de *Merremia dissecta* y 700 g de *Merremia tuberosa* finamente molidas.

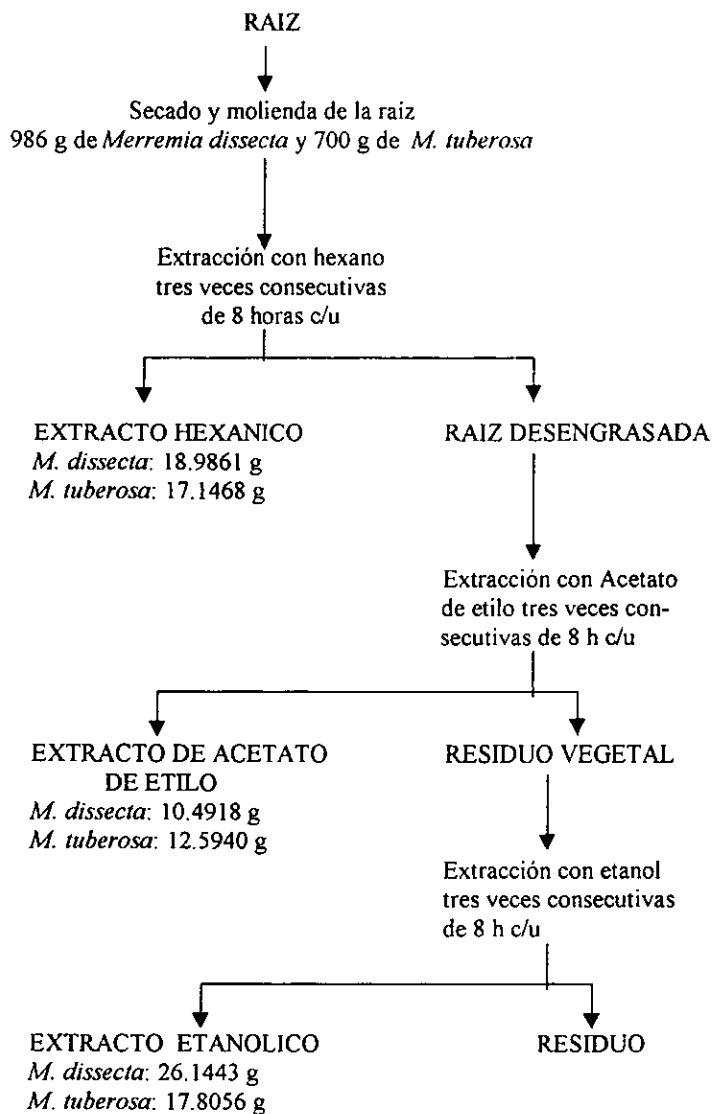
### 5.4. Extracción del material vegetal.

El material vegetal se sometió a tres extracciones sucesivas a reflujo durante 8 horas cada una, utilizando tres disolventes orgánicos de polaridad creciente (hexano, acetato de etilo y etanol). El disolvente se eliminó y los extractos secos se pesaron, calculándose su rendimiento en porcentaje.



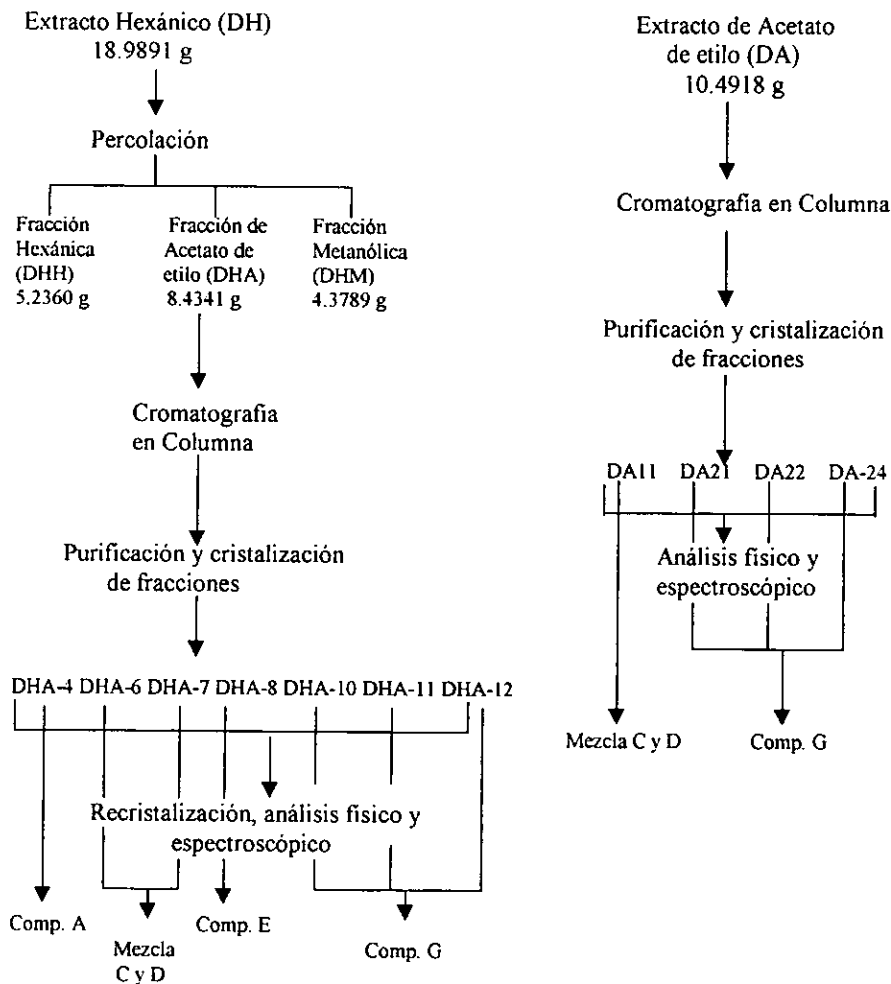
5.5. Diagrama metodológico de las extracciones.

METODOLOGIA



## 5. 6. Análisis de los extractos de *Merremia dissecta*.

### 5.6.1. Diagrama Metodológico.



### 5.6.2. Extracto hexánico de *Merremia dissecta* (DH).

El extracto hexánico (DH, 18.9891 g) se percoló en una columna cromatográfica con gel de sílice utilizando como eluyentes hexano, acetato de etilo y metanol. Los rendimientos se encuentran en el Cuadro No. 1.

CUADRO No. 1  
RENDIMIENTO DE LAS FRACCIONES PERCOLADAS

FRACCION	RENDIMIENTO (g)
Hexánica (DHH)	5.2360
Acetato de etilo (DHA)	8.4341
Metanólica (DHM)	4.3789

La fracción hexánica (DHH, 5.2360 g) es un sólido negro cuya cromatografía en capa fina presentó una gran cantidad de compuestos.

La fracción eluida con acetato de etilo (DHA, 8.4341 g) se separó en cromatografía en columna de gel de sílice utilizando como disolvente hexano y polaridad creciente con cloruro de metileno  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , hasta eluir con  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  y posteriormente con metanol. De esta cromatografía se obtuvieron 85 fracciones de 50 ml cada una, las cuales se reunieron por su similitud en cromatografía en capa fina.

Algunas de estas fracciones se obtuvieron con cierto grado de pureza y en buena cantidad por lo que se purificaron por cristalización con hexano-acetato de etilo (Cuadro No. 2).

CUADRO No. 2

FRACCIONES CRISTALIZADAS PROVENIENTES DE LA PERCOLACION CON AcOEt DEL EXTRACTO HEXANICO *Merremia dissecta*

FRACCION	CANTIDAD (mg)	PUNTO DE FUSION
DHA-4	41.0	75-77 °C
DHA-6	12.0	137-139 °C
DHA-7	48.0	135-137 °C
DHA-8	76.8	195-197 °C
DHA-10	30.0	90-93 °C
DHA-11	78.0	90-93 °C
DHA-12	44.0	90-93 °C

Estas fracciones se purificaron nuevamente por técnicas cromatográficas o recristalización y se obtuvieron algunos compuestos a los que se les determinó su p.f., pureza en CCF, análisis espectroscópico de infrarrojo (IR), resonancia magnética nuclear de hidrógeno (RMN-<sup>1</sup>H), de carbono 13 (RMN-<sup>13</sup>C), (<sup>13</sup>C-DEPT) y espectrometría de masas (EM). Los compuestos obtenidos en cada una de estas fracciones se encuentran en el Cuadro No. 3

CUADRO No. 3

COMPUESTOS OBTENIDOS DEL EXTRACTO HEXANICO  
DE RAIZ DE *M. dissecta*

FRACCION	TECNICA DE PURIFICACION	COMPUESTOS OBTENIDOS	CANTIDAD	PUNTO DE FUSION	ANALISIS ESPECTROSCOPICOS REALIZADOS
DHA-4	CC	Ftalato de dioctilo	—	líquido	RMN- <sup>1</sup> H
		Compuesto A	4.0 mg	84-85°C	IR, RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C, <sup>13</sup> C-DEPT
DHA-6	Cristalización de Hexano-ACOEt	Mezcla C y D	12.0 mg	137 - 139°C	RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C, <sup>13</sup> C-DEPT
DHA-7	Cristalización de Hexano-ACOEt	Mezcla C y D	48.0 mg	135 - 137°C	IR, RMN- <sup>1</sup> H, EM
DHA-8	Cristalización de Hexano-ACOEt	Compuesto E	76.8 mg	195 - 197°C	RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C, IR y EM
DHA-10 DHA-11 DHA-12	Cristalización de Hexano-ACOEt	Compuesto G	152.0 mg	90- 93°C	RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C <sup>13</sup> C-DEPT y EM

La fracción metanólica (DHM) tuvo un peso de 4.3789 g, es un sólido amarillento que al cromatografiar en capa delgada se observó como una mezcla de compuestos.

5. 6.3. Extracto de Acetato de etilo de *Merremia dissecta* (DA).

El extracto de acetato de etilo (DA, 10.4918 g) se separó por cromatografía en columna de gel de sílice, utilizando 220 g de gel de sílice. Se inició eluyendo con hexano-AcOEt (9:1), se aumentó la polaridad gradualmente hasta eluir con acetato de etilo 100%, se continuó eluyendo con acetato de etilo-metanol (9:1) hasta terminar con metanol. En total se obtuvieron

271 fracciones de 100 ml, las que se reunieron por su similitud en cromatografía en capa fina. Las fracciones que se obtuvieron en buena cantidad y con cierto grado de pureza, se recrystalizaron con hexano-ACOEt, se les determinó su punto de fusión y se les realizó el análisis espectroscópico. Los datos de estos compuestos se reúnen en el Cuadro No. 4.

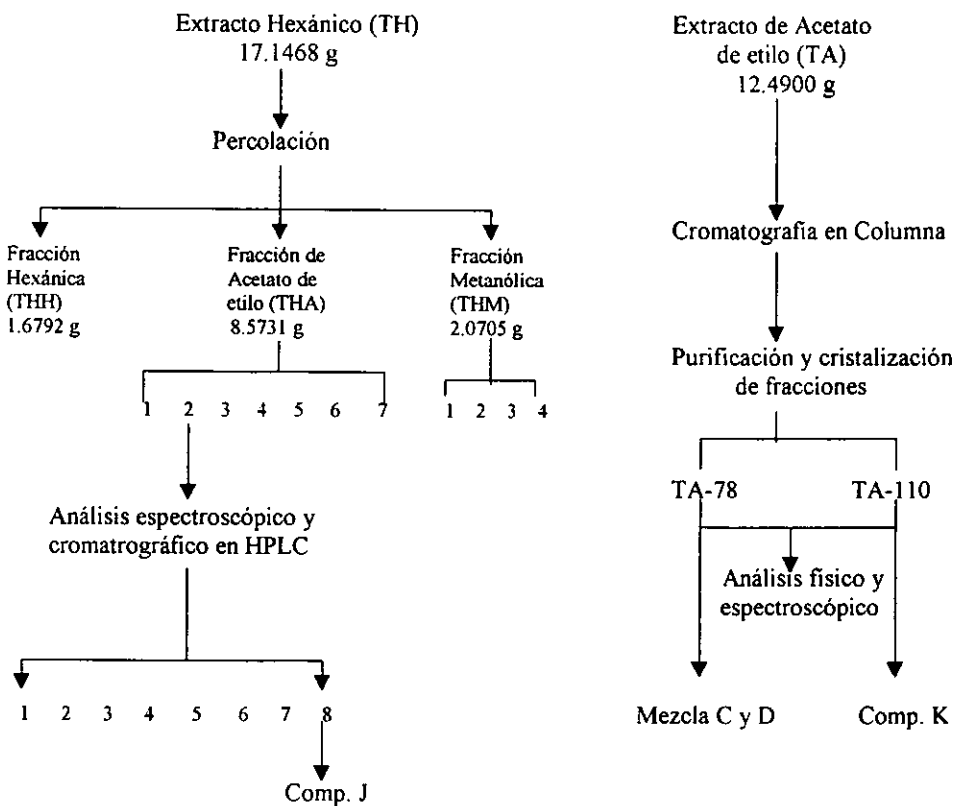
CUADRO No. 4

COMPUESTOS SEPARADOS DEL EXTRACTO DE ACETATO DE ETILO (DA)

FRACCION No.	DISOLVENTE DE ELUCION	COMPUESTO	ASPECTO	CANTIDAD (mg)	PUNTO DE FUSION	ANALISIS ESPECTROSCOPICOS
DA-11	Hexano-AcOEt (8:2)	Mezcla de C y D	Sólido blanco	14.4	138 - 139°C	IR, RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C, <sup>13</sup> C- DEPT y EM
DA-21	Hexano AcOEt (8:2)	G	Sólido blanco	41.0	92 - 93°C	IR, RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C, <sup>13</sup> C- DEPT y EM
DA-22	Hexano AcOEt (8:2)	G	Sólido blanco	22.0	92 - 93°C	IR, RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C y EM
DA-24	Hexano AcOEt (8:2)	G	Sólido blanco	20.1	91 - 92°C	IR, RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C y EM

## 5.7. Análisis de los extractos de *Merremia tuberosa*.

### 5.7.1. Diagrama metodológico.



5.7.2. Extracto hexánico de *Merremia tuberosa* (TH).

El extracto hexánico (TH, 17.1468 g) se percoló en una columna de gel de sílice utilizando como eluyentes hexano, acetato de etilo y metanol en forma consecutiva. Con hexano se obtuvo una sola fracción (THH) de color negro, con un peso de 1.6792 g.

Con metanol se obtuvieron 4 fracciones (THM) las que se analizaron por cromatografía en capa fina y cuyos pesos se indican en el Cuadro No. 5.

CUADRO No. 5

FRACCIONES METANOLICAS OBTENIDAS DEL  
EXTRACTO HEXANICO (THM)

FRACCION No.	CANTIDAD (g)
THM-1	1.8019
THM-2	0.1125
THM-3	0.1560
THM-4	0.0010

Con acetato de etilo se obtuvieron 11 fracciones de 250 ml cada una; éstas se reunieron por su similitud observada en cromatografía en capa fina en 6 nuevas fracciones, de la siguiente manera:



CUADRO No. 6

FRACCIONES DE ACETATO DE ETILO OBTENIDAS  
DEL EXTRACTO HEXANICO (THA)

FRACCION No.	FRACCIONES REUNIDAS	CANTIDAD (mg)
THA-1	1	6720.0
THA-2	2	285.2
THA-3	3	423.3
THA-4	4 - 6	533.6
THA-5	7	315.4
THA-7	9 - 11	132.8

La fracción THA-2 fué la más pura y se le determinó su punto de fusión y espectros de IR y RMN-<sup>1</sup>H.

Esta fracción se utilizó, primeramente, para establecer las condiciones de separación de resinas glicosídicas por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) y posteriormente para separar las resinas.

### 5.7.3. Análisis por HPLC de la fracción THA-2

Se utilizó un cromatógrafo de líquidos analítico modelo Merck Hitachi Lachrom equipado con bomba cuaternaria, sistema de inyección (20 µl) automático; detector de luz UV y con integrador. Para la separación se utilizó una columna Lichrocart 250 empacada con Lichrosphere 100, de fase reversa C18 y de 5 µm.

Se utilizaron disolventes TecnoLab grado HPLC, los que se filtraron previamente a través de una membrana Millipore con tamaño de poro de 0.5  $\mu\text{m}$ . Se prepararon soluciones metanólicas con la muestra a concentraciones de 1, 2, 3, 10 y 100 mg/ml.

Se probaron primeramente sistemas de elución fijos, con mezclas de acetonitrilo-agua ( $\text{AcN-H}_2\text{O}$ ). 65:35, 70:30 y 80:20 variando los diferentes parámetros cromatográficos. Posteriormente se probó un sistema de elución en gradiente lineal con las siguientes condiciones:

CUADRO No. 7  
ANÁLISIS POR HPLC DE LA FRACCIÓN THA-2  
(Gradiente lineal)

TIEMPO (min)	AcN (%)	H <sub>2</sub> O (%)
0	10	90
45	100	-

Concentración: 3 mg/ml  
Velocidad de flujo: 1.5 ml/min  
Longitud de onda: 210 nm  
Atenuación: 4  
Velocidad de papel: 10 mm/min

En los cromatogramas se observó que la mayoría de picos importantes se encontraban en el rango de elución  $\text{AcN-H}_2\text{O}$  (60-40) y  $\text{AcN-H}_2\text{O}$  (90-10). Por lo que se hizo un gradiente escalonado con las siguientes condiciones.

CUADRO No. 8

ANALISIS POR HPLC DE LA FRACCION THA-2  
(Gradiente escalonado)

TIEMPO (min)	AcN (%)	H <sub>2</sub> O (%)
0 - 10	60	40
11 - 20	68	32
21 - 45	90	10

Concentración: 3 mg/ml y 5 mg/ml

Velocidad de flujo: 1.5 ml/min

Longitud de onda: 210 nm

Atenuación: 4

Velocidad de papel: 10 mm/min

Con estas condiciones se inyectó varias veces una solución concentrada de la muestra THA-2 y se obtuvieron 8 fracciones en muy pequeña cantidad. La fracción 8 fue la que se presentó con cierto grado de pureza pero en pequeña cantidad por lo que sólo se obtuvieron los espectros de RMN-<sup>1</sup>H (Espectro 41), de EM por impacto electrónico (Espectro 42) y por FAB<sup>+</sup> (Espectros 43 y 44).

5.7.4. Extracto de Acetato de etilo de *Merremia tuberosa* (TA).

El extracto de acetato de etilo (TA, 12.59 g) se separó por cromatografía en columna utilizando 220 g de gel de sílice para cromatografía en placa fina Merck Art. No. 7730. Se eluyó primero con hexano y la polaridad se aumentó gradualmente con acetato de etilo hasta eluir con 100% de este último disolvente.

Se obtuvieron 514 fracciones de 75 ml, las cuales se reunieron por su similitud en cromatografía en capa fina de control. Las fracciones marcadas como TA-78 y TA-110 se cristalizaron de hexano-ACOEt, se pesaron y se analizaron física y espectroscópicamente.

Los datos se resumen en el siguiente cuadro:

CUADRO No. 9

COMPUESTOS SEPARADOS DEL EXTRACTO DE ACETATO DE ETILO (TA)

FRACCION No.	DISOLVENTE DE ELUCION	COMPUESTO	ASPECTO	CANTIDAD (mg)	PUNTO DE FUSION	ANALISIS ESPEC-TROSCOPICOS
TA-78	Hexano-AcOEt (9:1)	Mezcla C y D	Sólido blanco	6.0	133 - 135°C	RMN- <sup>1</sup> H
TA-110	Hexano AcOEt (8:2)	K	Sólido blanco	66.0	92 - 93°C	IR, RMN- <sup>1</sup> H, RMN- <sup>13</sup> C y EM

## 6. RESULTADOS Y DISCUSION.

### 6.1. Rendimiento de los extractos.

A los extractos hexánicos, de acetato de etilo y etanólico de las raíces de ambas especies se les calculó su rendimiento en base al peso seco de raíz. Los datos se encuentran en el siguiente cuadro:

CUADRO No. 10

RENDIMIENTO DE LOS EXTRACTOS OBTENIDOS DE LAS RAICES  
DE *Merremia dissecta* y *Merremia tuberosa*

CANTIDAD DE RAIZ	E X T R A C T O S					
	H E X A N O		ACETATO DE ETILO		E T A N O L	
	PESO (g)	%	PESO (g)	%	PESO (g)	%
<i>Merremia dissecta</i> 986 g	18.9861	1.92	10.4918	1.06	26.1443	2.65
<i>Merremia tuberosa</i> 700 g	17.1468	2.4	12.594	1.7	17.8056	2.54

Aunque el objetivo de este trabajo es el estudio de los extractos no-polares de las raíces, se obtuvieron también de manera sistemática los extractos etanólicos siendo estos los que presentaron mayores rendimientos.

## 6.2. Extractos de *Merremia dissecta*.

Tanto en los extractos hexánicos como de acetato de etilo se logró la separación de algunos compuestos los que se analizan particularmente.

## 6.3. Extracto hexánico de *Merremia dissecta* (DH).

De la percolación de este extracto se obtuvieron tres fracciones: hexánica (DHH), de acetato de etilo (DHA) y metanólica (DHM). La fracción de acetato de etilo tuvo un mayor rendimiento (8.4341 g) por lo que se separó por cromatografía en columna.

Sólo las fracciones que se encontraron en buena cantidad y con cierto grado de pureza se recrystalizaron y se analizaron física y espectroscópicamente.

### Fracción DH-4.

La fracción DH-4 con punto de fusión (75-77°C) se purificó nuevamente por cromatografía en columna de gel de sílice y se obtuvieron dos compuestos. Uno de estos al compararlo con espectros reportados en la literatura (Catálogo Aldrich, 1993) resultó ser oftalato de dioctilo (Espectro 1), que es un contaminante común de los disolventes orgánicos. El otro compuesto, (compuesto A) con p.f. = 84-85°C presentó en el espectro de IR (Espectro 2) bandas características de vibraciones fundamentales C-H alifática (2929.6 y 2855.4  $\text{cm}^{-1}$ ); de carbonilo de ester (1712.8  $\text{cm}^{-1}$ ); de C = C (1602.0  $\text{cm}^{-1}$ ) y de CH<sub>3</sub>-C (1464.1  $\text{cm}^{-1}$ ).

En el espectro de RMN-<sup>1</sup>H (Espectro 3) se observó la presencia de un hidrógeno vinílico (5.54 ppm, dt, J = 5.4 y 2.7 Hz, 1H); un hidrógeno unido a un carbono que soporta un átomo de oxígeno (4.69 ppm, t, J = 2.7 Hz, 1H); 6 señales de metilo singuletes (1.07, 1.04, 1.01, 0.93, 0.90 y 0.786 ppm, 3H<sup>s</sup> c/u); dos señales de metilo doblete (0.83 y 0.89 ppm con J = 6.6 y 6.0 Hz respectivamente, 3H<sup>s</sup> c/u). Además de las señales de CH y CH<sub>2</sub> en la región de 1.1 a 2.2 ppm.

Por otro lado en los espectros de RMN-<sup>13</sup>C y <sup>13</sup>C-DEPT (Espectros 4, 5 y 6) se observaron siete señales de metilo (14.1, 15.0, 15.6, 16.0, 17.7, 21.9 y 22.7 ppm) siete señales de CH (30.8, 44.2, 51.8, 50.3, 60.1, 78.3 y 120.0 ppm); dos señales de carbono de carbonilo (173.5 y 178.8 ppm); y 15 señales de CH<sub>2</sub> (18.7, 19.9, 22.7, 24.0, 24.7, 25.4, 28.3, 29.1, 29.2, 29.4, 29.5, 29.7, 31.9, 33.9, 34.2, 34.8 y 35.4 ppm).

Al comparar estos datos espectroscópicos con aquellos de la literatura se vió que el compuesto A es un diester de un triterpeno pentacíclico del tipo de los adianenos (Vigar Uddin Ahnad, *et al.*, 1994).

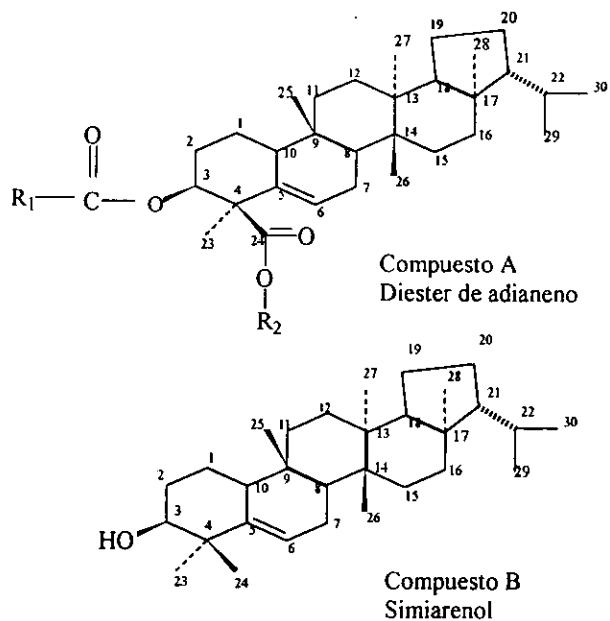


Fig. 10. Estructura del simiarenol y de un diester de adianeno.

En los cuadros 11 y 12 se muestran los desplazamientos químicos de RMN-<sup>1</sup>H y de <sup>13</sup>C para el compuesto A (espectros 3 a 6) asimismo, para el simiarenol (compuesto B) (Vigar Uddin Ahnad, *et al.*, 1994).



CUADRO No. 11

DESPLAZAMIENTOS QUIMICOS DE RMN-<sup>1</sup>H DE  
LOS COMPUESTOS A Y B

Desplazamiento químico en ppm (señal), J en Hz, integración

No. DE PROTON	SIMIARENOL* (B)	COMPUESTO (A)
H-3	3.47 (m), 1H	4.69 (t) J = 2.7, 1H
H-6	5.62 (dt), J = 6.2, 2.2 1H	5.54 (dt) J = 5.4 y 2.7, 1H
H-23	1.05 (s), 3H	1.04 (s), 3H
H-24	1.14 (s), 3H	—
H-25	0.89 (s), 3H	0.90 (s), 3H
H-26	1.01 (s), 3H	1.01 (s), 3H
H-27	0.93 (s), 3H	0.93 (s), 3H
H-28	0.78 (s), 3H	0.79 (s), 3H
H-29	0.88 (d), J = 6.5, 3H	0.89 (d), J = 6.0, 3H
H-30	0.83 (d), J = 6.5, 3H	0.83 (d), J = 6.6, 3H

\* Vigar Uddin Ahnad and Atta-ur-Rahman (1994)

CUADRO No. 12

DESPLAZAMIENTOS QUIMICOS DE RMN-<sup>13</sup>C DE LOS  
COMPUESTOS A Y B

Desplazamientos químicos en ppm

No. DE C	SIMIARENOL** (B)	COMPUESTO A
1	18.1	18.7
2	27.8	29.2
3	76.3	78.3
4	50.0	42.8
5	142.0	142.3
6	122.0	120.0
7	24.0	24.7
8	44.3	44.2
9	34.8	38.6
10	50.0	50.3
11	34.1	34.1
12	28.9	29.0
13	38.6	39.1
14	40.2	39.4
15	29.1	29.2
16	35.4	35.4
17	42.3	42.3
18	51.7	51.8
19	19.9	19.9
20	28.3	28.3
21	60.0	61.1
22	30.8	30.8
23	29.1	14.1
24	25.5	178.8
25	17.9	17.7
26	15.7	15.6
27	15.0	15.0
28	16.0	16.0
29*	21.9	21.9
30*	22.9	22.9

\* Las señales se pueden intercambiar

\*\* Vigar Udd in Ahnad and Atta-ur-Rahman (1994)

La información que proporciona el espectro de masas (Espectro 7) corrobora la presencia de un residuo de adianeno en la molécula; ya que presentó los iones característicos de la fragmentación de este tipo de moléculas (Ageta, *et al.*, 1989, 1997) según el siguiente diagrama:

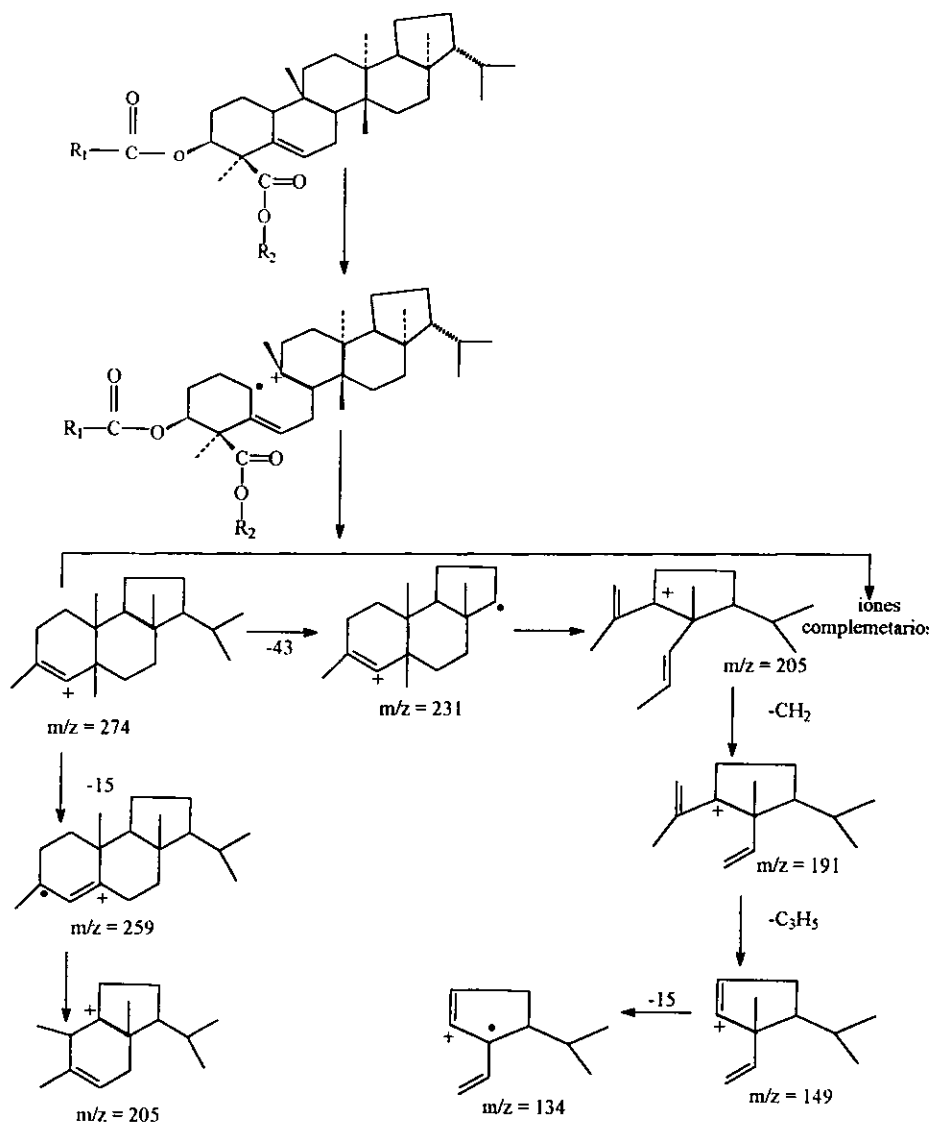


Fig. 11. Diagrama de fragmentación del diéster de adianeno.

La presencia de los grupos ester se sustenta con la presencia de los iones con  $m/z$  a 424 y 396, según el siguiente diagrama de fragmentación:

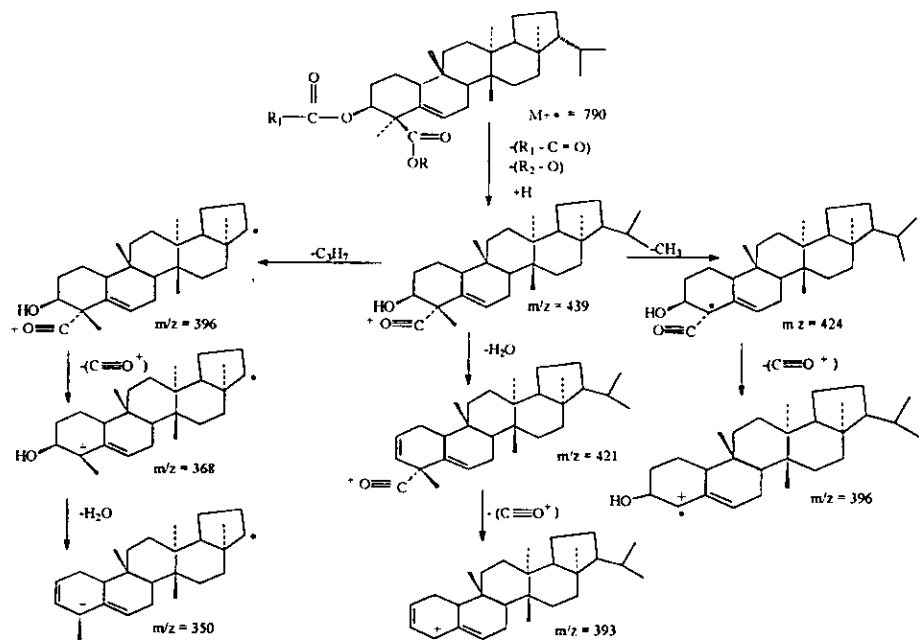


Fig. 12. Diagrama de fragmentación de los grupos ester del compuesto A.

Los fragmentos asignados a los iones presentes en el espectro de masas se encuentran en el Cuadro No. 13.

CUADRO No. 13

IONES MOLECULARES DEL COMPUESTO A

FRAGMENTO	m/z
[M +] = C <sub>53</sub> H <sub>90</sub> O <sub>4</sub>	790
[C <sub>30</sub> H <sub>47</sub> O <sub>2</sub> ] <sup>+</sup>	439
[C <sub>29</sub> H <sub>44</sub> O <sub>2</sub> ] <sup>+</sup>	429
[C <sub>30</sub> H <sub>45</sub> O] <sup>+</sup>	421
[C <sub>27</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub> ] <sup>+</sup>	396
[C <sub>28</sub> H <sub>44</sub> O] <sup>+</sup>	396
[C <sub>29</sub> H <sub>45</sub> ] <sup>+</sup>	393
[C <sub>26</sub> H <sub>40</sub> O] <sup>+</sup>	368
[C <sub>26</sub> H <sub>38</sub> ] <sup>+</sup>	350
[C <sub>20</sub> H <sub>34</sub> ] <sup>+</sup>	274
[C <sub>19</sub> H <sub>31</sub> ] <sup>+</sup>	259
[C <sub>17</sub> H <sub>27</sub> ] <sup>+</sup>	231
[C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> ] <sup>+</sup>	206
[C <sub>15</sub> H <sub>25</sub> ] <sup>+</sup>	205
[C <sub>14</sub> H <sub>23</sub> ] <sup>+</sup>	191
[C <sub>11</sub> H <sub>17</sub> ] <sup>+</sup>	149

Con estos datos se propone como estructura parcial del compuesto A un residuo triterpénico del tipo del simiarenol (B) el cual presenta dos ésteres con sustituyentes R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> en las posiciones 3 y 24 respectivamente.

La estructura total del compuesto A no se ha podido determinar debido fundamentalmente a que este metabolito resultó ser inestable en sílice, dificultando tanto su aislamiento como su purificación.

## Fracción DH-6.

En esta fracción se aisló un sólido el cual se cristalizó de hexano-acetato de etilo, obteniéndose cristales blancos con un punto de fusión de 137-139°C.

En el espectro de RMN-<sup>1</sup>H (Espectro 8) se observaron señales en 5.35 ppm (sa) de H vinílico que integra para un protón; 3.51 ppm (m) asignado a un protón unido a un átomo de carbono que soporta una función OH; dos señales (dd) a 5.14 y 5.01 ppm asignadas a dos protones vinílicos; en la región de 0.80 a 2.50 ppm señales de H de metileno (-CH<sub>2</sub>-); y de 0.7 a 1.02 ppm señales de H de CH<sub>3</sub>.

Una comparación cuidadosa de los de RMN-<sup>1</sup>H con aquéllos de la literatura (Espectros 9 y 10) (Catálogo Aldrich, 1993) permitió identificar que la fracción esta compuesta por una mezcla de β-sitosterol (C) y estigmasterol (D). Lo cual fue corroborado en el espectro de masas (Espectro 11), donde se observaron dos picos a 412 y 414 m/z que corresponden a los pesos moleculares de las fórmulas C<sub>29</sub>H<sub>48</sub>O y C<sub>29</sub>H<sub>50</sub>O del estigmasterol y del sitosterol respectivamente. De las intensidades relativas de estos iones moleculares se estimó, por el método de (Martínez, *et al.* 1987), que la relación C:D se encuentra en una proporción aproximada de 68:32 (2:1).

Asimismo, el espectro de masas de esta muestra (Espectro 11) presentó los iones característicos de la fragmentación del sitosterol reportados en la literatura por (Aizawa, *et al.*, 1974), así como los del estigmasterol, aunque estos últimos con menor intensidad. Los iones moleculares de la fragmentación del sitosterol se encuentran en el siguiente cuadro:

CUADRO No. 14

IONES MOLECULARES DEL SITOSTEROL

FRAGMENTO	m/z
Ión molecular [M] <sup>+</sup>	414
[M - CH <sub>3</sub> ] <sup>+</sup>	399
[M - H <sub>2</sub> O] <sup>+</sup>	396
[M - CH <sub>3</sub> - H <sub>2</sub> O] <sup>+</sup>	381
[M - C <sub>5</sub> H <sub>9</sub> O] <sup>+</sup>	329
[M - C <sub>8</sub> H <sub>15</sub> ] <sup>+</sup>	303
[M - C <sub>9</sub> H <sub>15</sub> O] <sup>+</sup>	275
[M - C <sub>10</sub> H <sub>21</sub> ] <sup>+</sup>	273
[M - C <sub>19</sub> H <sub>27</sub> ] <sup>+</sup>	255
[M - C <sub>13</sub> H <sub>27</sub> ] <sup>+</sup>	231
M - C <sub>13</sub> H <sub>29</sub> O] <sup>+</sup>	213

En los espectros de RMN-<sup>13</sup>C y <sup>13</sup>C-DEPT (Espectros 12 y 13) se observaron los desplazamientos químicos de los diferentes carbonos tanto del sitosterol como del estigmasterol. La asignación de éstas se comparó con datos de la literatura (Holland, *et al.*, 1978) para ambos compuestos.



CUADRO No. 15

DESPLAZAMIENTOS QUIMICOS DE RMN-<sup>13</sup>C DEL ESTIGMASTEROL  
Y β-SITOSTEROL

No. de C	Literatura* Stigmasterol	Experimental Stigmasterol	Literatura* β-sitosterol	Experimental β-sitosterol
1	37.4	37.3	37.3	37.3
2	31.7	31.7	31.8	31.7
3	71.8	71.8	71.9	71.8
4	42.4	42.3	42.4	45.9
5	140.9	140.8	140.9	140.8
6	121.7	121.7	121.8	121.7
7	31.9	31.9	32.0	31.9
8	31.9	31.9	32.0	31.9
9	50.3	50.2	50.3	50.2
10	36.6	36.5	36.6	36.5
11	21.1	21.1	21.1	21.1
12	39.8	39.8	39.9	39.7
13	42.4	42.3	42.4	42.3
14	57.0	56.9	56.8	56.8
15	24.4	24.4	24.3	24.3
16	28.9	28.9	28.2	28.3
17	56.0	56.0	56.2	56.1
18	19.4	19.4	11.9	11.9
19	12.2	12.2	19.4	19.8
20	40.5	40.5	36.2	36.15
21	21.1	21.2	19.1	21.1
22	138.4	138.3	34.0	34.0
23	129.4	129.3	29.3	29.2
24	51.3	51.3	50.3	51.3
25	31.9	31.9	26.2	26.1
26	19.0	21.1	18.8	18.8
27	21.1	19.1	19.8	19.0
28	25.4	25.4	23.1	23.1
29	12.0	11.9	11.9	12.0

\*Can J. Chem. 56, 3121-3127 (1978)

Con estos datos se corroboró que la fracción DH-6 es una mezcla de β-sitosterol y stigmasterol en una proporción aproximada de (2:1) cuyas estructuras se representan a continuación:

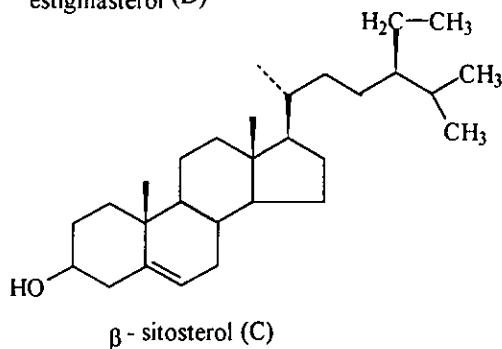
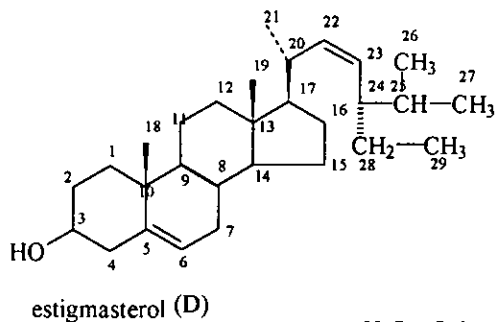


Fig. 13. Estructura del stigmasterol y  $\beta$ -sitosterol.

#### Fracción DH-7.

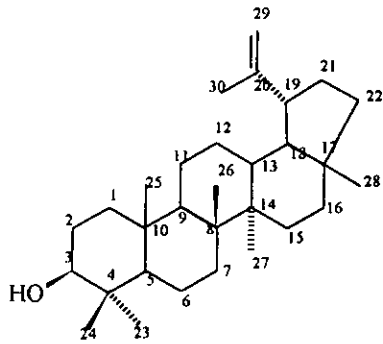
Esta fracción (48.0 mg) también resultó ser una mezcla de stigmasterol (D) y  $\beta$ -sitosterol (C) con una abundancia relativa de (13:7).

#### Fracción DH-8

De la fracción DH-8 se obtuvo un sólido el cual se recristalizó de hexano-acetato de etilo obteniéndose un sólido blanco con p.f. = 195-197 °C. El ión molecular obtenido en el espectro de masas (Espectro 17) fue de  $[M]^+ = 426$  m/z, el cual corresponde a una fórmula de  $C_{30}H_{50}O$ .

Por otro lado en el espectro de IR (Espectro 18) se observaron bandas en  $3616\text{ cm}^{-1}$  de OH;  $2944.6$  y  $2867.2\text{ cm}^{-1}$  de C-H alifático;  $1641.6\text{ cm}^{-1}$  de C = C;  $1456.8$  y  $1382.0\text{ cm}^{-1}$  de CH. Estas características espectrales indicaron que este compuesto es de naturaleza triterpénica. Lo cual fue corroborado en el espectro de RMN- $^1\text{H}$  (Espectro 19), donde se observaron señales a 4.68 ppm (d) con  $J = 2.7$  y  $4.57$  ppm (da) con  $J = 1.2$  y  $2.7$  Hz que integran cada una para un hidrógeno, las que fueron asignadas a protones vinílicos. Asimismo, se observa a 3.19 ppm una señal dd con  $J = 5.4$  y  $10.8$  Hz que integra para un hidrógeno, asignado a un protón que está unido a un carbono que soporta un grupo OH. Por otro lado se observan dos señales a 2.38 ppm (m) y 1.90 ppm (m) que integra cada una para un hidrógeno que se asigna a protones en posición  $\beta$  a un grupo OH. A 1.68 ppm se observa un singulete que integra para tres hidrógenos asignado a un metilo vinílico. Y seis singuletes en 1.03, 0.96, 0.95, 0.83, 0.79, 0.761 ppm que se asignaron a 6 grupos metilo.

Así también en el espectro de RMN- $^{13}\text{C}$  (Espectro 20, Cuadro No. 15) se observaron las 30 señales que corresponden a todos los átomos de carbono presentes en la molécula, lo que concuerda con la fórmula mínima deducida por espectrometría de masas ( $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$ ). Una revisión bibliográfica (Wenkert, *et al.*, 1978) reveló que el producto DH-8 es el lupeol (compuesto E).



Lupeol (E)

Fig. 14. Estructura del lupeol.

CUADRO No. 16

DESPLAZAMIENTOS QUIMICOS DE RMN-<sup>13</sup>C DEL LUPEOL

No. DE C	LITERATURA*	EXPERIMENTAL
1	38.7	38.7
2	27.4	27.4
3	78.8	79.0
4	38.8	38.9
5	55.2	55.3
6	18.3	18.3
7	34.2	34.3
8	40.8	40.9
9	50.4	50.5
10	37.1	37.2
11	20.9	21.0
12	25.1	25.2
13	38.0	38.1
14	42.8	42.9
15	27.4	27.4
16	35.5	35.6
17	42.9	43.0
18	48.2	48.3
19	47.9	48.0
20	150.6	151.0
21	29.8	29.9
22	39.9	40.0
23	28.0	28.0
24	15.4	15.4
25	16.1	16.1
26	15.9	16.0
27	14.5	14.6
28	18.0	18.0
29	109.2	109.3
30	19.3	19.3

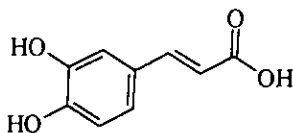
\* Wenkert, G, et al. (1978).

### Fracciones DHA-10, 11, 12 y DA-21, 22 y 24.

El análisis de los espectros de RMN-<sup>1</sup>H (Espectros 21, 22, 23, 24, 25 y 28) así como la determinación de los corrimientos en CCF (hexano-acetato de etilo 3:7) demostraron que todas estas fracciones contenían el mismo compuesto, por lo que se procedió a reunir las.

Una purificación por cristalización en hexano-acetato de etilo permitió obtener un sólido blanco con p.f. = 92-93° C. A través de un experimento de FAB<sup>+</sup>-EM de alta resolución se determinó el PM de 432 así como su análisis elemental (Espectro 26), que corresponde a la fórmula C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O<sub>4</sub>.

El análisis del espectro de IR (Espectro 27) de este compuesto permitió deducir la presencia de grupos hidroxilo, (3593.2-3550.8 cm<sup>-1</sup>); de carbonilo (1699.2 cm<sup>-1</sup>) y de C=C (1602.8 cm<sup>-1</sup>). Además se observaron entre otras, la banda característica de vibraciones fundamentales C-H alifática (2927.8 y 2854.5 cm<sup>-1</sup>) y la complementaria del carbonilo α,β-insaturada (1274.9 y 1176.5 cm<sup>-1</sup>).

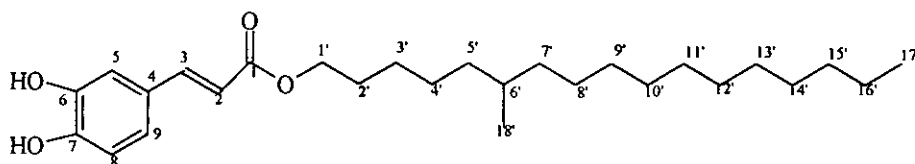


Acido cafeico (Comp. F)

Fig. 15. Estructura del ácido cafeico.

La inclusión de un residuo de ácido cafeico (compuesto F) (Fig. 15) como parte constitutiva de esta molécula, fue evidente por las señales en RMN-<sup>1</sup>H (Espectro 28) a 6.27 ppm (d, J = 15.9

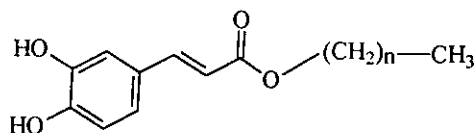
Hz); 6.88 ppm (d,  $J = 8.4$  Hz); 6.99 ppm (dd,  $J = 8.4, 1.8$  Hz); 7.12 ppm (d,  $J = 1.8$  Hz); y 7.59 ppm (d,  $J = 15.9$  Hz). Las señales con desplazamiento químico a campo alto 0.86 ppm (d,  $J = 5.4$ ); 0.87 (t,  $J = 2.7$ ); 1.25 ppm (sa); 1.69 (m); 4.20 (t,  $J = 6.6$  Hz) indicaron la presencia de una cadena hidrocarbonada de un alcohol esterificado al residuo del cafeato. Con base en estos datos se propone que la estructura de este compuesto (G) es el cafeato de 6-metil-heptadecanoilo (Fig. 16).



Compuesto G

Fig. 16. Estructura del cafeato de 6-metil-heptadecanoilo (compuesto G).

La estructura propuesta para el compuesto G resultó ser novedosa, ya que no se encontró reportada en la literatura; sin embargo de la corteza de *Pongamia glabra* (Murari, *et al.*, 1991) aislaron una mezcla de dos esteres del ácido caféico que se determinaron como el cafeato de hexacosanilo (Compuesto H) y cafeato de triacontanilo (Compuesto I) (Fig. 17).



Cafeato de hexacosanilo (H):  $n = 25$

Cafeato de triacontanilo (I):  $n = 29$

Fig. 17. Estructura del cafeato de hexacosanilo y del cafeato de triacontanilo (Murari, *et al.*, 1991).

Los datos experimentales del compuesto (G) de *M. dissecta* se compara con los datos reportados para esta mezcla de compuestos (H e I) y también con datos reportados en la literatura (Fuchino, *et al.*, 1996) para el ácido cafeico (Compuesto F).

En el espectro de UV (Espectro 29) del compuesto (G) se encontraron las bandas máximas para el residuo del cafeato cuyos datos se corresponden a los reportados por (Murari, 1991) para la mezcla de H e I como se observa en el Cuadro No. 17.

CUADRO No. 17

BANDAS MAXIMAS DE ABSORCION EN UV DEL COMPUESTO  
G Y LA MEZCLA DE COMPUESTOS H e I

COMPUESTO	EtOH $\lambda_{\text{máx}}$ (nm)
Compuesto G	208.0, 240.0(b), 295.5 y 330.5
Mezcla de compuestos (H e I)	219.5, 244.5, 298.5 y 330.5

Las bandas en el espectro de IR (Espectro 27) previamente mencionadas se comparan con las reportadas por (Murari, 1991) en el Cuadro No. 18.



CUADRO No. 18

BANDAS DE ABSORCIÓN EN EL ESPECTRO DE IR DEL COMPUESTO G  
Y DE LA MEZCLA DE COMPUESTOS H E I

DATOS EXPERIMENTALES PARA G cm <sup>-1</sup> en CHCl <sub>3</sub>	DATOS REPORTADOS EN LA LITERATURA PARA H e I cm <sup>-1</sup> en KBr	SEÑAL ASIGNADA
3593.2-3550.8 (ba)	3490	O-H libre
3367.6 (ba)	3320	O-H asociado
2927.8 y 2854.5 (bf)	-	C-H alifático
1699.2 (bf)	1685	-C=O
1602.8 (bf)	-	C = C
1247.9 y 1176.5 (bf)	-	-C=C-C=O

La asignación de las señales de RMN-<sup>1</sup>H (Espectro 28) del compuesto G se realizó de acuerdo a la numeración asignada para este compuesto en la figura 16. En el Cuadro No. 19 se comparan estos datos con los reportados por (Murari, 1991) para (H e I).

CUADRO No. 19

DESPLAZAMIENTOS QUIMICOS DE RMN-<sup>1</sup>H DEL COMPUESTO G  
Y DE LA MEZCLA H E I

**Desplazamiento químico en ppm (señal), J en Hz, integración**

No. DE PROTON	DATOS EXPERIMENTALES DEL COMPUESTO G	DATOS EN LA LITERATURA PARA LA MEZCLA (H E I)
H-2	6.27 (d) J = 15.9, 1H	6.28 (d) J = 16.0, 1H
H-3	7.59 (d) J = 15.9, 1H	7.6 (d) J = 16.0, 1H
H-5	7.12 (d) J = 1.8, 1H	7.10 (d) J = 1.5, 1H
H-8	6.88 (d) J = 8.4, 1H	6.87 (d) J = 8.0, 1H
H-9	6.99 (dd) J = 8.4 y 1.8, 1H	7.04 (dd) J = 8.0 y 1.5, 1H
H-1'	4.20 (t) J = 6.6, 2H	-
H-2'	1.69 (m) 2H	-
H-17'	0.87 (t) J = 2.7, 3H	0.88 (t) J = 7.7
H-18'	0.86 (d) J = 5.4, 3H	-
H's de CH <sub>2</sub> y CH	1.25 (sa)	1.24 (s) (CH <sub>2</sub> ) <sub>n-2</sub>

Los experimentos de RMN-<sup>13</sup>C tanto en su modalidad de desacoplamiento de hidrógeno (PND) como de <sup>13</sup>C-DEPT (Espectros 30 y 31) permitieron la asignación de todos los átomos del residuo caféico. Estas asignaciones fueron confirmadas al comparar estos datos con los publicados para el ácido caféico (Fuchino et al., 1996). Por otro lado las asignaciones del residuo hidrocarbonado se confirmaron al comparar los datos obtenidos experimentalmente con datos calculados a través del programa CHEMWIN. (Cuadro No. 20).

CUADRO No. 20

DEZPLAZAMIENTOS QUIMICOS DE RMN-<sup>13</sup>C DEL COMPUESTO G  
(EXPERIMENTALES Y CALCULADOS) Y DEL ACIDO CAFEICO

DEZPLAZAMIENTOS QUIMICOS (ppm)

NO. DE C	DATOS EXPERIMENTALES DEL COMPUESTO G	DATOS CALCULADOS POR CHEMWIN PARA EL COMPUESTO G	ACIDO CAFEICO F
1	168.5	165.0	168.1
2	115.4	117.6	115.0
3	144.0	142.8	144.5
4	127.4	128.9	125.8
5	114.5	114.8	114.3
6	146.7	144.4	147.9
7	145.4	143.7	145.4
8	115.5	117.0	115.7
9	122.4	120.2	121.0
1'	65.1	66.8	
2'	29.3	30.0	
3'	25.9	26.8	
4'	27.4	27.5	
5'	37.0	37.2	
6'	28.4	32.0	
7'	39.0	37.2	
8'	28.7	27.8	
9'	31.9	30.0	
10'	29.5	30.3	
11'	29.6	30.3	
12'	29.7	30.3	
13'	29.9	30.3	
14'	29.3	30.0	
15'	34.2	32.5	
16'	22.7	23.1	
17'	14.1	14.0	
18'	22.6	20.1	

En el espectro de masas por impacto electrónico (Espectro 32) se observó el ión molecular ( $M^+ = 432$ ) así como iones cuya relación  $m/z$  se asignaron a los siguientes fragmentos.

CUADRO No. 21  
 PRINCIPALES IONES PRODUCIDOS EN LA FRAGMENTACION  
 DEL COMPUESTO G

FRAGMENTO	$m/z$ (abundancia relativa)
Ión molecular $[M]^+$	432 (34)
$[M + H - CH_3]^+$	418 (8)
$[M - C_2H_4]^+$	404 (9)
$[C_{14}H_{17}O_4]^+$	249 (1)
$[C_{13}H_{27}]^+$	183 (5)
$[C_{13}H_{27}-H]^+$	182 (38)
$[C_{13}H_{26}-2H]^+$	180 (100)
$[C_9H_7O_3]^+$	163 (57)
$[C_8H_7O_2]^+$	135 (13)
$[C_5H_{10}O]^+$	86 (1)

La presencia de estos fragmentos corresponde a las siguientes rupturas:

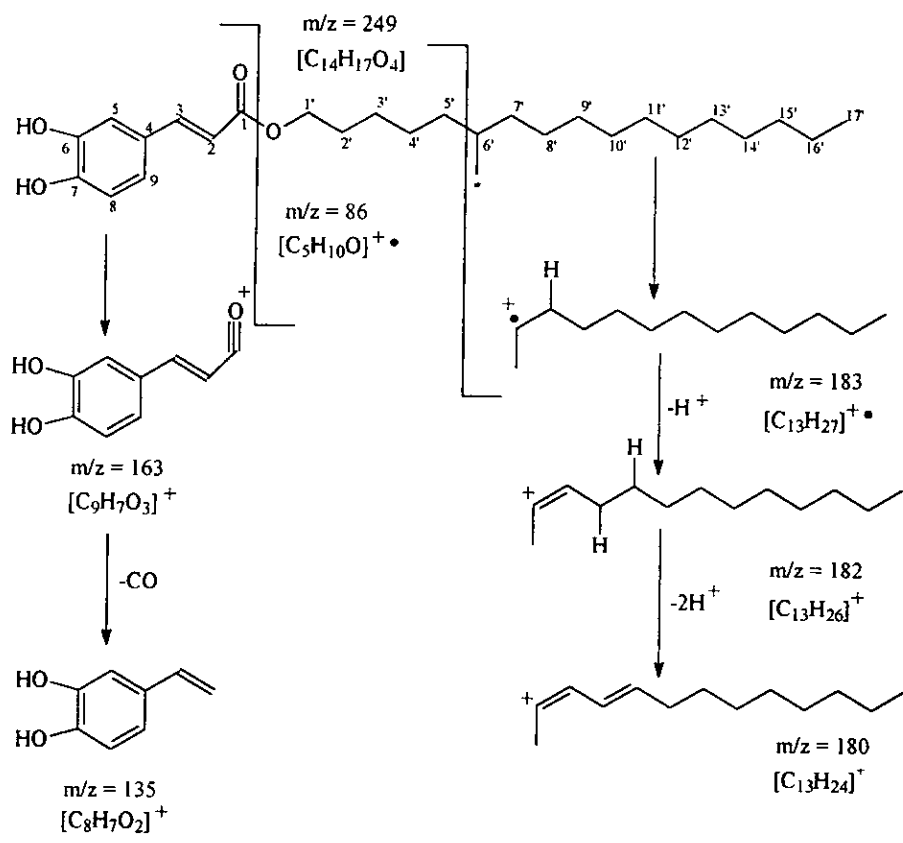


Fig. 18. Patrón de fragmentación del cafeato de 6-metil-heptadecanoilo.

Con estos fragmentos se corrobora que el sustituyente metilo en la cadena hidrocarbonada se encuentra en posición 6 del residuo del alcohol, por lo que el Comp. G ( $C_{27}H_{44}O_4$ ) es el cafeato de 6 metil-heptadecanoilo.

### Fracción DA-11.

Esta fracción se recrystalizó de hexano-acetato de etilo y se obtuvieron 14.4 mg. De un sólido blanco cristalino con punto de fusión 138-139°C.

De esta fracción se obtuvieron espectros de RMN-<sup>1</sup>H, RMN-<sup>13</sup>C, <sup>13</sup>C-DEPT, IR y EM (Espectros 33 a 37 respectivamente); y por comparación de estos espectros con los de las fracciones DH-6 y DH-7, analizadas anteriormente, se concluye que esta muestra es también una mezcla de D y C. El cálculo de la proporción aproximada en la mezcla (Martínez, *et al.*,1987) de sitosterol: estigmasterol fue de 66:34 (aproximadamente 2:1).

#### 6.4. *Merremia tuberosa*.

La especie *Merremia tuberosa* se sometió a extracciones sucesivas en hexano y acetato de etilo resultando este último el más abundante.

#### 6.5. Extracto hexánico de *Merremia tuberosa* (TH).

La percolación sucesiva de TH con hexano, acetato de etilo y metanol permitió obtener tres fracciones. La fracción de acetato de etilo (THA) resultó la más abundante (8.57 g), seguida a la metanólica (THM) y por último la hexánica (THH, 1.67 g).

De la fracción de acetato de etilo (THA) se obtuvieron siete fracciones denominadas THA-1, THA-2, THA-3, THA-4, THA-5, THA-6 y THA-7. Por su aparente pureza, la fracción THA-2 (285 mg) se seleccionó para realizar un examen espectroscópico preliminar.

La fracción THA-2 es un sólido de aspecto vítreo y de color amarillento con p.f. = 141-145°C. En el espectro de IR (Espectro 38) se observaron bandas de grupo oxhidrilo ( $3467\text{ cm}^{-1}$ ) y carbonilo ( $1736\text{ cm}^{-1}$ ), así como los correspondientes a las vibraciones fundamentales C-H alifático ( $2971\text{-}2857\text{ cm}^{-1}$ ).

El espectro de RMN- $^1\text{H}$  (Espectros 39 y 40) demostró el carácter glicosídico de la fracción THA-2, ya que se observaron una gran cantidad de señales en la región de 3.0 a 5.7 ppm asignadas a protones de residuos de azúcares. Asimismo a campos altos se observaron señales de grupos metilo y metileno de una cadena hidrocarbonada.

De acuerdo con estos datos la fracción THA-2 está constituida por una serie de residuos de azúcares unidos a una cadena hidrocarbonada. Una revisión bibliográfica sobre el género *Merremia* demostró que los principales metabolitos aislados son los llamados mammosidos y merremosidos que esencialmente son tetra o pentasacáridos del ácido jalapínico. Por lo tanto se propone que la muestra THA-2 sea una mezcla de glicorresinas del tipo mammosido y/o merremosido, misma que se utilizó para establecer las condiciones de separación de resinas glicosídicas por HPLC. De los diferentes eluyentes que se probaron los mejores resultados se obtuvieron al eluir con un gradiente escalonado con AcN/H<sub>2</sub>O cuyas condiciones se reportan en el Cuadro No. 7.

En el cromatograma (Fig. 19) se observaron 8 fracciones con los siguientes tiempos de retención:

CUADRO No. 22

FRACCIONES OBTENIDAS POR HPLC DE LA FRACCION THA-2

FRACCION No.	TIEMPO DE RETENCION (min)	ELUYENTE AcN/H <sub>2</sub> O
1	1.82	60/40
2	8.88	60/40
3	9.38	60/40
4	15.58	68/32
5	25.00	90/10
6	27.92	90/10
7	35.52	90/10
8	40.13	90/10



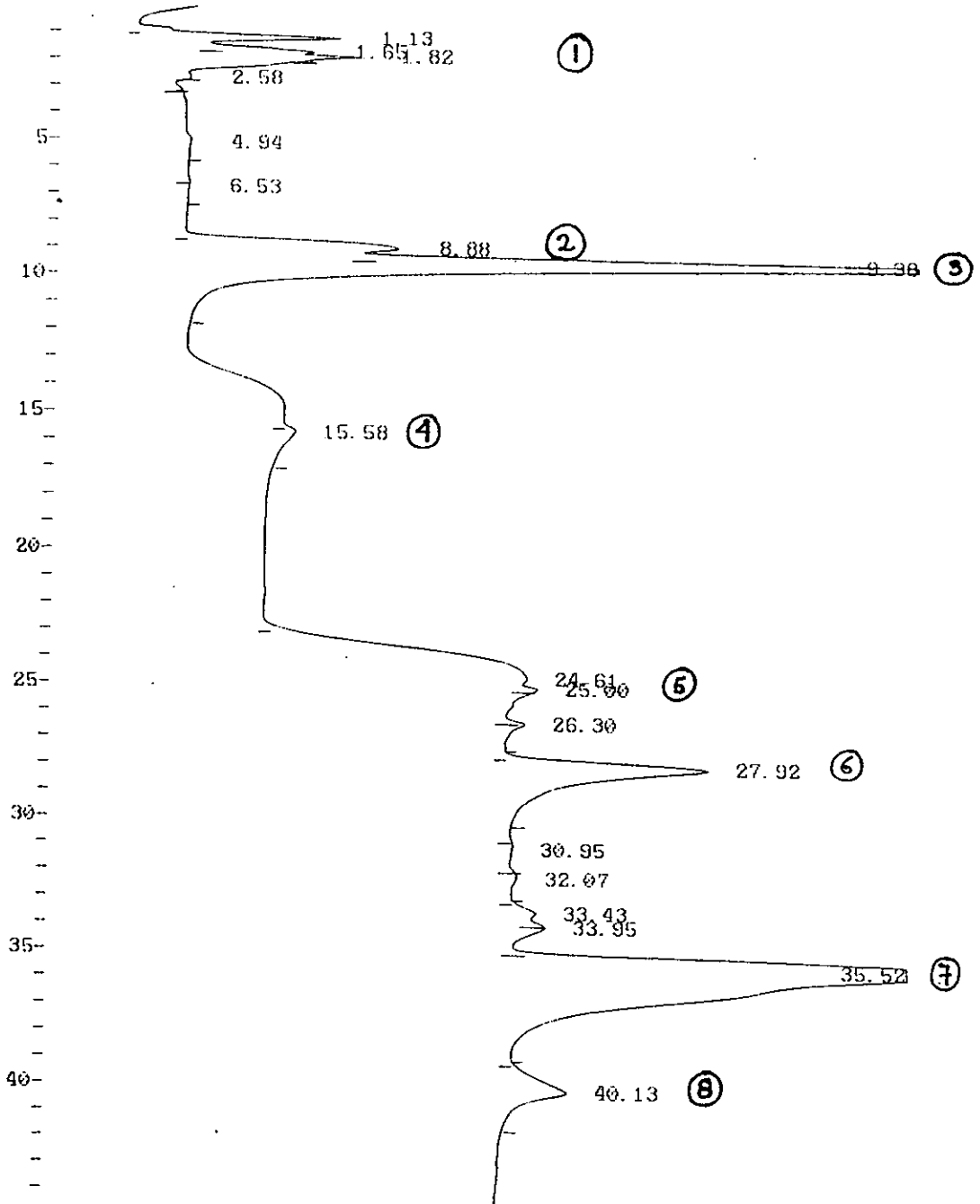


Fig. 19. Cromatograma de la separación de fracciones glicosídicas de la muestra THA-2.

Al inyectar varias veces una solución concentrada de la muestra THA-2 en un cromatógrafo analítico se obtuvieron las ocho resinas antes mencionadas en muy pequeña cantidad, de las cuales sólo la resina 8 ( $t_R = 40.13$  min) pudo ser analizada espectroscópicamente (Compuesto J).

El espectro de RMN- $^1\text{H}$  (Espectro 41) sólo nos corroboró el carácter glicosídico de la molécula. En el espectro de masas por impacto electrónico (Espectro 42) y por FAB $^+$  (Espectros 43 y 44) se observó el ión molecular  $M^+ = 1390$  que corresponde a la fórmula molecular  $\text{C}_{71}\text{H}_{122}\text{O}_{26}$ .

Con base en el patrón de fragmentación de la molécula se propone la estructura de mammosido para el compuesto J.

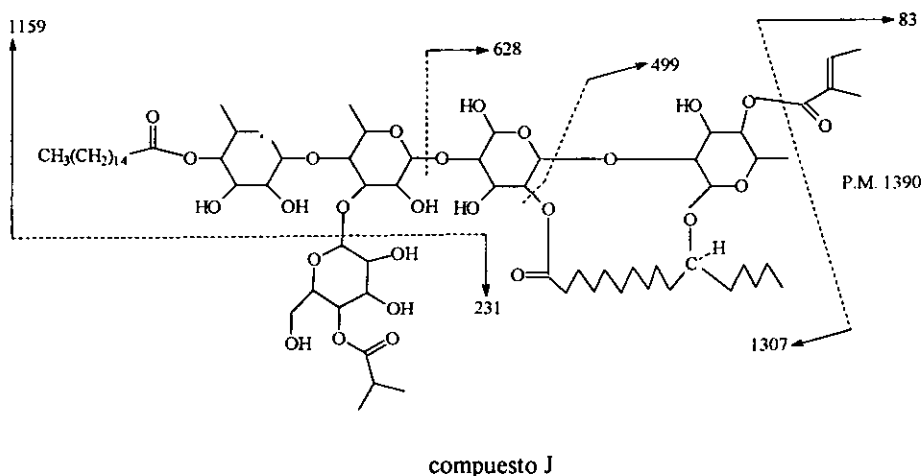
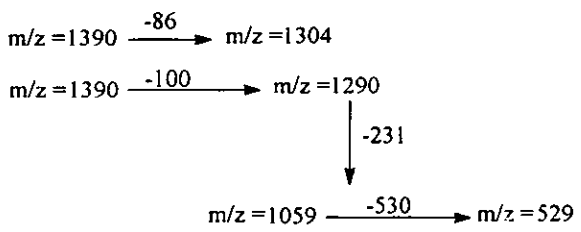
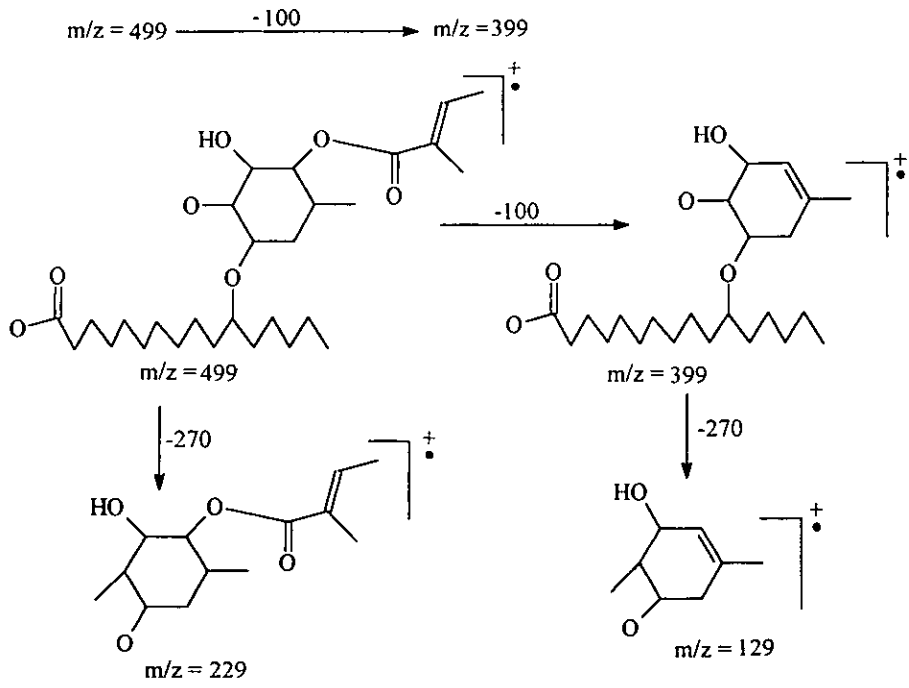
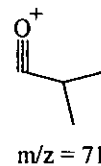
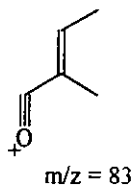
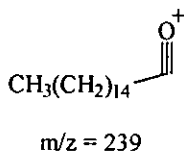
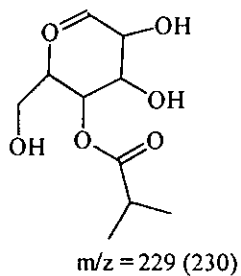
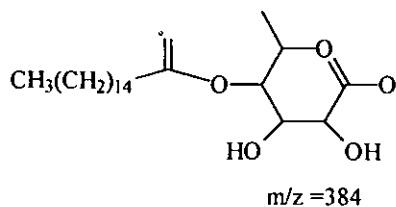


Fig. 20. Estructura de la resina glicosídica (comp. J) del tipo mammosido.





Las muestras THA-3 a 7 también son sólidos vitreos que en CCF dan corrimientos similares a THA-2 con lo que se presume que también son mezclas de glicorresinas, todas ellas posiblemente se pueden separar en un cromatógrafo líquido de alta resolución preparativo en las condiciones mencionadas.

#### 6.6. Extracto de acetato de etilo de *Merremia tuberosa* (TA).

Esta fracción fue sometida a un proceso cromatográfico en columna empacada con gel de sílice y eluida con mezclas de disolventes de polaridad ascendente. De este modo se obtuvieron dos productos principales TA-78 y TA-110, que se analizaron física y espectroscópicamente.

### Fracción TA-78.

Esta fracción es un sólido blanco cristalino que se recrystalizó de hexano-acetato de etilo con punto de fusión 130-135°C, en cuyo espectro de RMN-<sup>1</sup>H (Espectro 45) se observaron las señales de una mezcla de β-sitosterol (C) y estigmasterol (D), cuyos datos se han reportado y analizado previamente en algunas de las fracciones de *M. dissecta*.

### Fracción TA-110.

La fracción TA-110 se recrystalizó dos veces de hexano-acetato de etilo y el sólido blanco cristalino presentó un p.f. de 90-92°C. En el espectro de IR (Espectro 46) se observaron bandas de grupos oxhidrilo (3553.8 cm<sup>-1</sup>); de carbonilo (1702.5 cm<sup>-1</sup>) de C=C en 1606.7 cm<sup>-1</sup> y de un sistema carbonilo α-β insaturado (1274.5 y 1173.6 cm<sup>-1</sup>); así como las correspondientes a las vibraciones fundamentales C-H alifático (2929.4 y 2853.4 cm<sup>-1</sup>).

El espectro de RMN-<sup>1</sup>H (Espectro 47) demostró la presencia de un residuo de cafeato en la molécula ya que se observaron señales de hidrógeno vinílico en 6.23 ppm (d) y 7.55 ppm (d) ambos con J = 15.9 Hz que integran cada una para un hidrógeno en posición trans; el sistema de hidrógenos aromáticos del cafeato con desplazamientos químicos en 7.08 ppm (d) con J = 1.2 Hz; 6.85 ppm (d) J = 8.1 Hz; 6.93 ppm (dd) con J = 8.1 y 1.2 Hz que integran cada una para un hidrógeno en las posiciones 5, 8 y 9 respectivamente. Además se observaron señales características de una cadena hidrocarbonada esterificada al cafeato en 0.88 ppm (t), J = 6 Hz para un -CH<sub>3</sub> de cadena alifática; 1.26 ppm señal ancha de hidrogenos de CH<sub>2</sub>; 1.64 ppm (m) de

- CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-O; 2.7 ppm (sa) de HO- y en 4.16 ppm (t) J = 6.6 Hz que integra para dos hidrógenos de - O- CH<sub>2</sub>- CH<sub>2</sub>.

Con estos datos se corrobora que el compuesto es un isomero del cafeato (Compuesto G) reportado previamente para *M. dissecta*, ya que en comparación al anterior, no se observa el doblete en 0.85 ppm del metilo sustituyente de la cadena hidrocarbonada. Esto también se puede apreciar en el espectro de masas (Espectro 48) en el que se observa que el ión molecular es de 432, sin embargo el patrón de fragmentación es diferente al del cafeato reportado para *M. dissecta* (Compuesto G) (Fig. 18).

Los fragmentos observados (Espectro 48) se asignaron de la siguiente manera:

CUADRO No. 23  
PRINCIPALES IONES PRODUCIDOS EN LA FRAGMENTACION  
DEL COMPUESTO K

FRAGMENTO	m/z (abundancia relativa)
ión molecular [M] <sup>+</sup>	432 (9)
[M + H - CH <sub>3</sub> ] <sup>+</sup>	418 (5)
[M + H - C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ] <sup>+</sup>	404 (58)
[C <sub>13</sub> H <sub>26</sub> ] <sup>+</sup>	182 (33)
[C <sub>13</sub> H <sub>24</sub> ] <sup>+</sup>	180 (100)

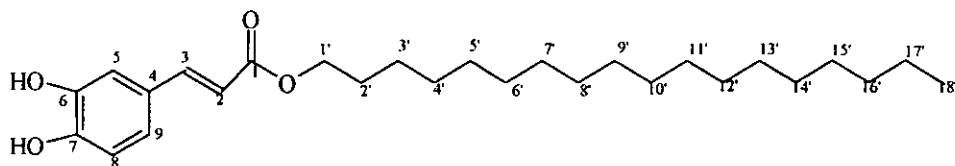
En el espectro de RMN-<sup>13</sup>C (Espectro 49) se observaron las señales que se asignaron a una estructura propuesta (Fig. 21) para este isomero (Compuesto K) y se compararon con los desplazamientos químicos de RMN-<sup>13</sup>C calculados a través del programa CHEMWIN. Cuadro No. 24.

CUADRO No. 24

DESPLAZAMIENTOS QUIMICOS DE RMN-<sup>13</sup>C DEL COMPUESTO K

C	δ CALCULADO CHEMWIN (ppm)	δ EXPERIMENTALES (ppm)
1	165.0	167.2
2	117.6	114.5
3	142.8	144.6
4	128.9	126.3
5	114.8	113.9
6	144.4	147.0
7	143.7	144.6
8	117.0	115.1
9	120.2	121.2
1'	66.8	64.0
2'	30.0	28.2
3	26.5	25.5
4'	30.0	28.7
5'	30.3	28.8
6'	30.3	29.1
7'	30.3	29.1
8'	30.3	29.1
9'	30.3	29.1
10'	30.3	29.1
11'	30.3	29.1
12'	30.3	29.1
13'	30.3	29.1
14'	30.3	29.1
15'	30.3	29.0
16'	32.5	31.4
17'	23.1	22.1
18'	14.0	13.6

Con estos datos se propone que la estructura propuesta para esta fracción es la del cafeato de octadecanoilo (Fig. 21) con fórmula molecular  $C_{27}H_{44}O_4$  y con un PM de 432.



Compuesto K

Fig. 21. Estructura del cafeato de octadecanoilo (Compuesto K).



## 7. CONCLUSIONES.

1. Se estudiaron los extractos de baja y mediana polaridad de las raíces de *Merremia dissecta* y de *Merremia tuberosa*.
2. De *M. dissecta* se separaron y caracterizaron cinco compuestos: el lupeol; el cafeato de 6 metil-heptadecanoilo; una mezcla de  $\beta$ -sitosterol y estigmasterol y un diester de un triterpeno pentacíclico del tipo de los adianenos.
3. De *M. tuberosa* se aislaron y caracterizaron 4 compuestos: el cafeato de octadecanoilo; una mezcla de  $\beta$ -sitosterol y estigmasterol y una resina glicosídica del tipo de los mammosidos. Se cree que las glicorresinas son el principio activo de las propiedades purgativas de especies de la familia Convolvulaceae. Para corroborar esto habría que determinar la actividad farmacológica de dicha resina glicosídica en algún organismo de prueba.
4. De los compuestos encontrados en *M. dissecta* y *M. tuberosa*, la mezcla sitosterol-estigmasterol y el lupel resultaron ser comunes en otro tipo de plantas. En cambio en este género y aún dentro de la familia Convolvulaceae no se había registrado la presencia de adianenos ni de compuestos derivados del ácido cafeico. Por lo que la elucidación de la estructura del cafeato de 6-metil-heptadecanoilo en *M. dissecta* y del cafeato de octadecanoilo en *M. tuberosa* resultaron ser novedosas. De los dos últimos compuestos no se sabe nada en relación a su actividad farmacológica, por lo que en trabajos posteriores se pretende analizar este aspecto.

## 8. ESPECTROS

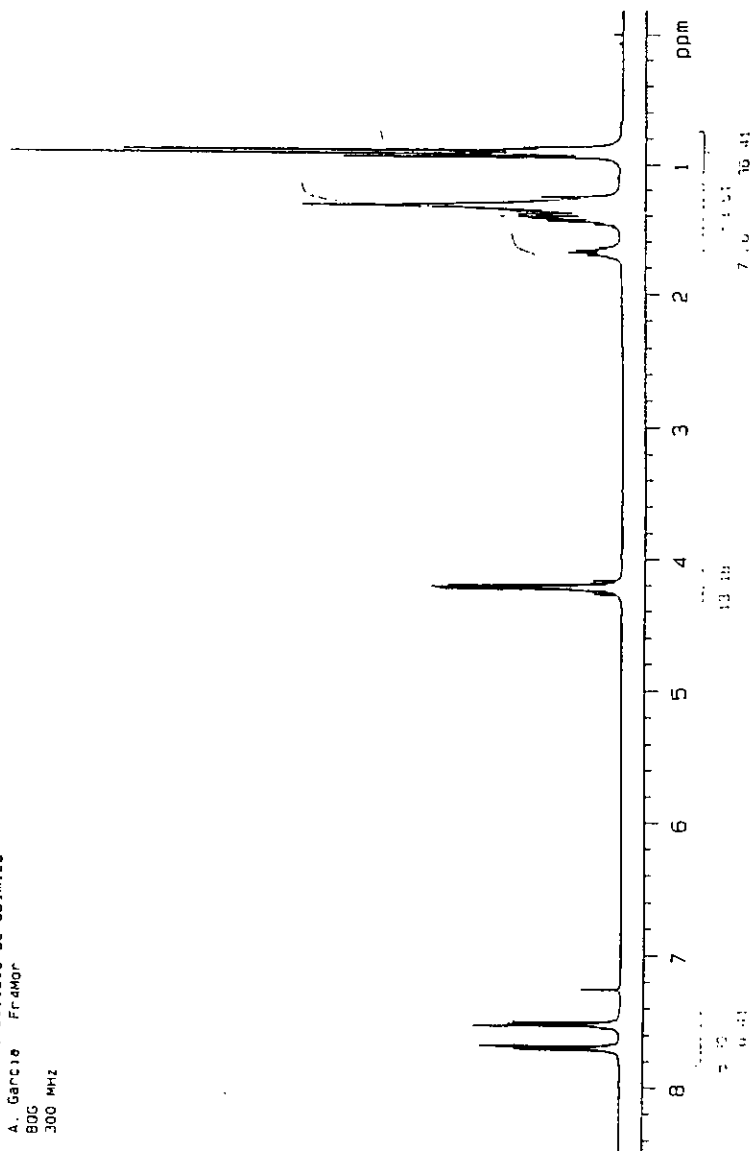
Lista de espectros:

1. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Ftalato de Dioctilo
2. Espectro de Infrarrojo de un Diéster de Adianeno (Compuesto A)
3. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto A
4. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  del Compuesto A
5. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  del Compuesto A. Ampliación de la zona 10 a 40 ppm
6. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$ -DEPT del Compuesto A
7. Espectro de Masas del Compuesto A
8. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de una mezcla de  $\beta$ -Sitosterol (Compuesto C) y Estigmasterol (Compuesto D)
9. Espectros de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno y  $^{13}\text{C}$  del  $\beta$ -Sitosterol
10. Espectros de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno y  $^{13}\text{C}$  del Stigmasterol
11. Espectro de Masas de la Mezcla C:D
12. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la Mezcla C:D
13. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$ -DEPT de la Mezcla C:D
14. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de la Mezcla C:D
15. Espectro de Infrarrojo de la Mezcla C:D
16. Espectro de Masas de la Mezcla C:D
17. Espectro de Masas del Lupeol (Compuesto E)
18. Espectro de Infrarrojo del Compuesto E

19. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto E
20. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  del Compuesto E
21. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Cafeato de 6 Metil-  
Heptadecanoilo (Compuesto G)
22. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G
23. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G
24. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G
25. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G
26. FAB+-EM Análisis Elemental del Compuesto G
27. Espectro de Infrarrojo del Compuesto G
28. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G
29. Espectro de Ultravioleta del Compuesto G
30. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  (PND) del Compuesto G
31. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$ -DEPT del Compuesto G
32. Espectro de Masas del Compuesto G
33. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de la Mezcla C:D
34. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la Mezcla C:D
35. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$ -DEPT de la Mezcla C:D
36. Espectro de Infrarrojo de la Mezcla C:D
37. Espectro de Masas de la Mezcla C:D
38. Espectro de Infrarrojo de la Fracción Glicosídica (THA-2)
39. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de (THA-2)
40. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de (THA-2) Ampliación de la zona  
3 a 5 ppm

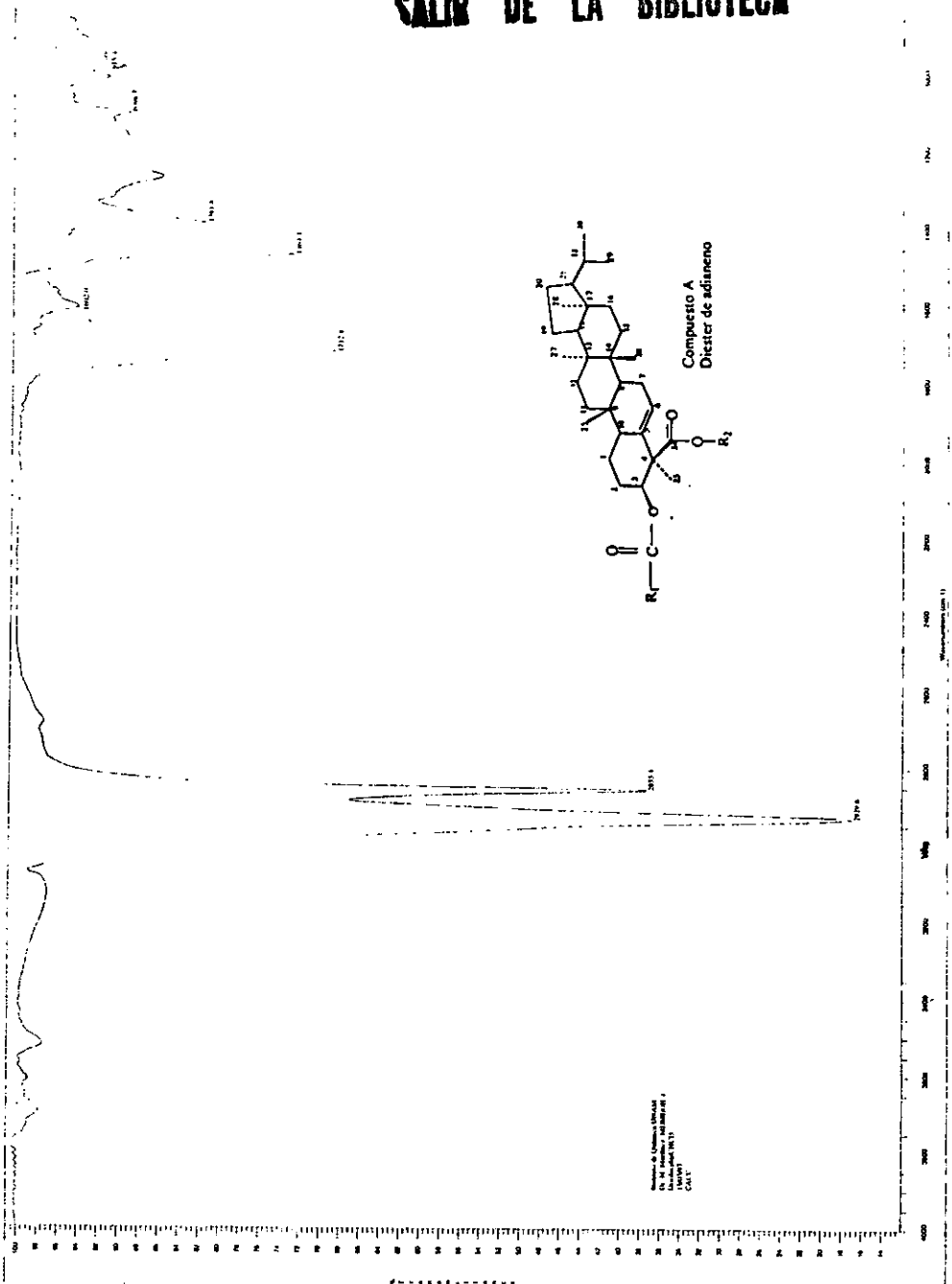
41. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto J
42. Espectro de Masas por Impacto Electrónico del Compuesto J
43. Espectro de Masas por FAB<sup>+</sup> del Compuesto J
44. Ampliación de la Zona de m/z 1000 a 1420 del espectro FAB<sup>-</sup>-EM del Compuesto J
45. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de la Mezcla C:D
46. Espectro de Infrarrojo del Cafeato de Octadecanoilo (Compuesto K)
47. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto K
48. Espectro de Masas del Compuesto K
49. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de <sup>13</sup>C del Compuesto K

U. N. A. M. Instituto de Quimica  
A. Garcia Framor  
800  
300 MHz

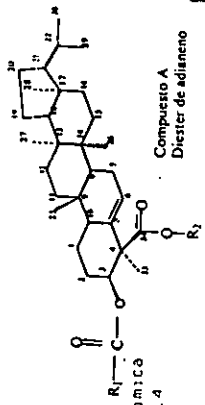


Espectro 1. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Ftalato de Dioctilo

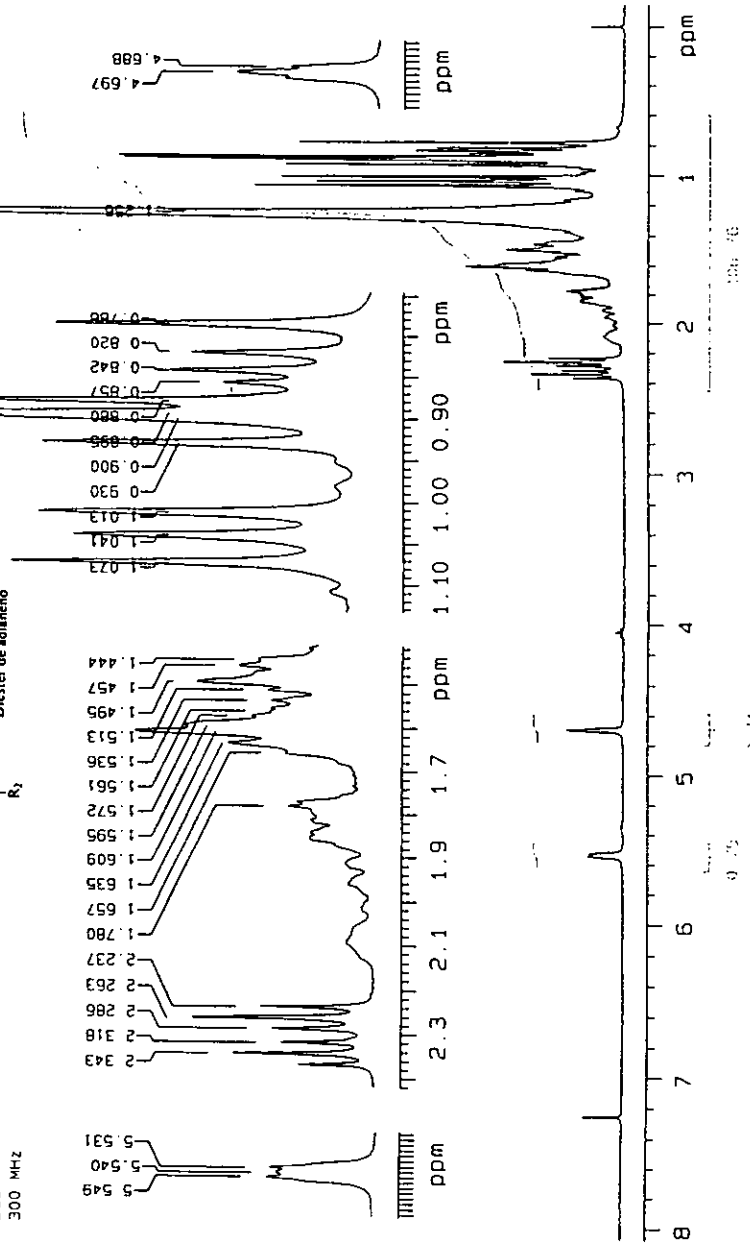
ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA



Espectro 2. Infrarrojo de un Diester de Adianeno (Compuesto A)

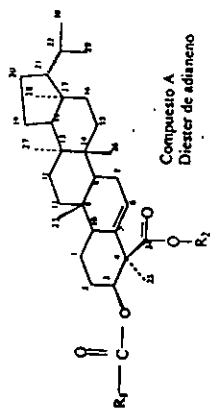


U N A M Instituto de Química  
 Dr. Mariano Martínez Fr. 4  
 B06  
 300 MHz

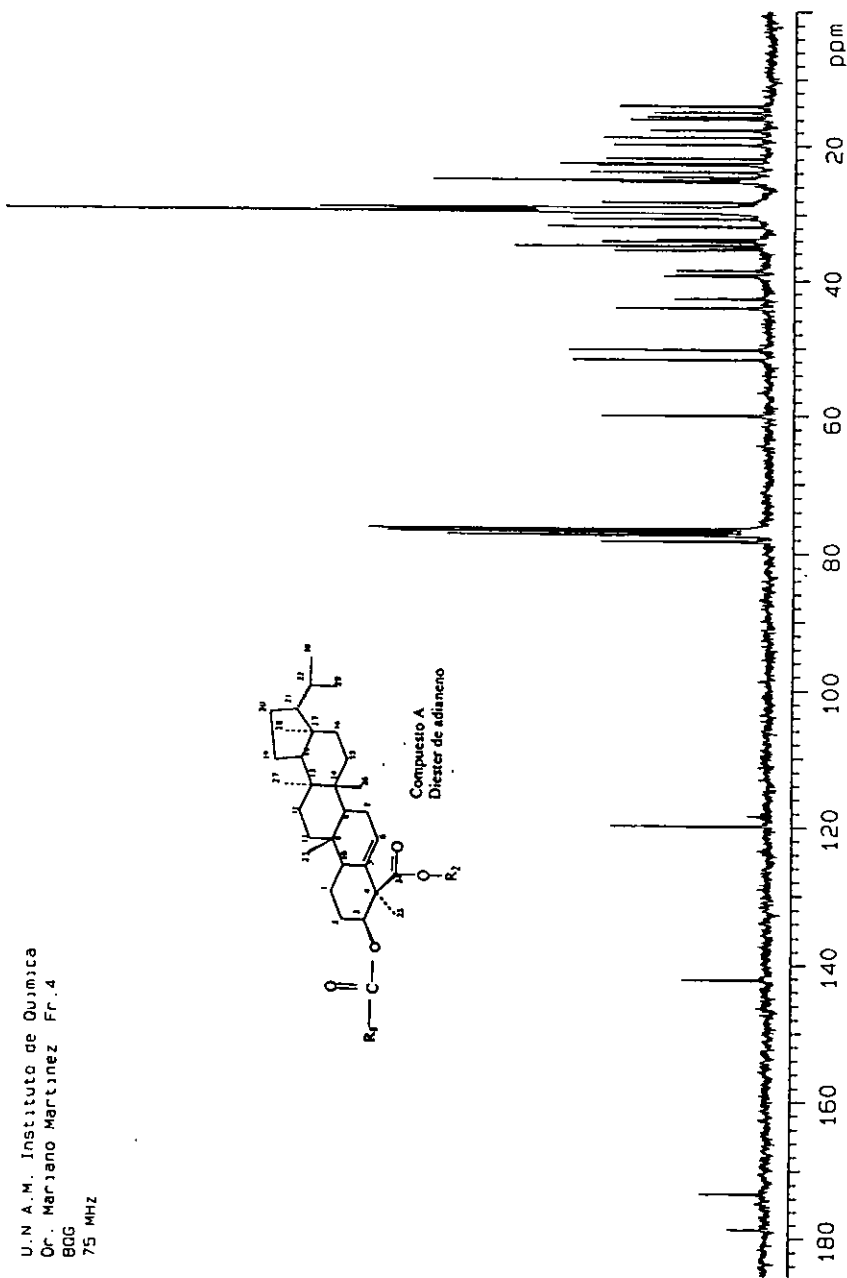


Espectro 3. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto A

U.N.A.M. Instituto de Química  
Dr. Mariano Martínez Fr. 4  
800  
75 MHz



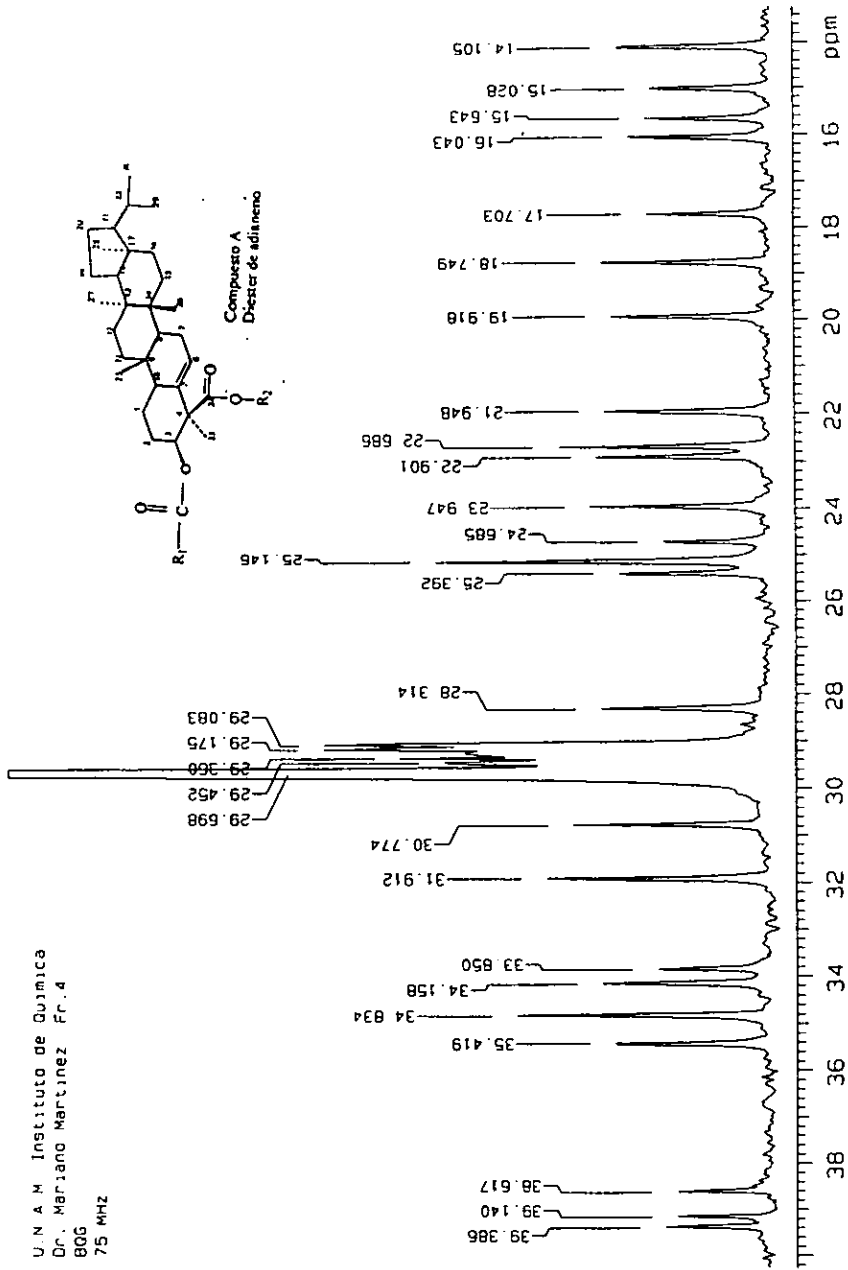
Compuesto A  
Diéster de adianeno



Espectro 4. Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  del Compuesto A

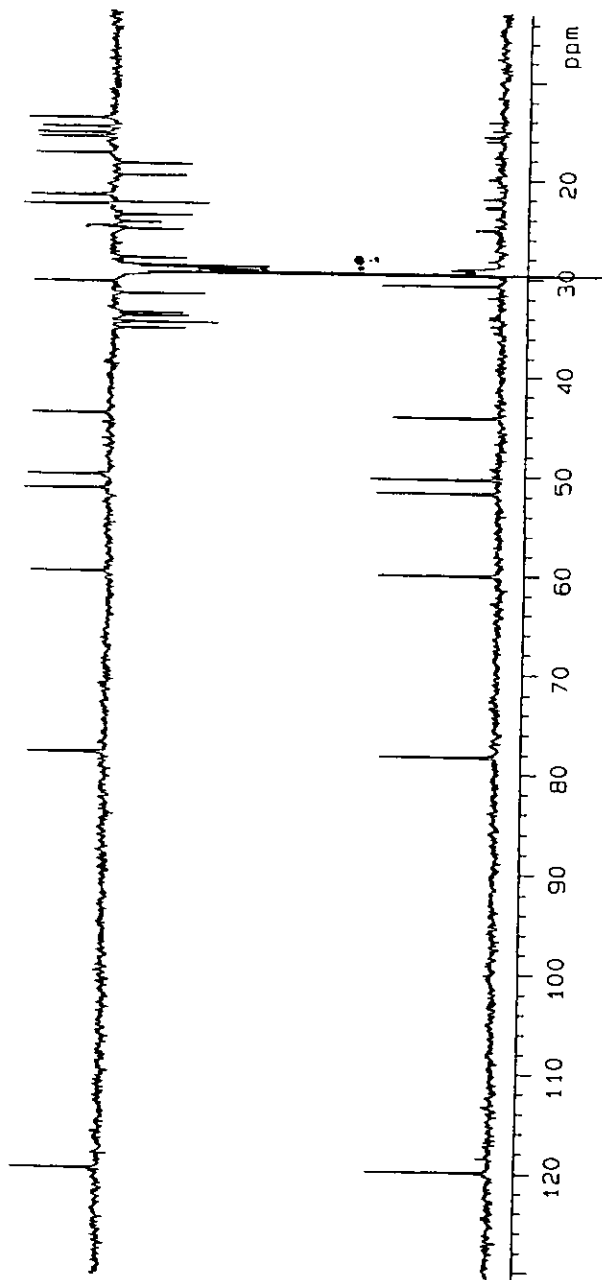
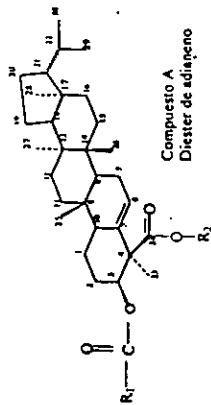


U. N. A. M. Instituto de Quimica  
 Dr. Mariano Martinez Fr. 4  
 806  
 75 MHz



Espectro 5. Resonancia Magnética Nuclear de <sup>13</sup>C del Compuesto A.  
 Ampliación de la zona 10 a 40 ppm.

U N A M Instituto de Quimica  
Dr. Mariano Martinez Fr. 4  
806  
75 MHz



Espectro 6. Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$ -DEPT del Compuesto A

Mass Spectrum 1  
 Date : Martinez MW835  
 Sample: MJ M0411-4

Date : 01-Nov-97 06:35

Ion Mode : EI+

Label : Direct

Spectrum Type : Normal Ion [MF-L-Linear]

Temp : 152.6 deg.C

RT : 1.89 min

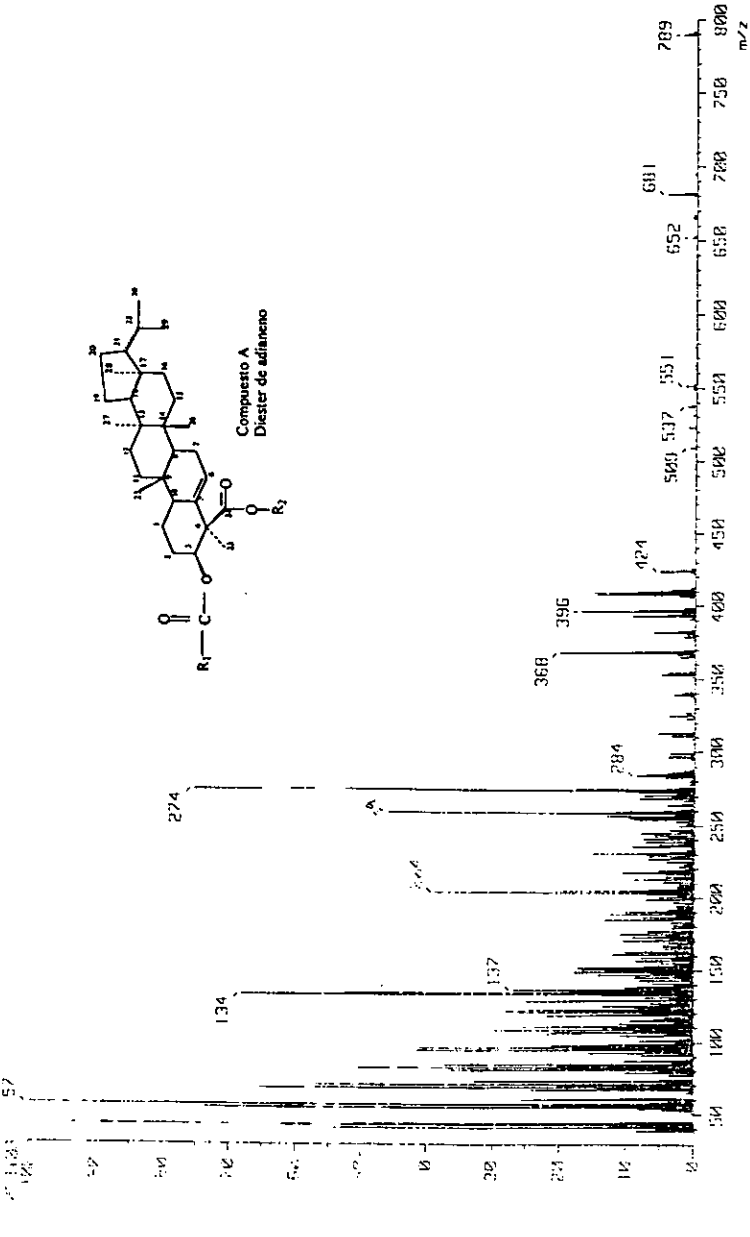
Scan# : (33,123)

Int. : 21.2E

Mass range : 37.00000 to 824.92000

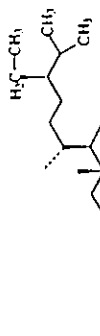
Cut Level : 0.00 %

57  
123  
124



Espectro 7. Espectro de Masas del Compuesto A

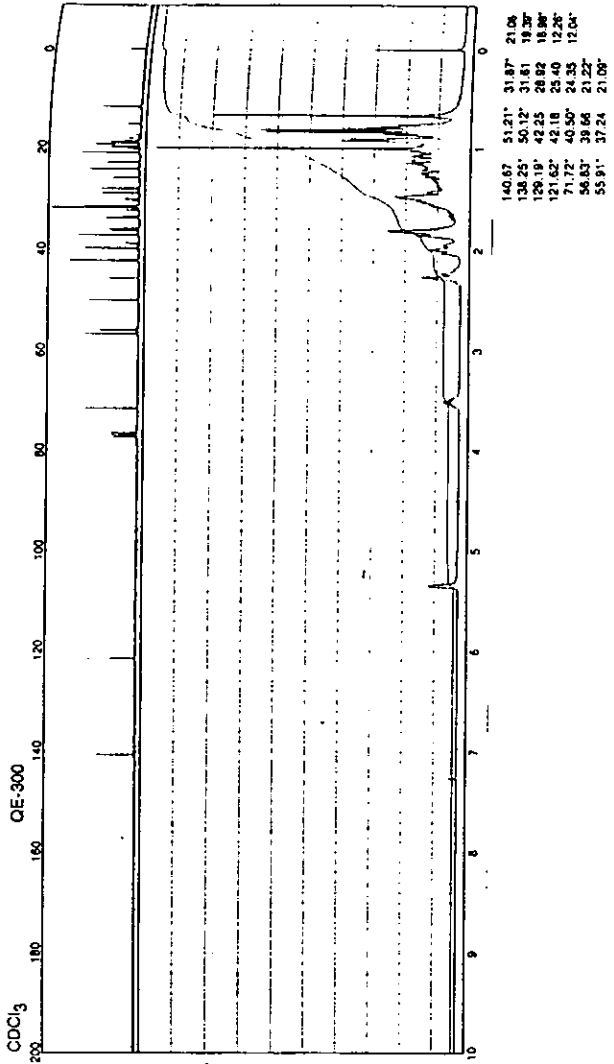




Aldrich S340-2 CAS [63-46-5]  
 β-Sitosterol, 50% remainder campesterol and dihydrobrassicasterol

C<sub>29</sub>H<sub>50</sub>O  
 FW 414.72  
 mp 141°C

60 MHz; 2, 920B  
 FT-IR: 2, 1048C

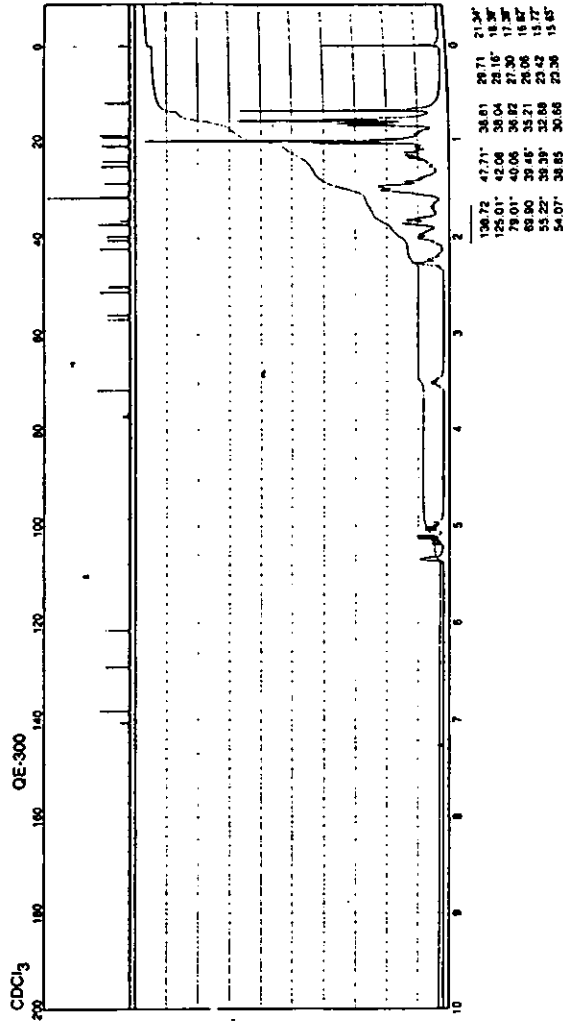
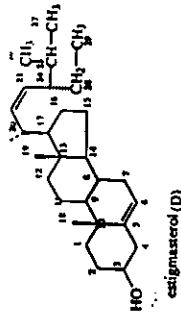


Espectro 9. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno y <sup>13</sup>C del β-Sitosterol

Aldrich S440-9  
 Stigmasterol, 95%

CAS [63-48-7]

$C_{29}H_{48}O$   
 FW 412.70  
 mp 166°C

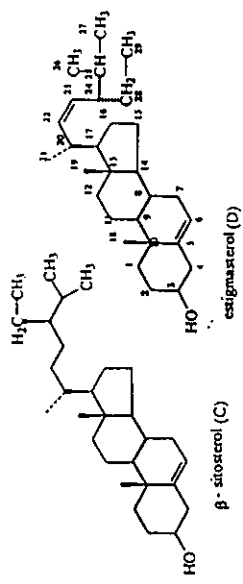


Espectro 10. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno y  $^{13}C$  del Stigmasterol

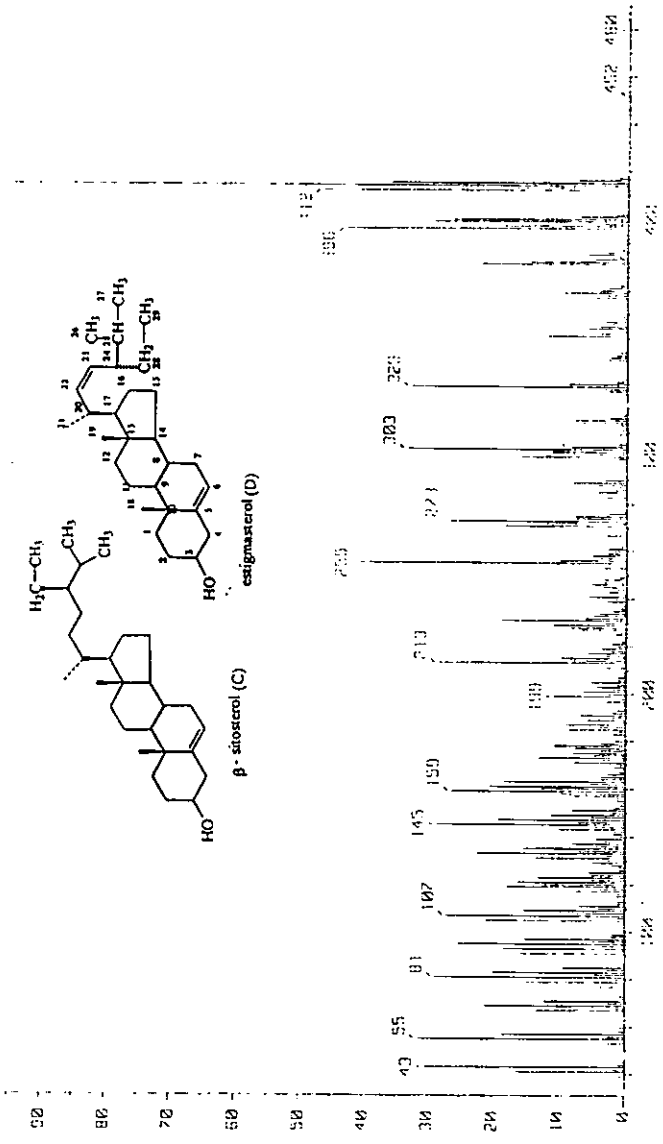
Mass Spectrometry  
 Date : 21-Nov-97 25:41  
 Sample: 95-558  
 Name : -  
 Inlet : Direct Ion Mode : EI+  
 Spectrum Yes : Norm Ion MF-Linear  
 RT : 1.25 min Scan : (37,52)  
 BP : m/z 44.2222 Int. : 352.50  
 Output m/z range : 33.2222 to 431.8258  
 3752124  
 122-

Date : 21-Nov-97 25:41

Temp : 152.3 deg.C  
 Cut Level : 0.22 %



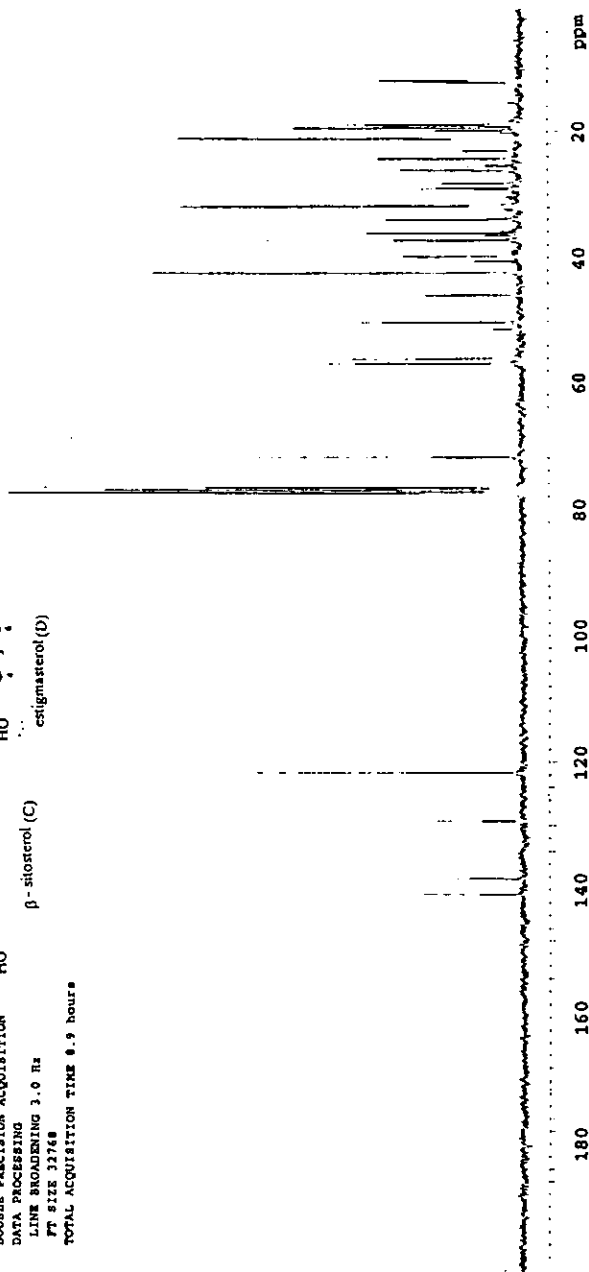
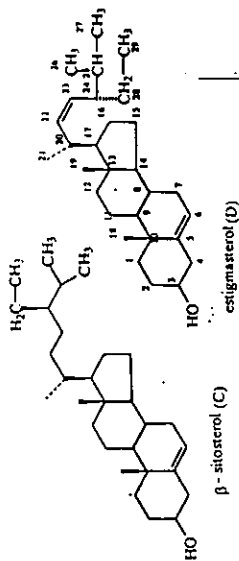
414



414

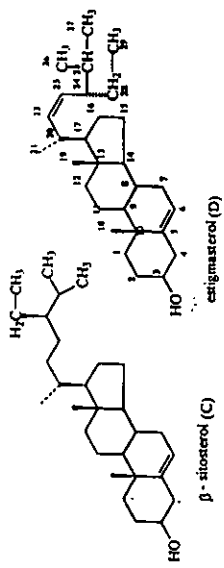
Espectro II. Espectro de Masas de la mezcla C:D

Md-76 Dr.N.Martinez NG  
 OBSERVE C13  
 FREQUENCY 75.419 MHz  
 SPECTRAL WIDTH 18001.8 Hz  
 ACQUISITION TIME 0.400 sec  
 RELAXATION DELAY 0.600 sec  
 PULSE WIDTH 3.9 usec  
 TEMPERATURE 10.0 deg. C.  
 NO. REPETITIONS 12012  
 DECOUPLE H1  
 HIGH POWER 18  
 DECOUPLER CONTINUOUSLY ON  
 MULTIS MODULATED  
 DOUBLE PRECISION ACQUISITION  
 DATA PROCESSING  
 LINE BROADENING 3.0 Hz  
 FT SIZE 32768  
 TOTAL ACQUISITION TIME 8.9 hours

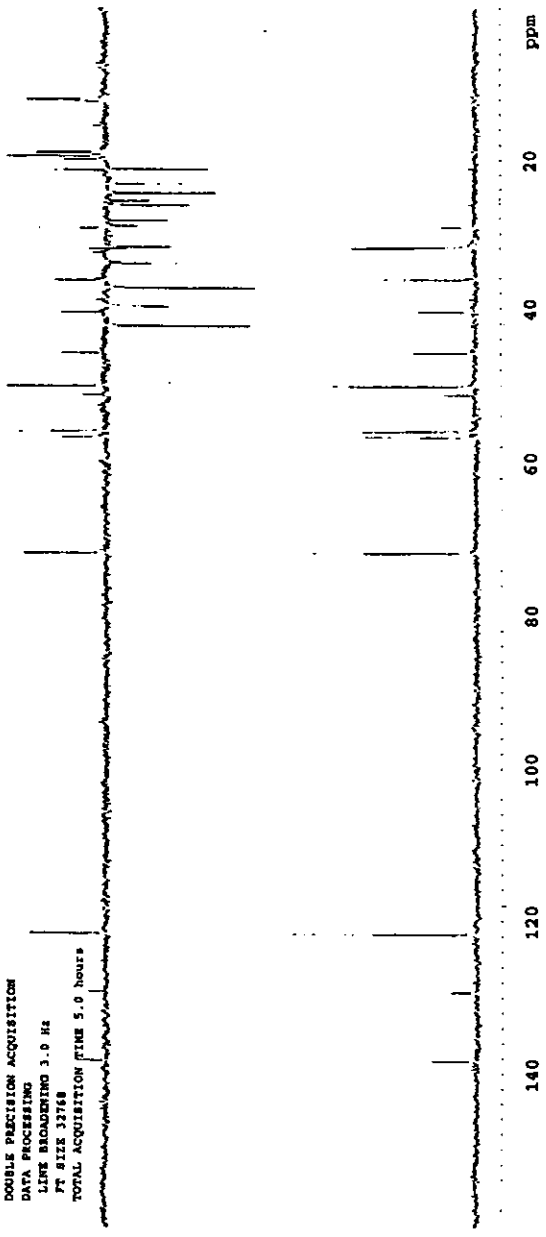


Espectro 12. Espectro de Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la Mezcla C:D

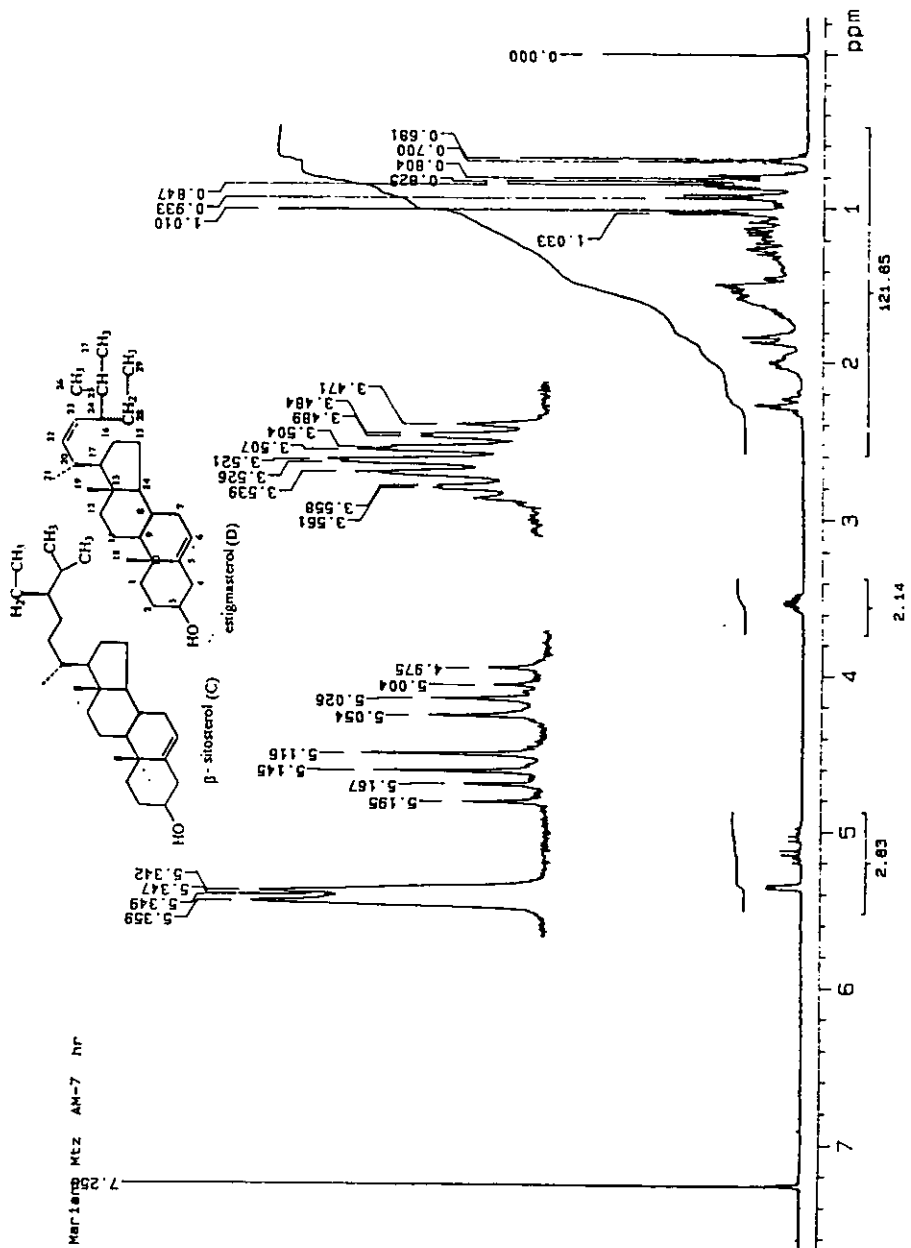




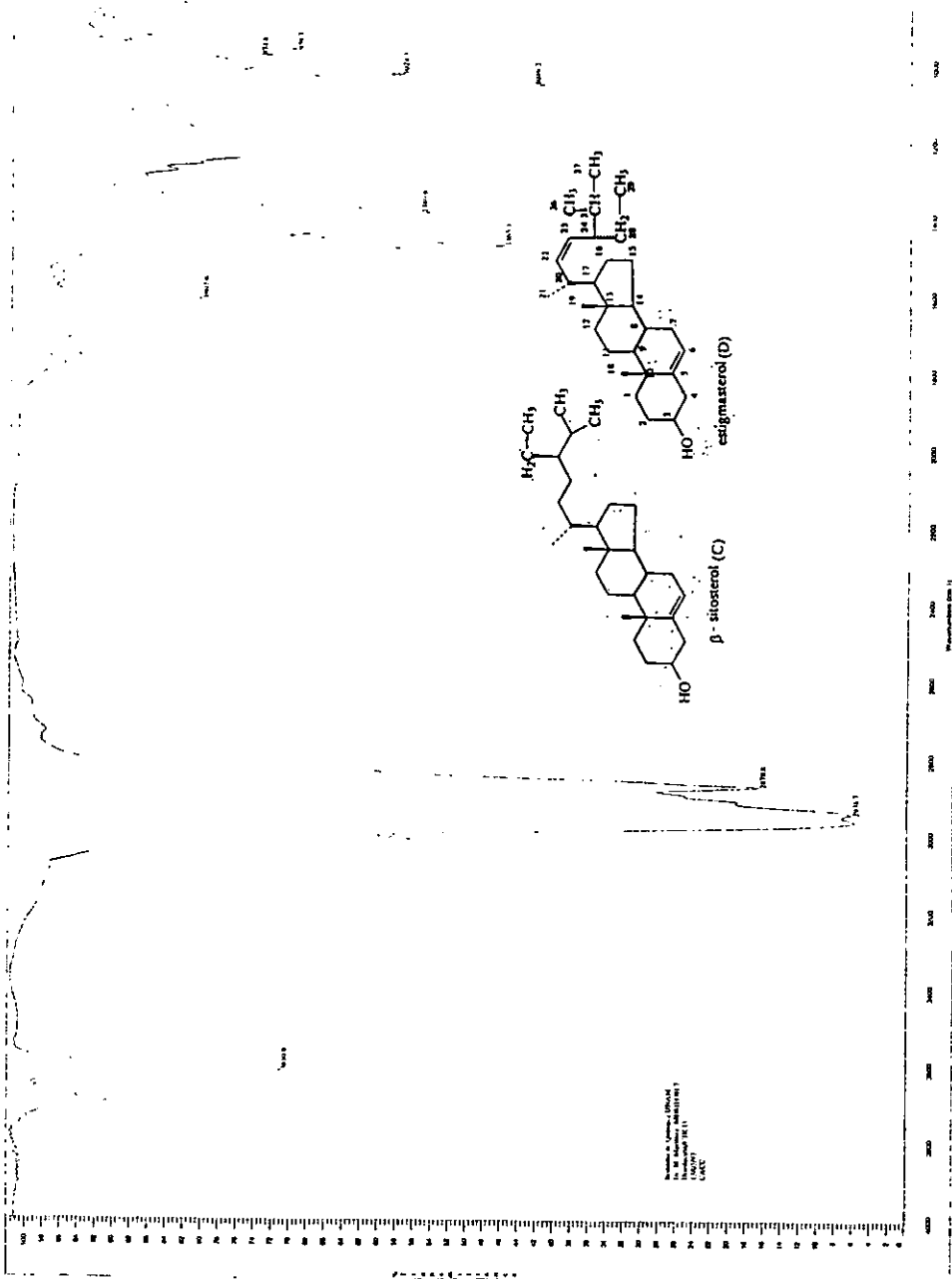
MS-F6 Dr. M. Martinez RG  
 PULSE SEQUENCE dept  
 OBSERVE C13  
 FREQUENCY 75.429 MHz  
 SPECTRAL WIDTH 18001.8 Hz  
 ACQUISITION TIME 0.398 sec  
 RELAXATION DELAY 1.500 sec  
 PULSE WIDTH 6.9 usec  
 TEMPERATURE 20.0 deg. C.  
 NO. REPETITIONS 4708  
 DECOUPLE H1  
 HIGH POWER 38  
 DECOUPLE GATED ON DURING ACQUISITION  
 DECOUPLE GATED OFF DURING DELAY  
 MAGNETIC MODULATED  
 DOUBLE PRECISION ACQUISITION  
 DATA PROCESSING  
 LINE BROADENING 3.0 Hz  
 FT SIZE 32768  
 TOTAL ACQUISITION TIME 5.0 hours



Espectro 13. Resonancia Magnética Nuclear de <sup>13</sup>C-DEPT de la Mezcla C:D

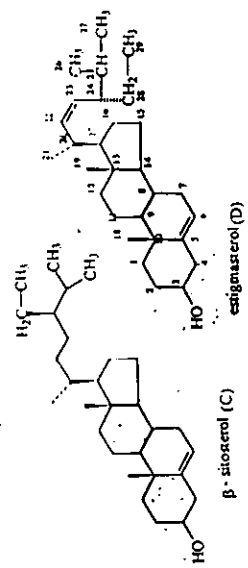
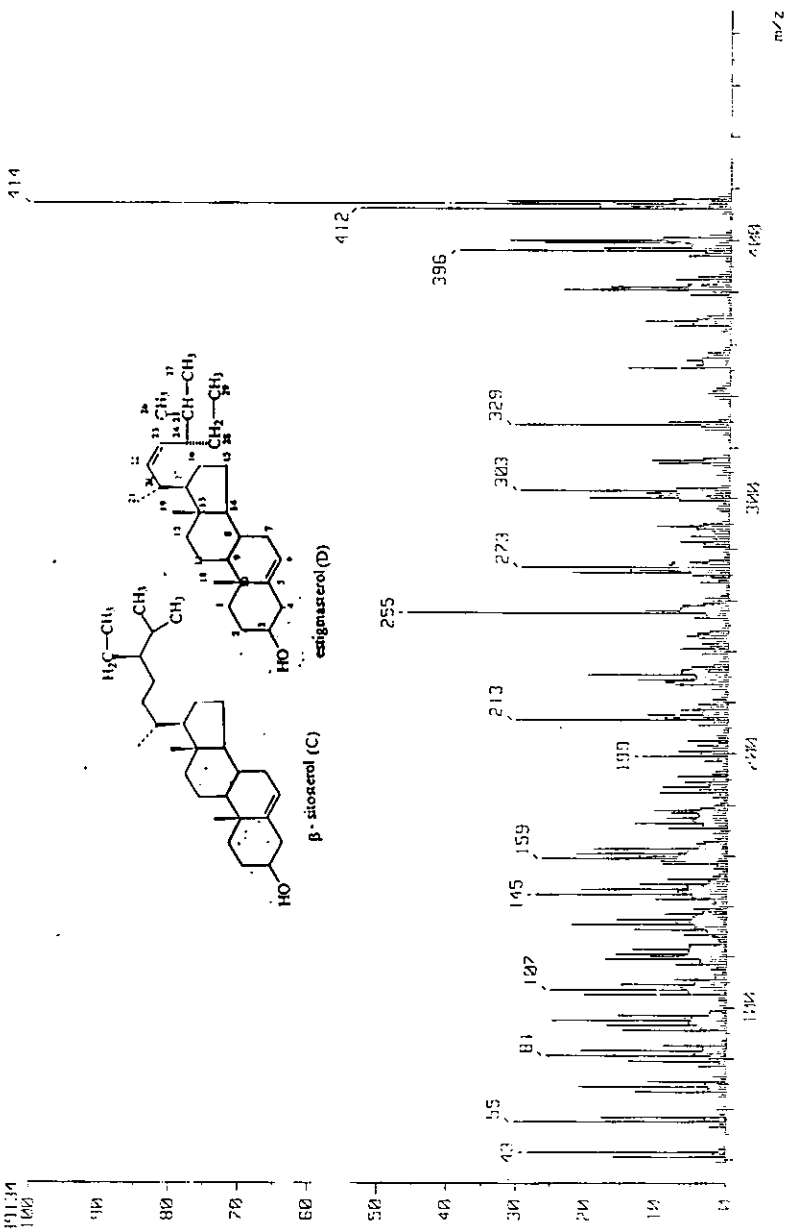


Espectro 14. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de la Mezcla C:D



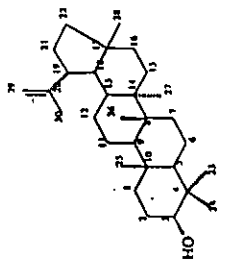
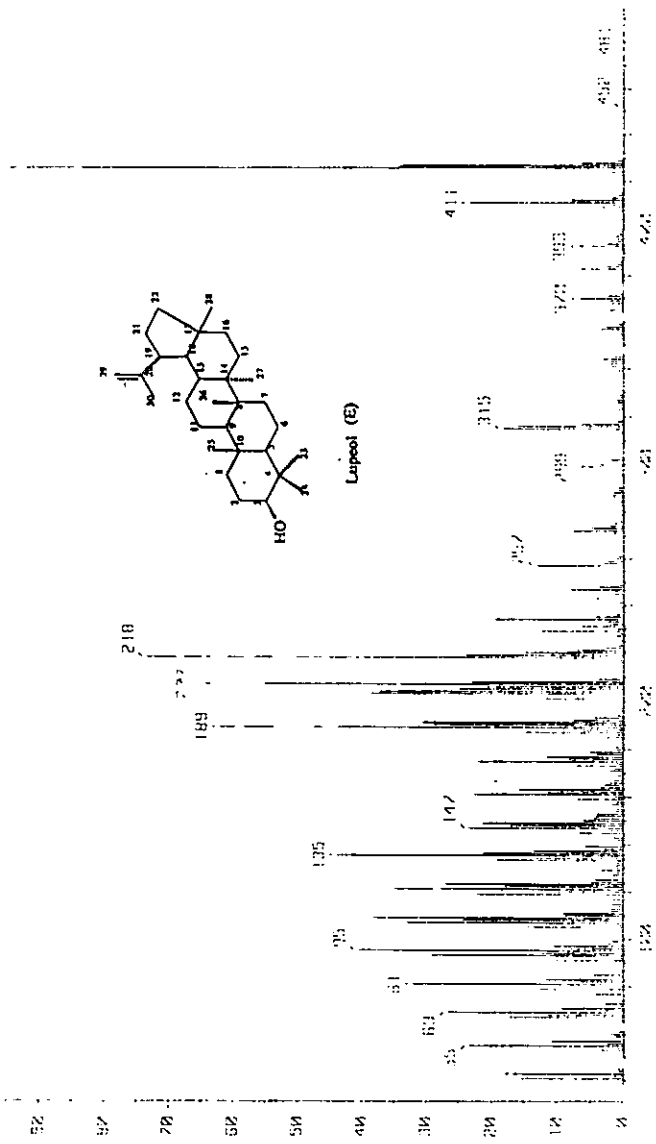
Espectro 15. Espectro de Infrarrojo de la Mezcla C:D

Mass Spectrum 1  
 Beta : MacLonez-N001  
 Sample: N. J. 7  
 Note : -  
 Inlet : Direct  
 Ion Mode : E1+  
 Spectrum Type : Normal Ion [M+ Linear]  
 RI : 0.64 min  
 Scan# : (20,35)  
 BP : m/z 414.00000  
 Int. : 204.00  
 Output m/z : 33.00000 to 489.33000  
 Cut Level : 0.00 %  
 Temp : 146.3 deg.C

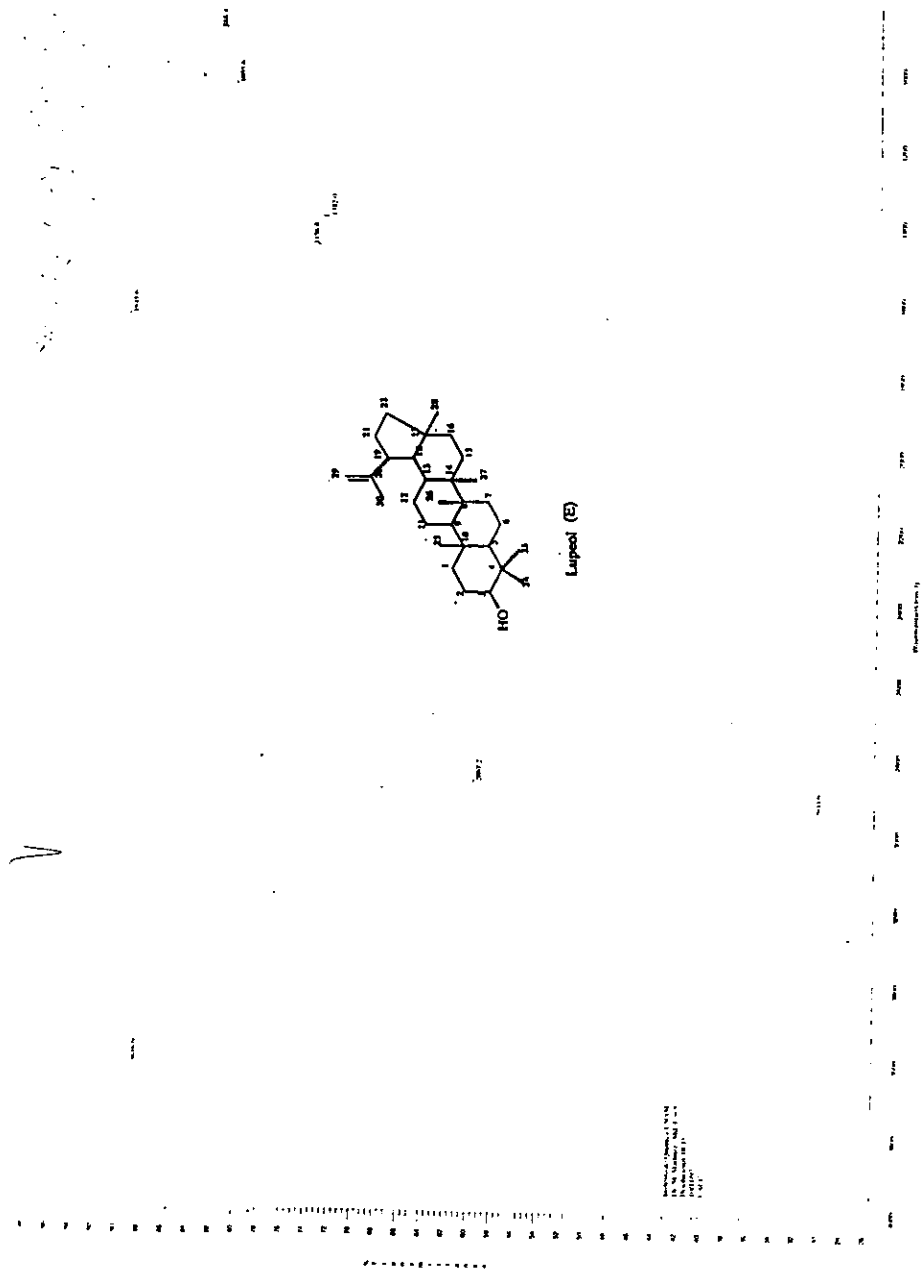


Espectro 16. Espectro de Masas de la Mezcla C:D

Mass Spectrum  
 Date : 21-Nov-87 25:45  
 Name : 8  
 Inlet : Direct Ion Mode : EI-  
 Scan : 1000  
 Ret : 2.75 min Scan# : 125 (40)  
 BP : 425.0774 m/z : 323.62  
 Control : 11.0774 to 483.2228  
 2.75min  
 122

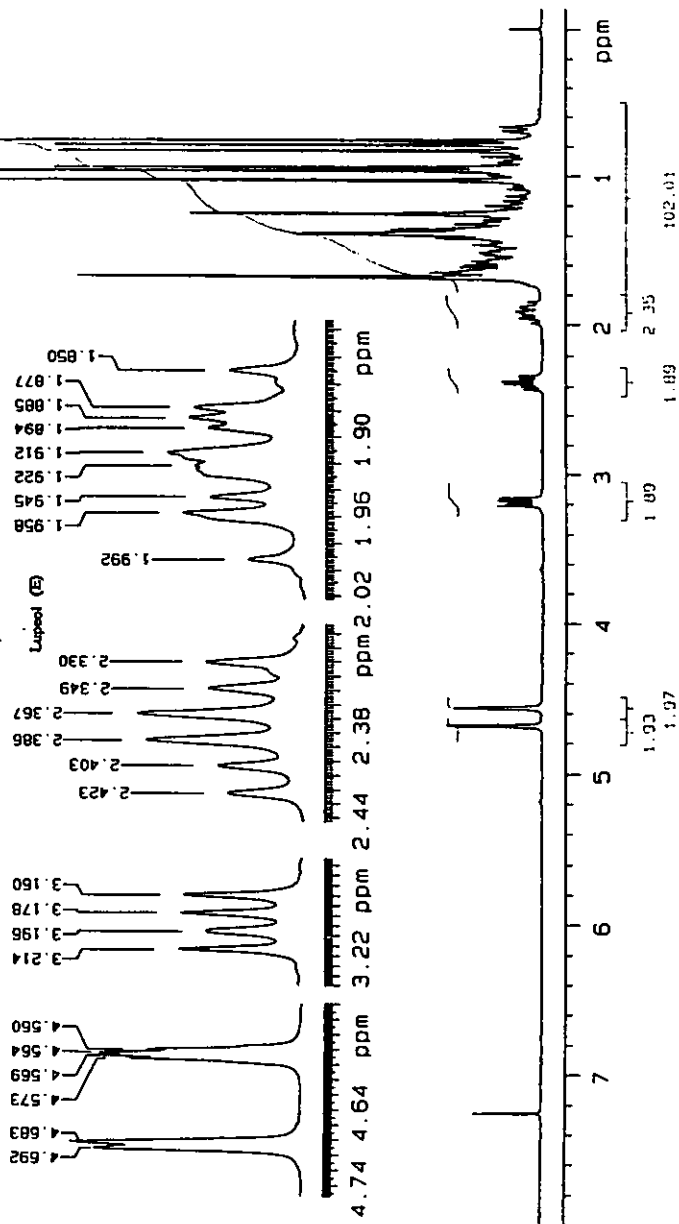
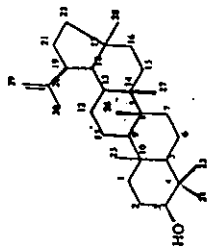


Espectro 17. Espectro de Masas del Lupeol (Compuesto E)



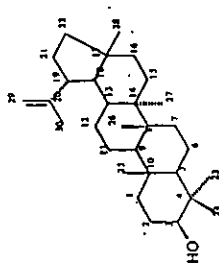
Espectro 18. Espectro de Infrarrojo del Compuesto E

U.N.A.M. Instituto de Química  
 Dr. Mariano Martínez Md.F. - B  
 806  
 300 MHz

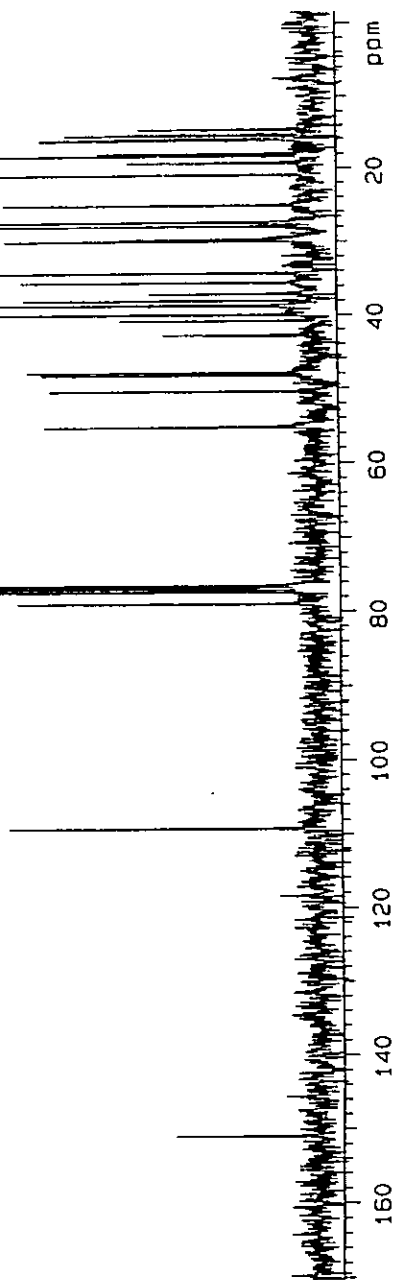


Espectro 19. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto E

U. N. A. M. Instituto de Química  
Dr. Mariano Martínez Md. F. - 8  
806  
75 MHz



Lupicol (E)



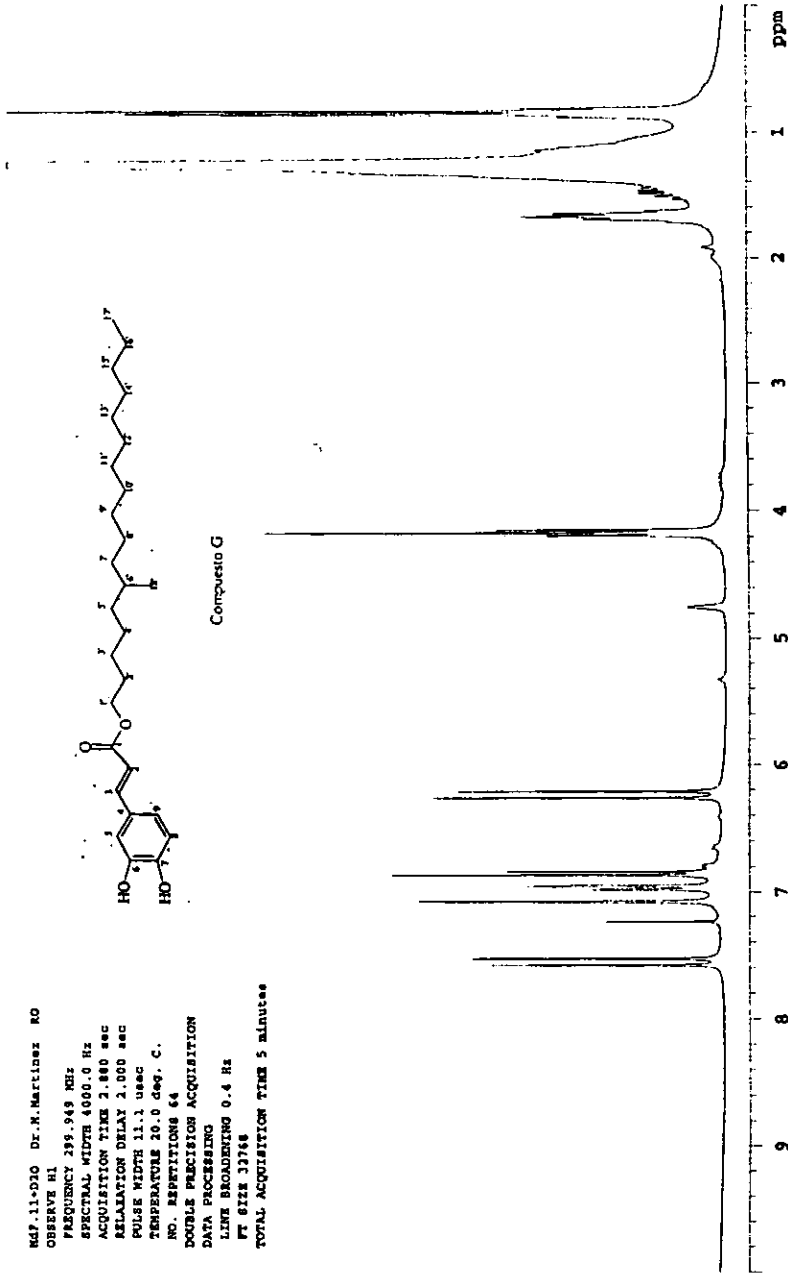
Espectro 20. Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  del Compuesto E





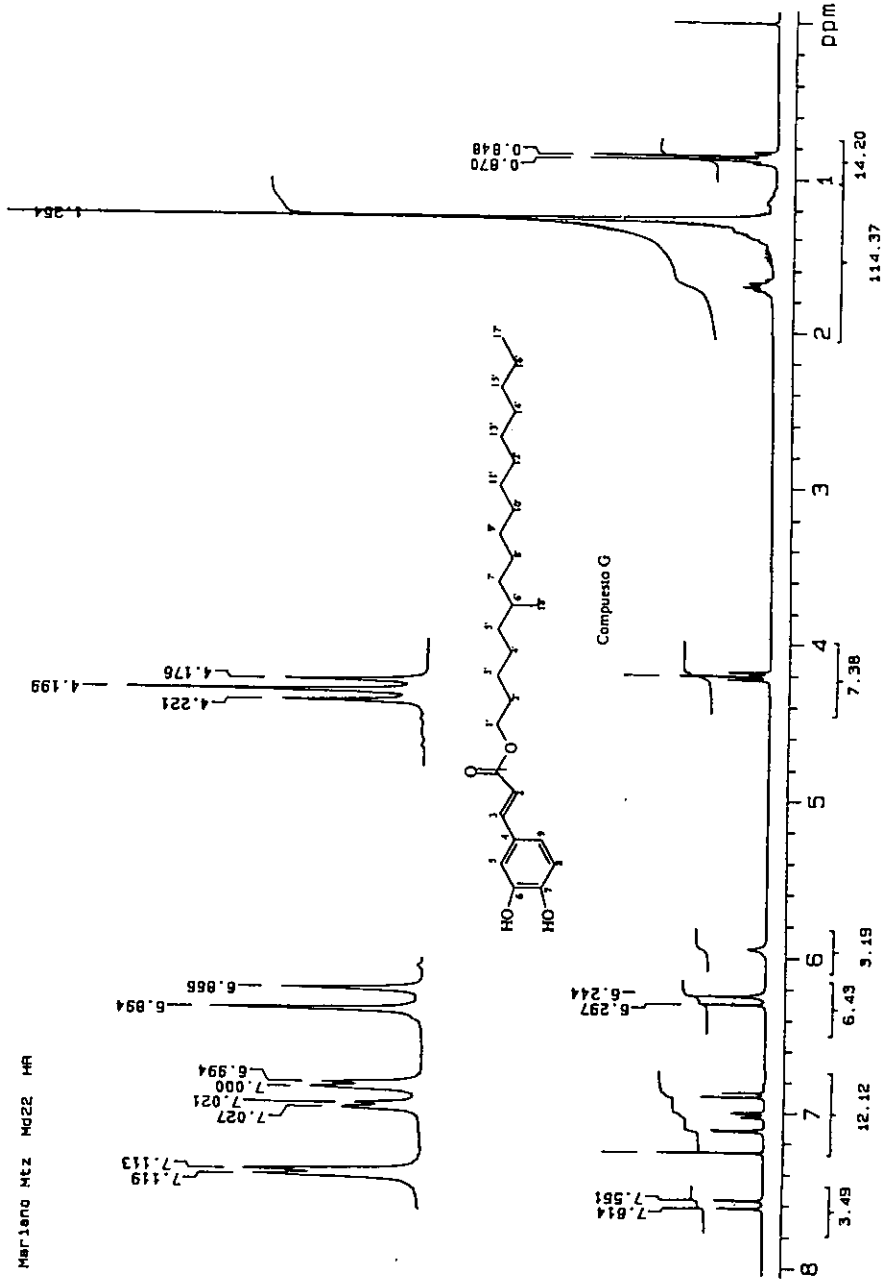


Md7.11-D10 Dr.M.Martinez RO  
 OBSERVE H1  
 FREQUENCY 299.949 MHz  
 SPECTRAL WIDTH 4000.0 Hz  
 ACQUISITION TIME 2.880 sec  
 RELAXATION DELAY 2.000 sec  
 PULSE WIDTH 11.1 usec  
 TEMPERATURE 20.0 deg. C.  
 NO. REPETITIONS 64  
 DOUBLE PRECISION ACQUISITION  
 DATA PROCESSING  
 LINE BROADENING 0.4 Hz  
 FT SIZE 32768  
 TOTAL ACQUISITION TIME 5 minutes



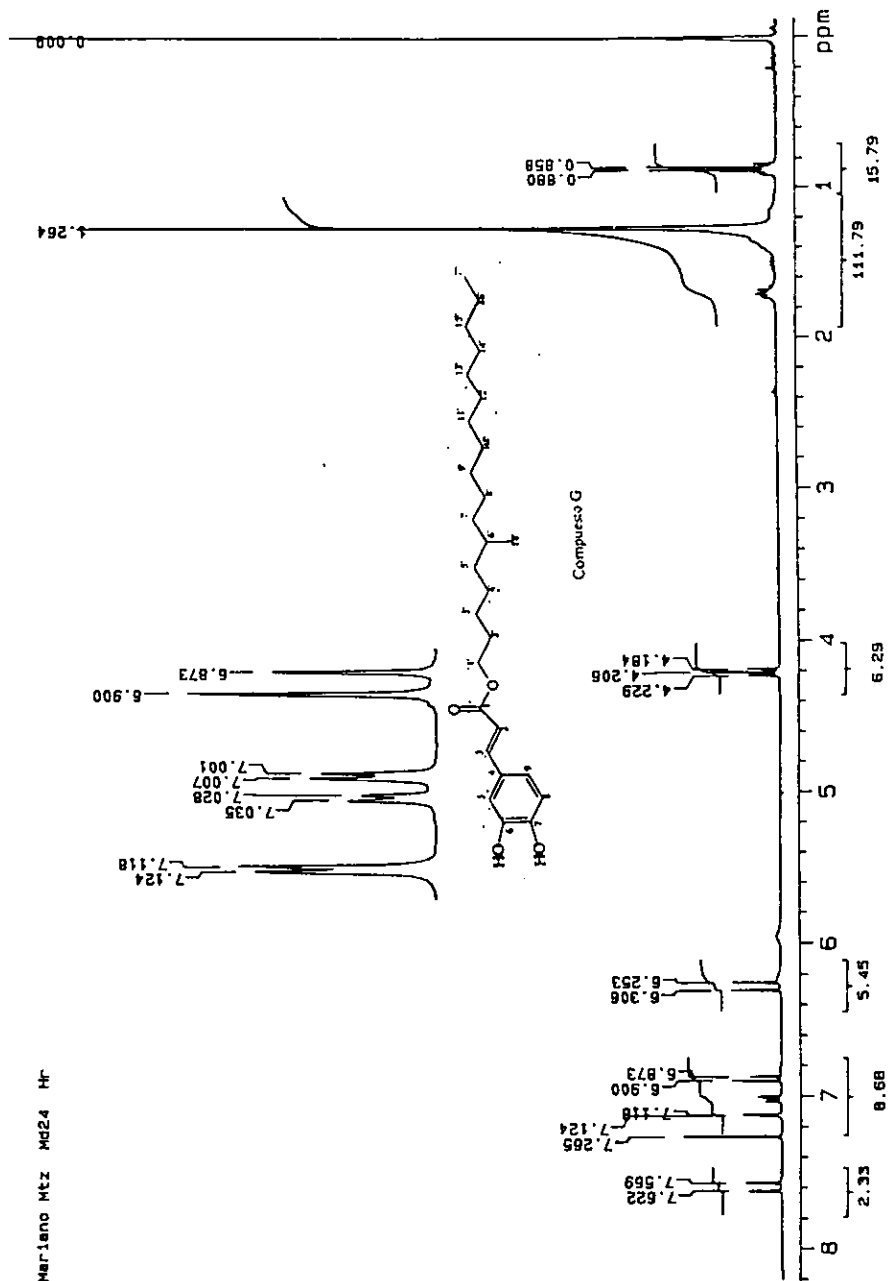
Espectro 23. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G

Mariano Htz Md22 HF



Espectro 24. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G

Mariano Mtz Md24 Hr



Espectro 25. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G

[ Elemental Composition ]

Data : Dr-Mariano-M021

Date : 10-Nov-97 02:22

Sample: Md-21

Note : -Aida

Inlet : Direct

Ion Mode : FAB+

RT : 1.14 min

Scan#: (2,7)

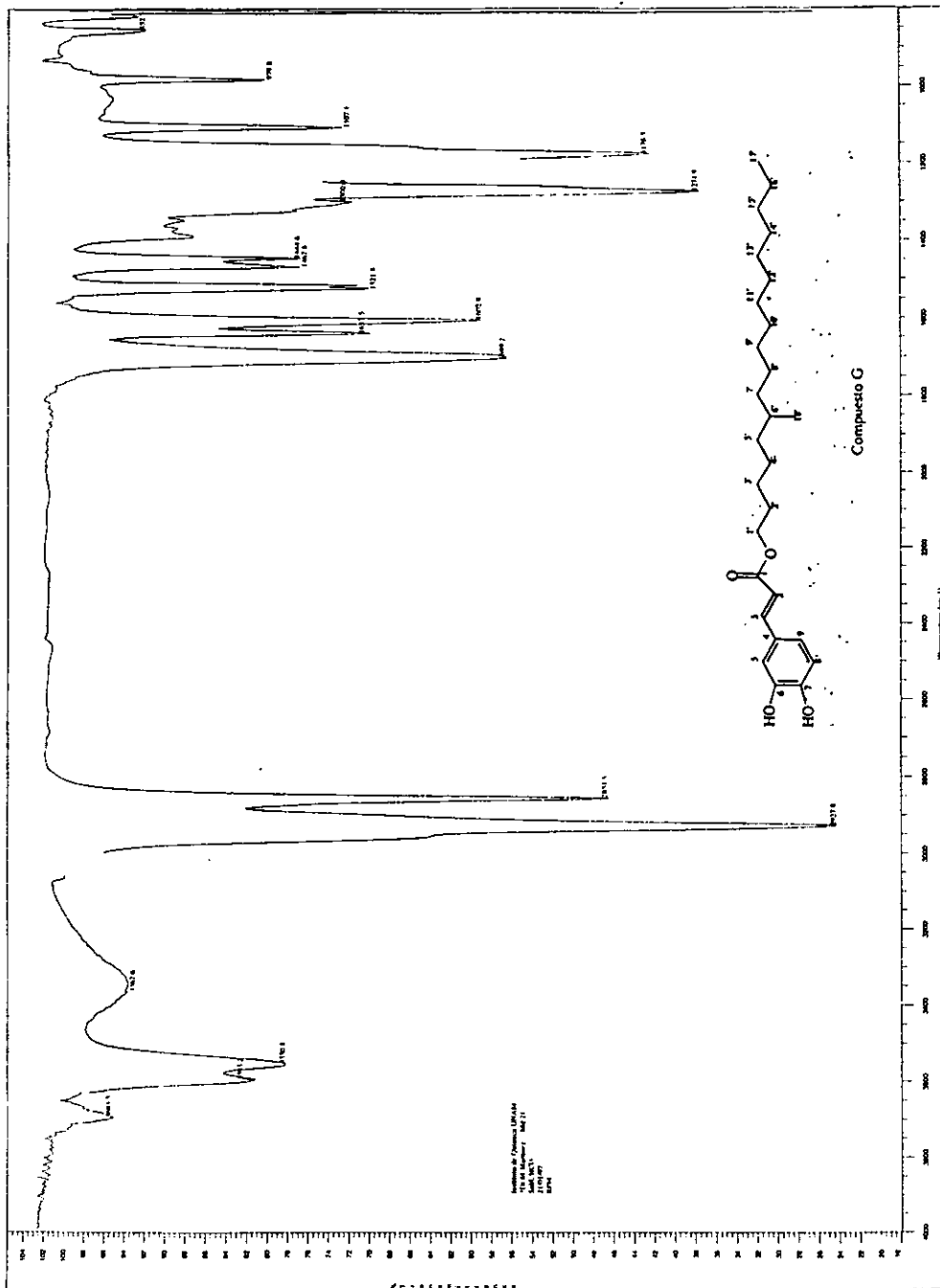
Elements : C 30/0, H 50/0, O 6/0

Mass Tolerance : 10ppm, 10mmu if m/z > 1000

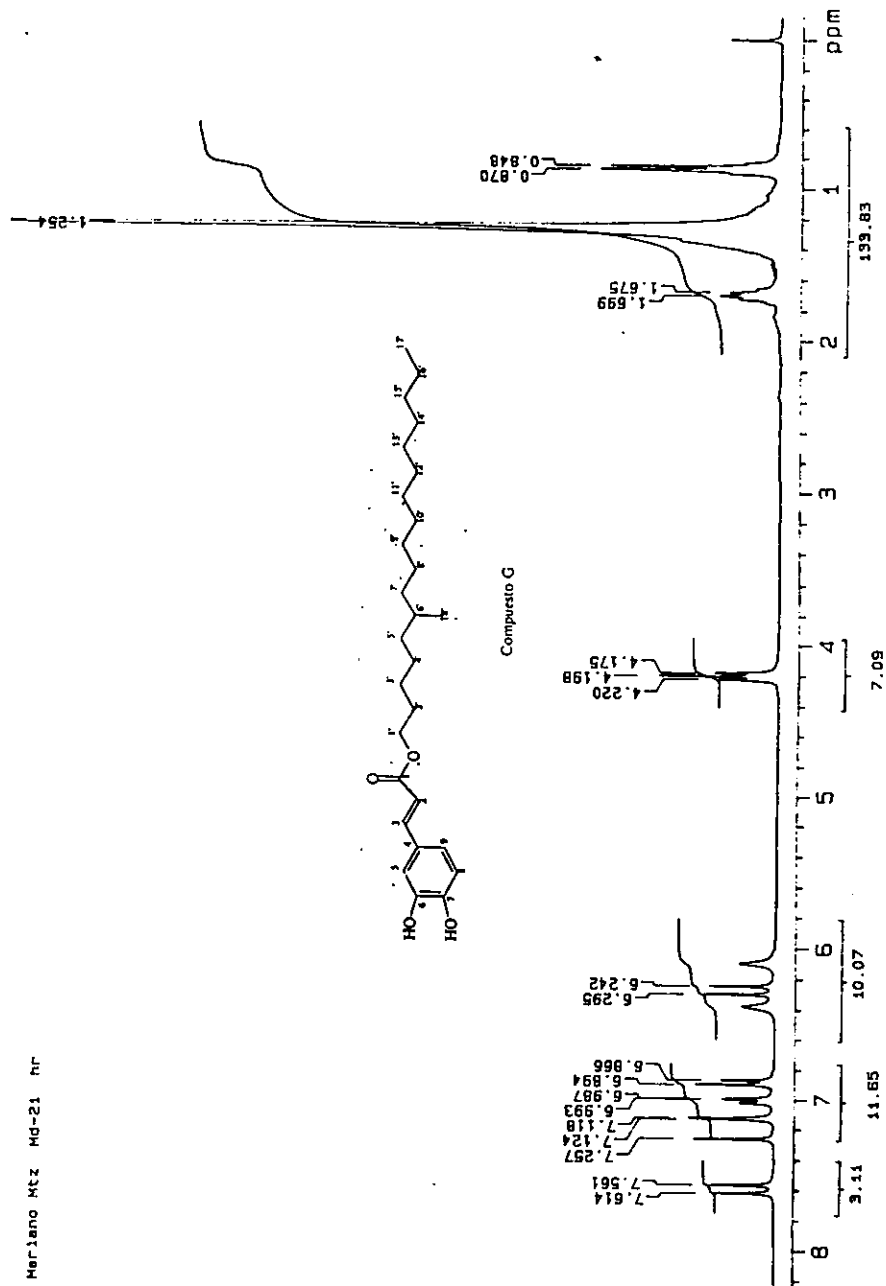
Unsaturation (U.S.) : 0.0 - 18.0

Observed m/z	Int%				
432.3239	34.3				
Estimated m/z	Error [ppm]	U.S.	C	H	O
432.3240	-0.2	6.0	27	44	4

26. FAB<sup>+</sup>-EM Análisis Elemental del Compuesto G



Espectro 27. Espectro de Infrarrojo del Compuesto G



Espectro 28. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto G

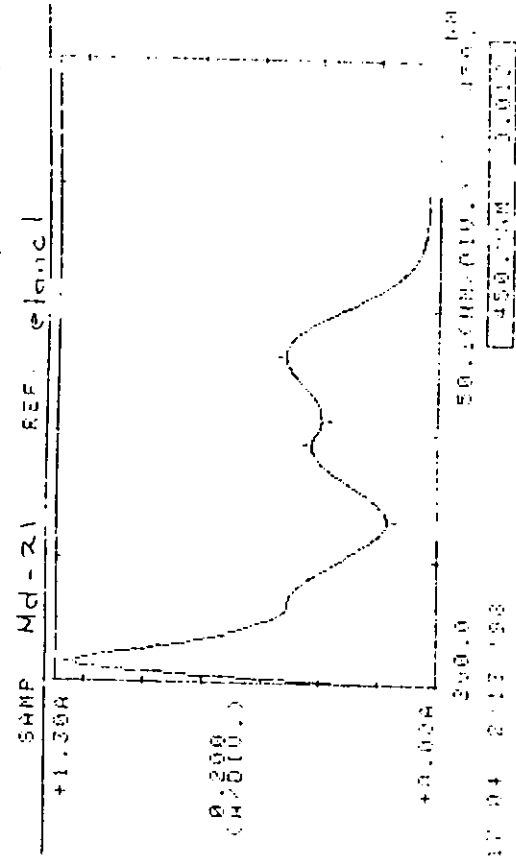


D. M. Martinez

$$C_0 = 2 \text{ mg} / 5 \text{ ml}$$

$$A = C_0 \rightarrow C = 5 \text{ mg} / 5 \text{ ml} \rightarrow C = 9 \text{ mg} / 5 \text{ ml}$$

WAVELENGTH (nm)	ABS	WAVELENGTH (nm)	ABS
208.15	0.197	208.15	0.522
255.5	0.171	255.5	0.432
		208.10	1.242

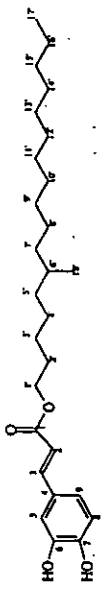


Espectro 29. Espectro de Ultravioleta del Compuesto G

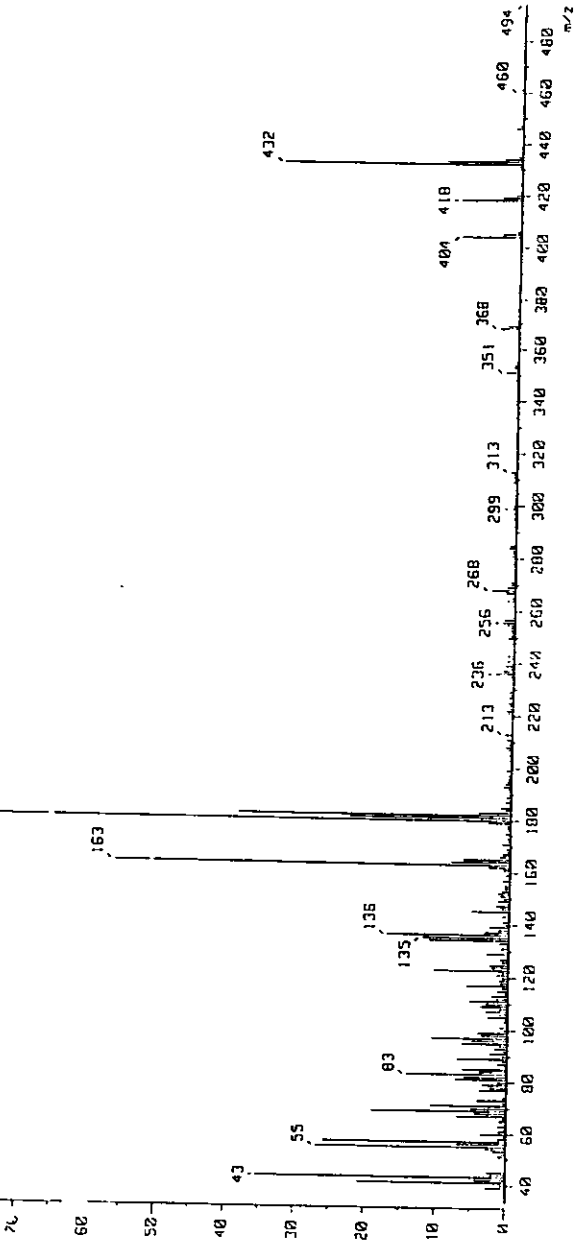


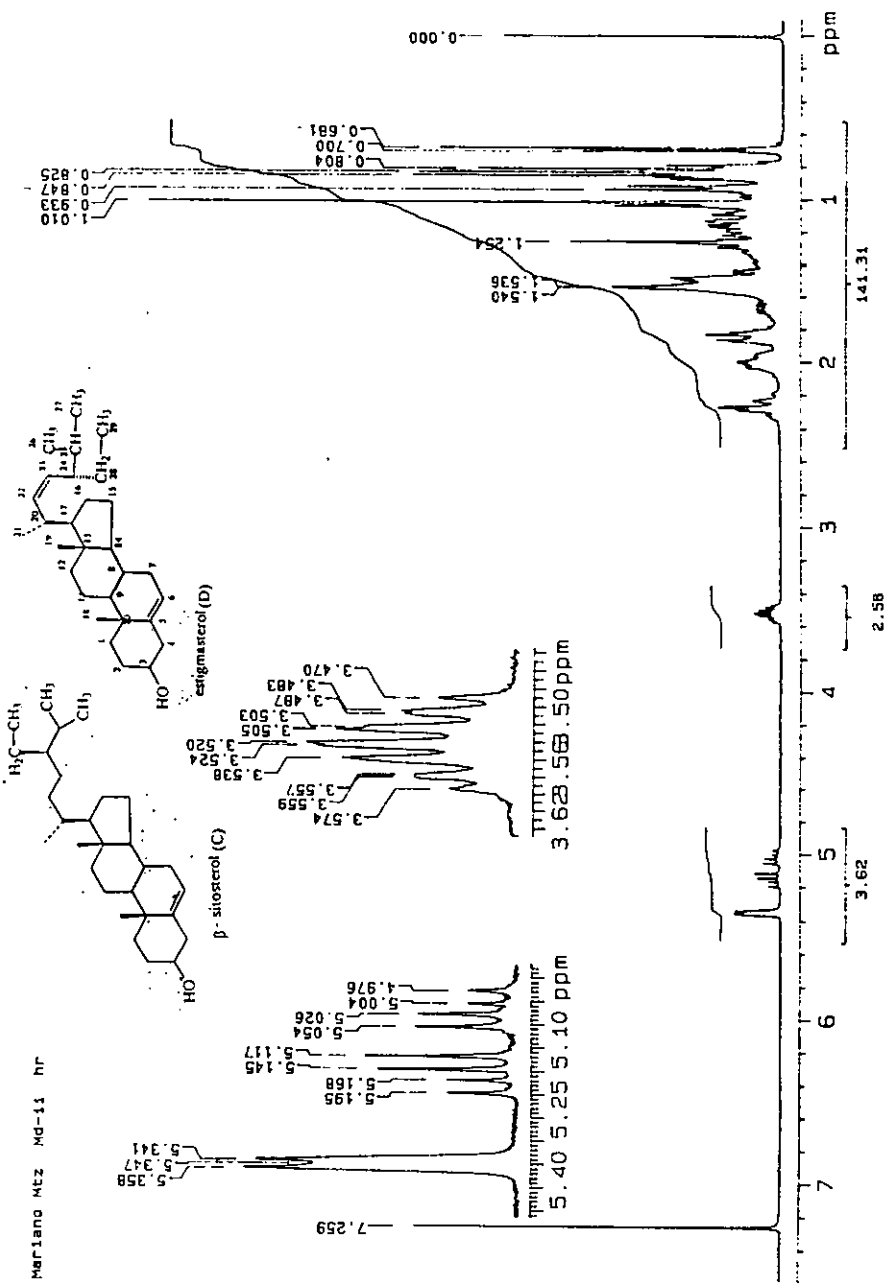


Mass Spectrum ]  
 Date : 27-Dec-96 20:52  
 Analyst : Martinez-M  
 Sample : Mo-21  
 Note : Dr-Mariano-Martinez-PX535  
 Inlet : Direct  
 Ion Mode : EI+  
 Spectrum Type : Regular (MF-Linear)  
 RT : 2.22 min  
 Scans : (51,73)  
 BP : m/z 180.0000  
 Int. : 49.12  
 Outlets : m/z range : 33.0000 to 494.5240  
 515101  
 180  
 Tempo : 108.7 deg. C  
 Cut Level : 0.20 %

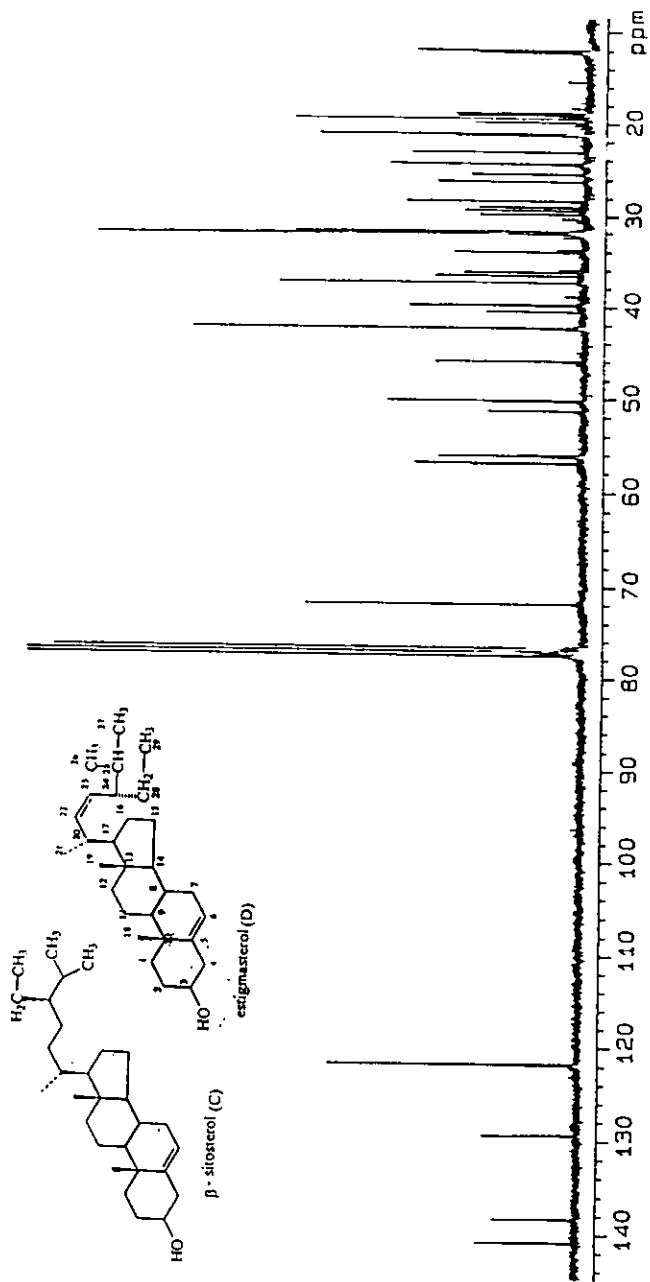


Compuesto G

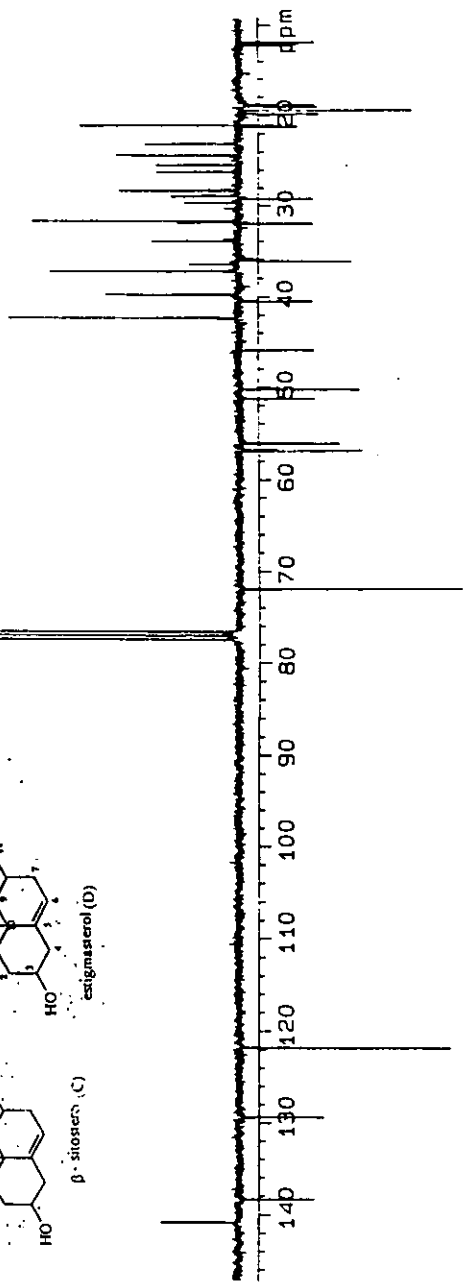
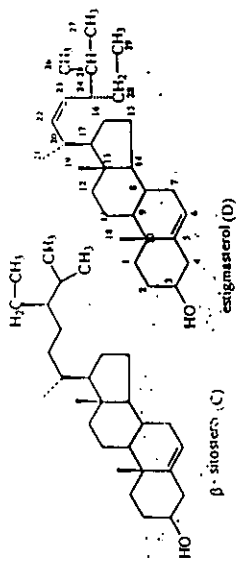




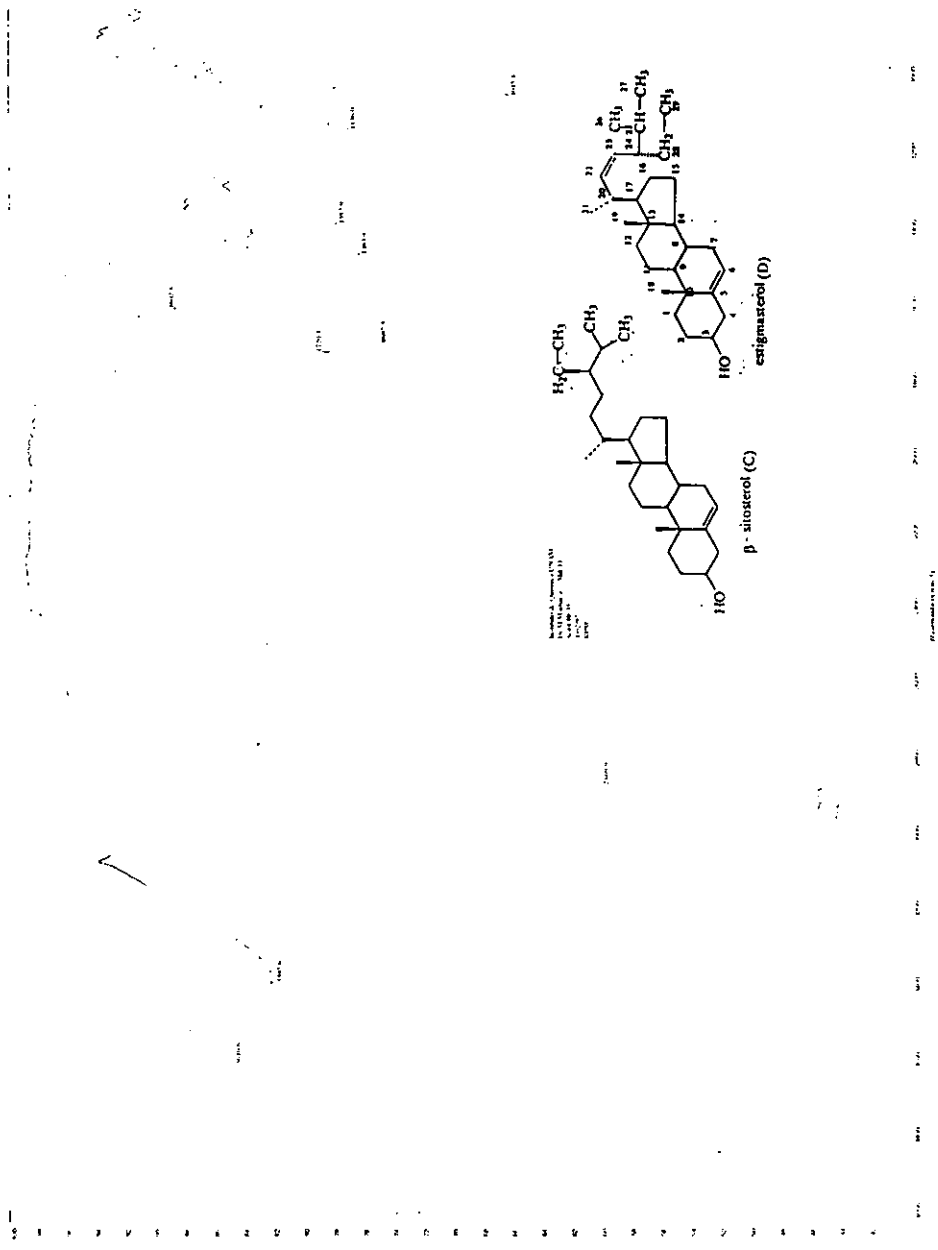
Espectro 33. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de la Mezcla C:D



Espectro 34. Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$  de la Mezcla C:D



Espectro 35. Resonancia Magnética Nuclear de  $^{13}\text{C}$ -DEPT de la Mezcla C:D



Espectro 36. Espectro de Infrarrojo de la Mezcla C:D



Mass Spectrum

Date : 21-Jan-87 10:32

Data : Mg-11

Sample : 4

Ion Mode : EI+

Inlet : Direct

Temp : 51.0 deg.C

Spectrum Type : Regular (MF-Linear)

RT : 1.46 min

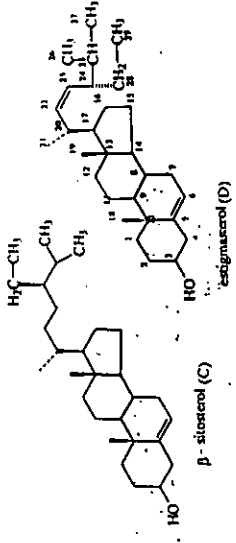
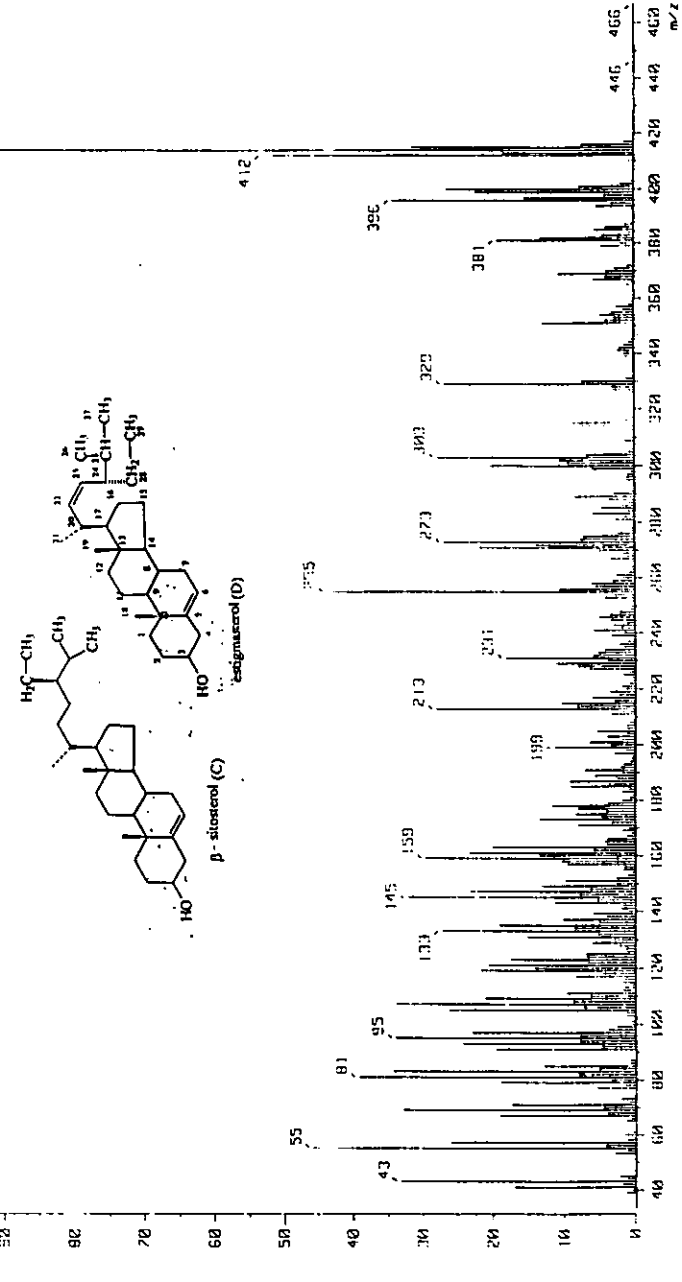
Scan# : (34,48)

BP : m/z 414.0020

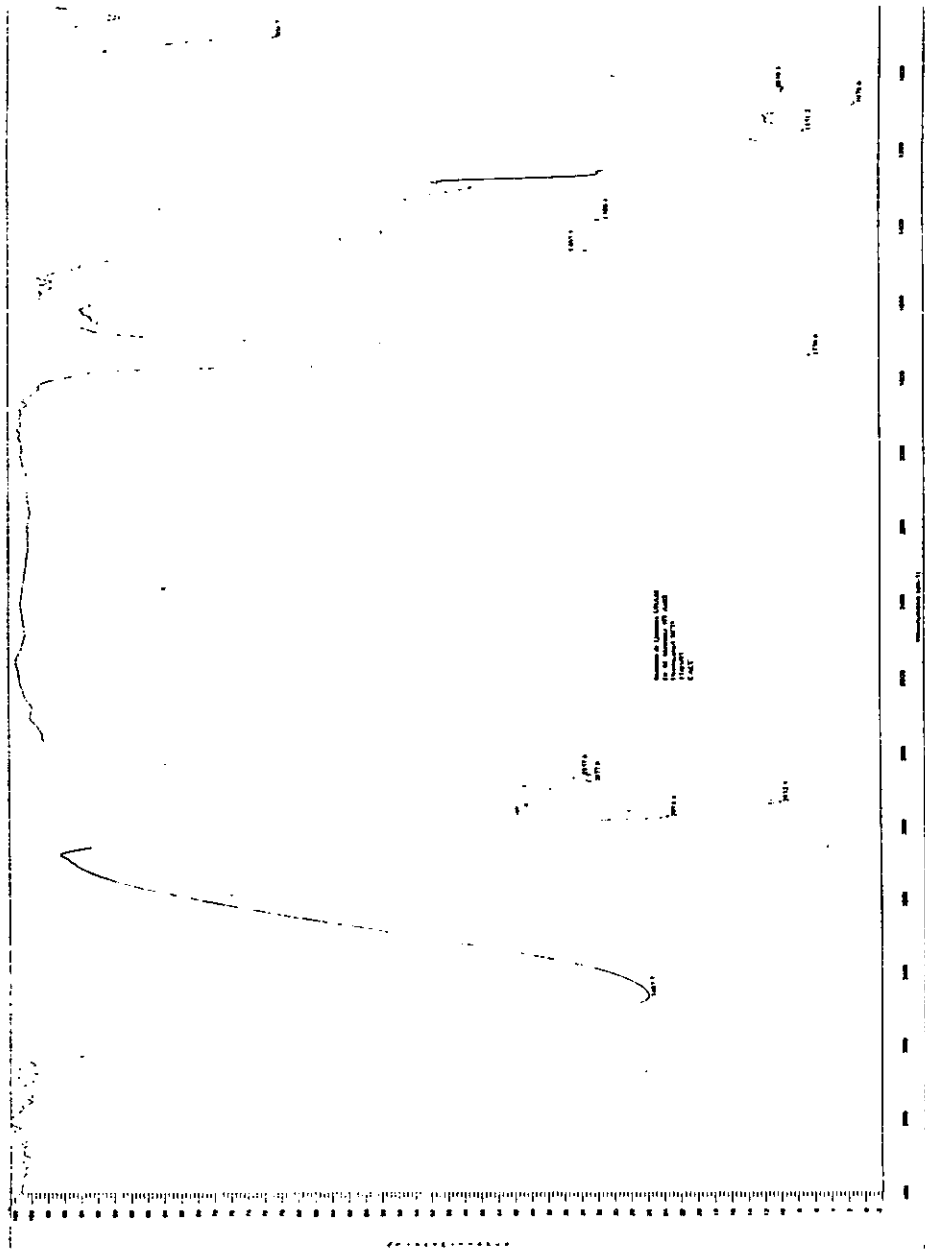
Int. : 286.30

Cut Level : 0.00%

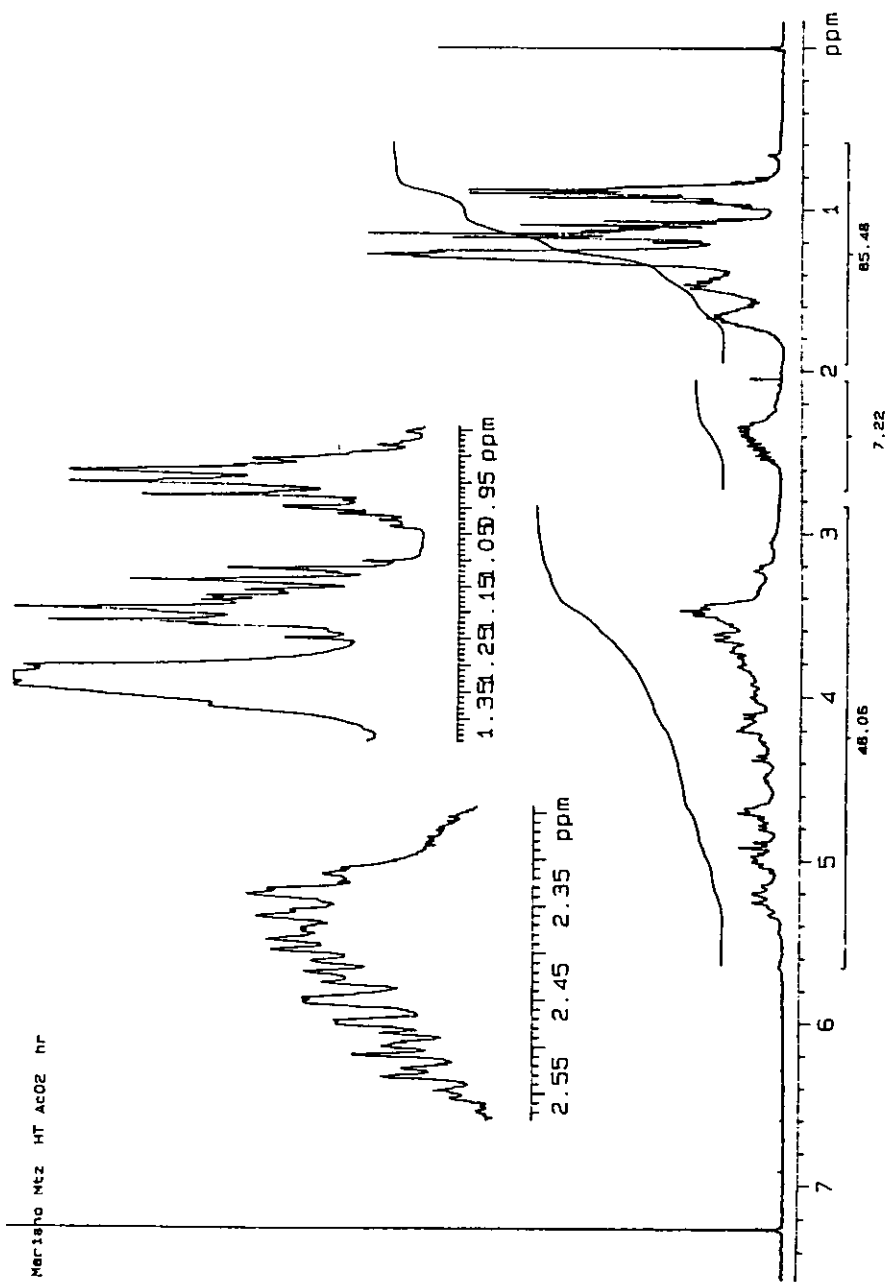
Output m/z range : 33.0000 to 457.0070



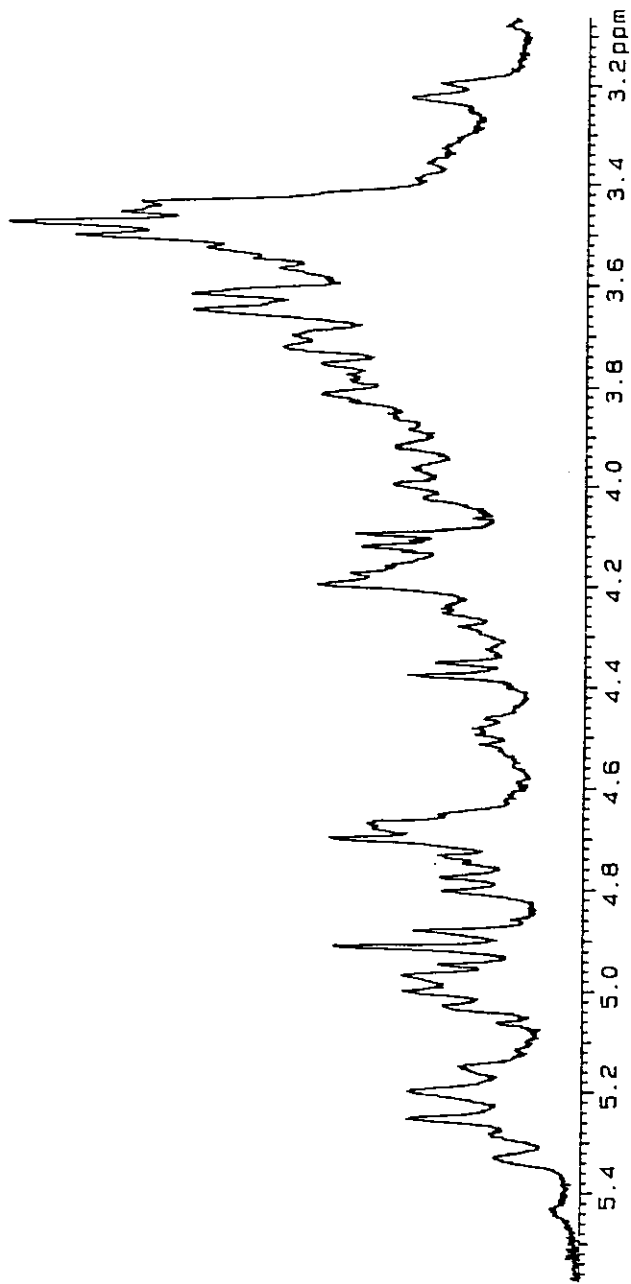
Espectro 37. Espectro de Masas de la Mezcla C:D



Espectro 38. Espectro de Infrarrojo de la Fracción Glicosídica (THA-2)



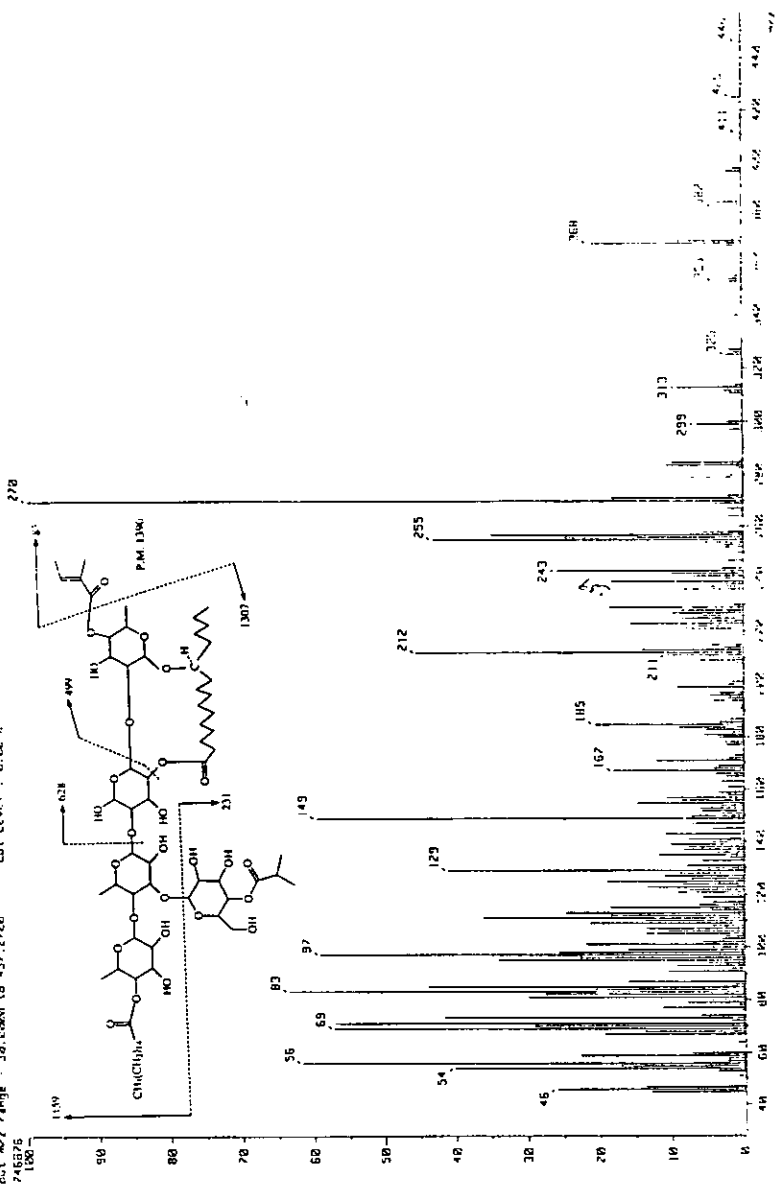
Espectro 39. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de (THA-2)



Espectro 40. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de (THA-2)  
Ampliación de la Zona 3 a 5 ppm

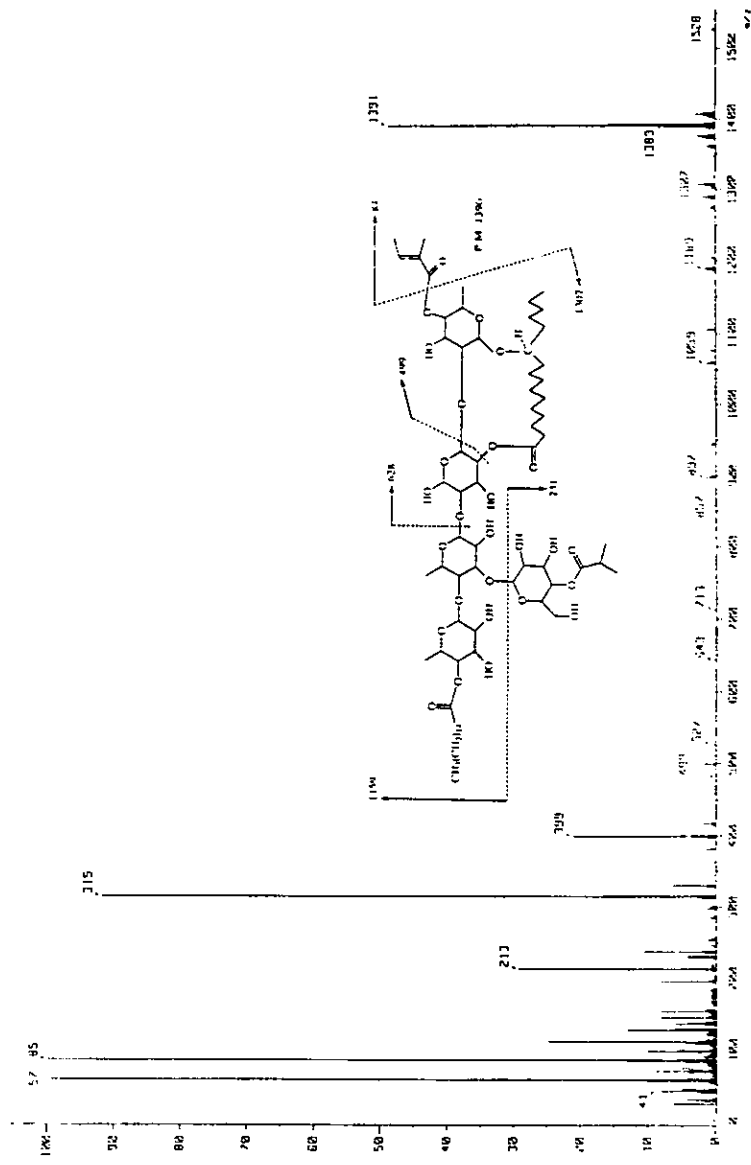


[ Mass Spectrum ]  
 Date : 01-Jun-58 12:00  
 Data : C:\harrington\mgs\land036  
 Sample : h02007112  
 Note : -  
 Inlet : Direct Ion Mode : EI+  
 Spectrum Type : Normal Ion [M<sup>+</sup> - base]  
 Scan Range : 314.55  
 Scan Rate : 270 scans/min  
 Scan : 211.23  
 Temp : 200.6 deg. C  
 Output range : 30.0000 to 457.2700  
 Gas Level : 0.02 %  
 746326



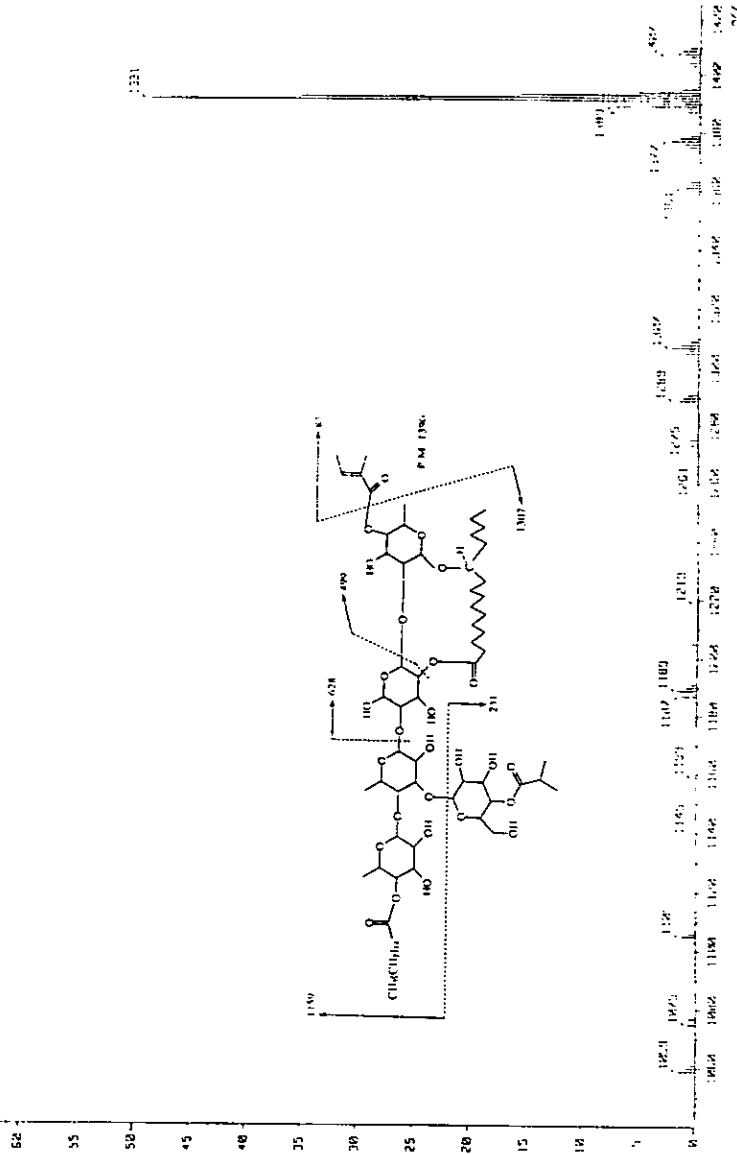
Espectro 42. Espectro de Masas por Impacto Electrónico del Compuesto J

Mass Spectrometry  
 Sample: compound 2  
 Date: 22-Jun-98 23:24  
 Name: 130303  
 Method: Direct  
 Ion Mode: FSB-  
 Spectrum Type: Normal Ion (AP+Linear)  
 Date: 20 Jun 98  
 Time: 11:31  
 Scan: 1133  
 File: 105.58  
 Inj.: 22 35.22658  
 Outset: range 2.28202 to 1555.3540  
 Cat Level: 01.22 %  
 1280379



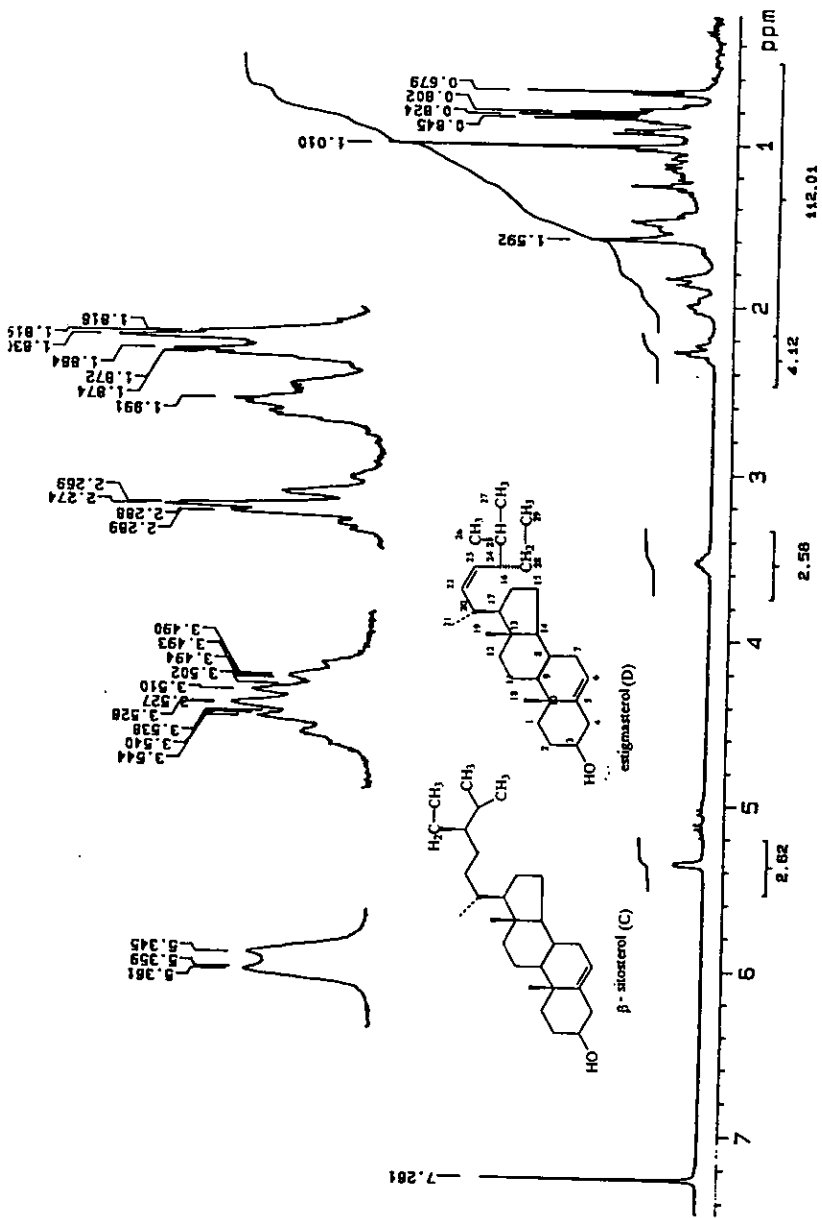
Espectro 43. Espectro de Masas por FAB<sup>+</sup> del Compuesto J

Mass Spectrometry  
 Date: 42-Jun-83 21:24  
 Sample: 13-263  
 Name: 13-263  
 Inlet: Direct Ion Mode: FIB  
 Section Type: Normal Ion (M+Linear)  
 RT: 3.61 min Scan: 1181  
 BP: m/z 85.2000 Int.: 186.58  
 Output: m/z range: 184.8135 to 1495.2878 Cut Level: 0.02 x  
 71129

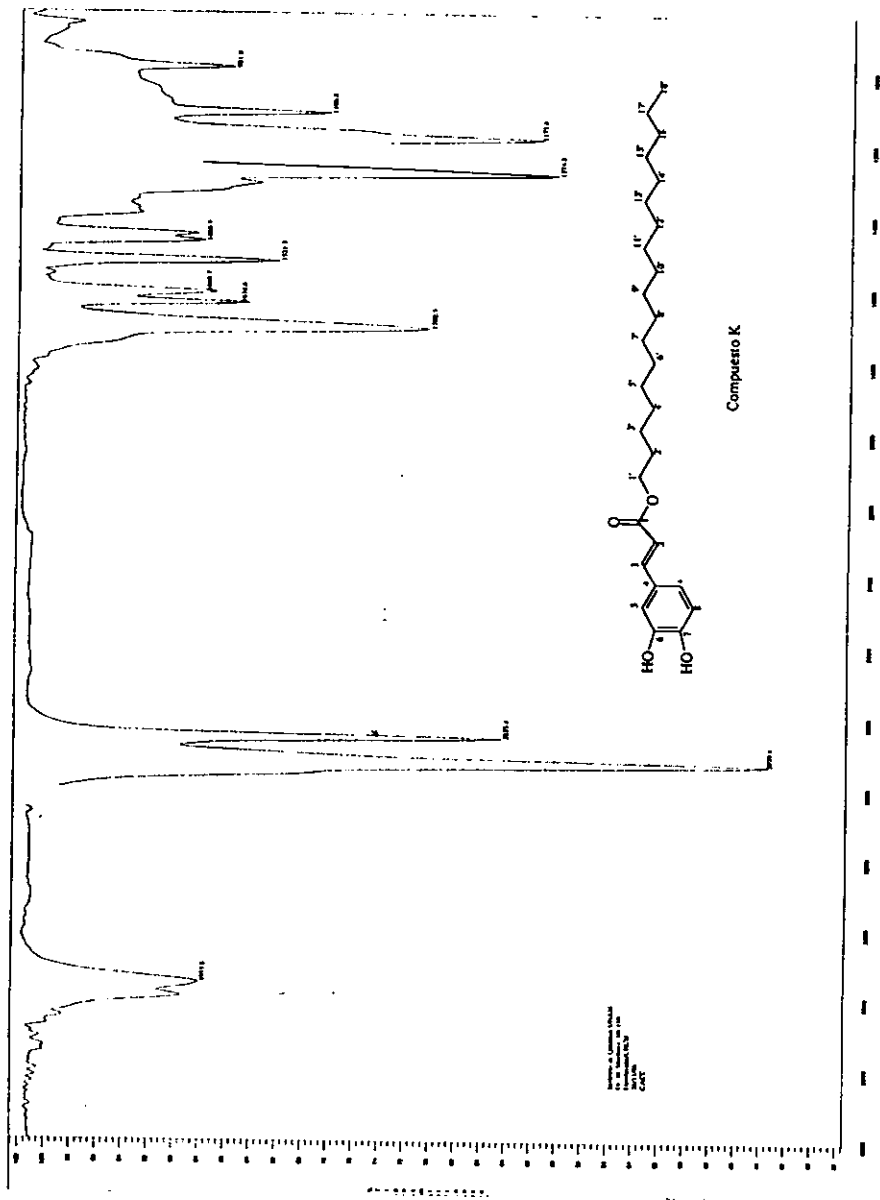


Espectro 44. Ampliación de la Zona de m/z 1000 a 1420 del espectro FAB+EM del Compuesto J





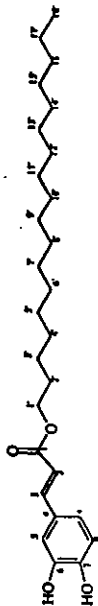
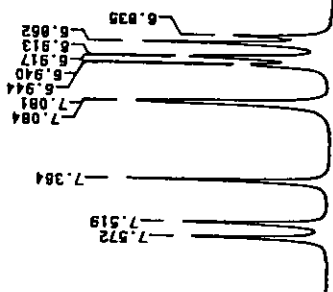
Espectro 45. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno de Mezcla C:D



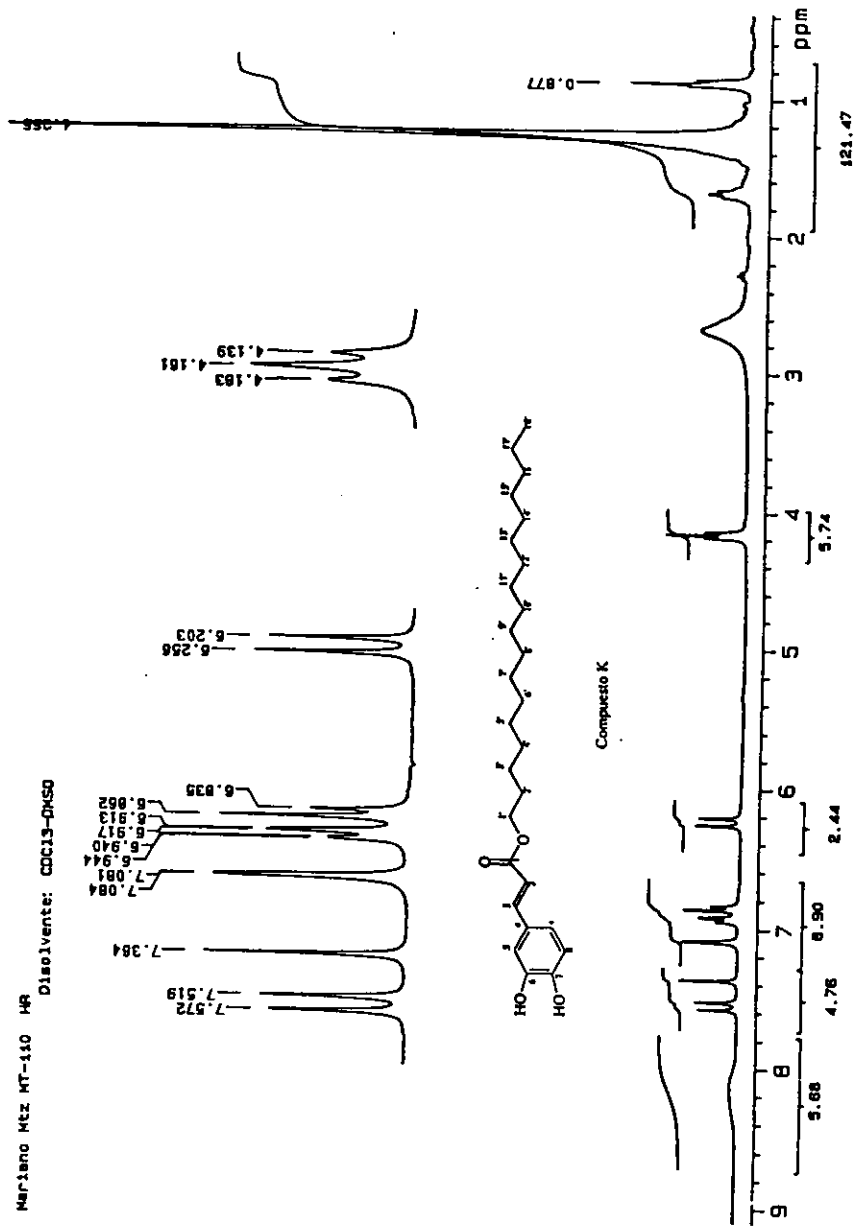
Espectro 46. Espectro de Infrarrojo del Cafeato de Octadecanoilo (Compuesto K)

Marcano Mtz NT-110 MR

Disolvente: CDCl<sub>3</sub>-DMSO



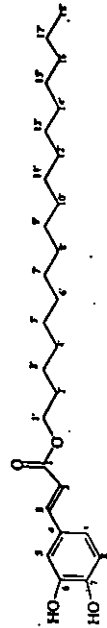
Compuesto K



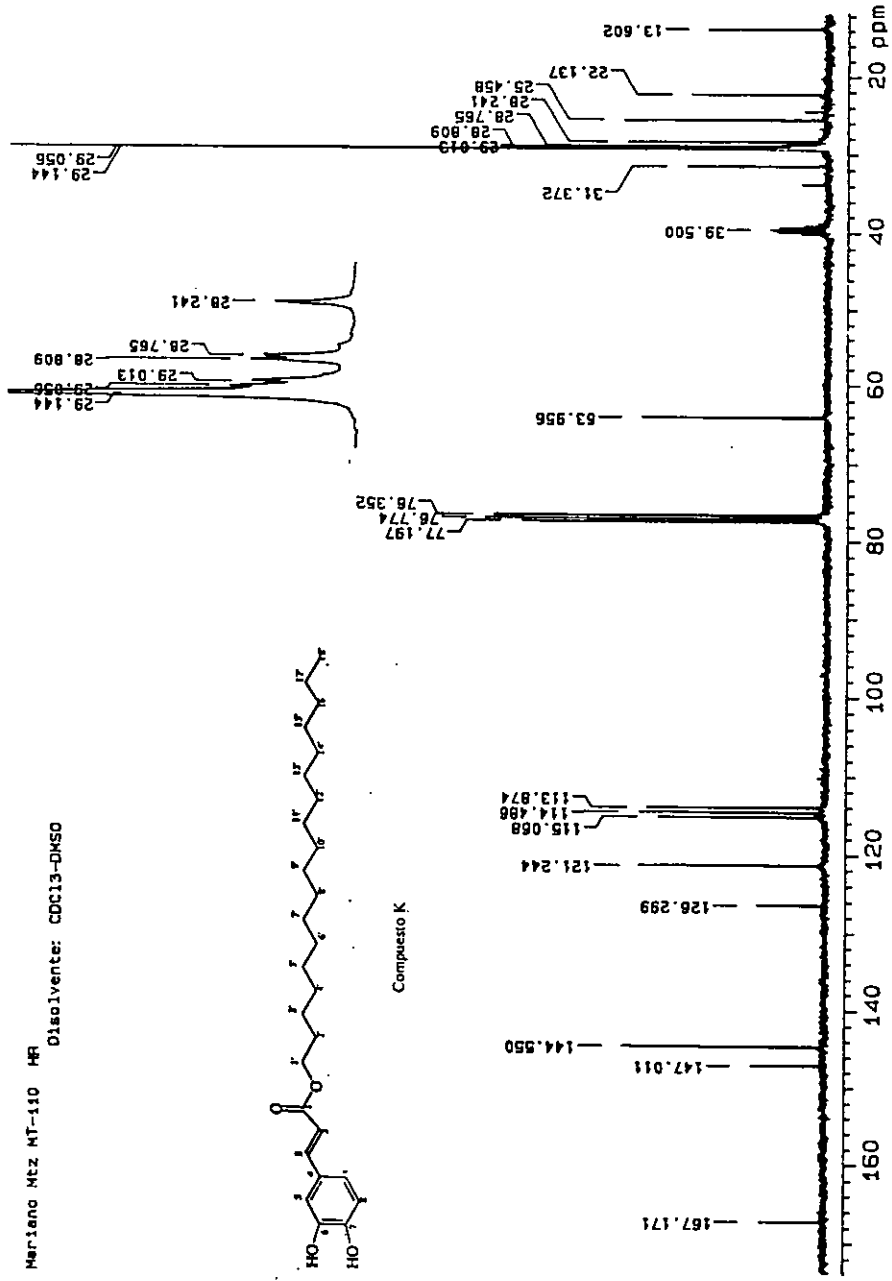
Espectro 47. Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno del Compuesto K



Mariano Mtz MT-110 MR  
 Disolvente: CDCl<sub>3</sub>-DMSO



Compuesto K



Espectro 49. Resonancia Magnética Nuclear de <sup>13</sup>C del Compuesto K

## 9. BIBLIOGRAFIA.

Ageta, H., Masuda, K., Kamaya, R., Ikegami, S. & Ikeshima, Y. (1989). Fern constituents: three fernenoic acids and one adianenoic acid isolated from rhizomes of *Microsorium brachylepis* and *M. normale*. Chem. Pharm. Bull. **37**(6), 1673-1675.

Ageta, H., Shiojima, K., Arai, Y. & Nakane, T. (1997). Fern constituents: *Adiantum cuneatum*. I. Three new triterpenoids, glaucanol B cetate, 7 $\beta$ ,25-epoxyfern-8-ene and 25-norfern-7-en-10 $\beta$ -yl formate. Chem. Pharm. Bull. **45**(4), 636-638.

Ageta, H., Shiojima, K., Arai, Y. & Nakane, T. (1997). Fern constituents: *Adiantum cuneatum*. II. Six new triterpenoids, neohop-18-en-12 $\alpha$ -ol, 13-epineohop-18-en-12 $\alpha$ -ol, neohop-13(18)-en-19 $\alpha$ -ol, fern-7-en-25-ol, fern-9(11)-en-25-ol, and adian-5-en-25-ol. Chem. Pharm. Bull. **45**(4), 639-642.

Aizawa, K., Yoshida, S. & Takahashi, N. (1974). The applicability of the defocusing technique in organic mass spectrometry. Organic Mass Spectrometry. **9**, 470-479.

Amoros, M., Lurton, E., Boustie, J. & Girre, L. (1994). Comparison of the anti-herpes simplex virus activities of propolis and 3-methyl-but-2-enyl caffeate. Journal of Natatural Products. **57**(5), 644-647.

Auterhoff, H. & Demleitner, H. (1955). Vergleichende Untersuchngen an Convolvulaceen Harzen. Arzneimittel-Forsch. **5**, 402-407.

Bauer, K. H. & Junge, R. (1934). Scammony Resins. Archiv der Pharmazie. **272**, 841-848.

Bausser, C. (1937). A review of some medicinal plants. Torreya. **37**(2), 25-32.

Bieber, L., Alvesda, A., Correa, R., Andrade, A., Carneiro, S., De Souza, I., De Mello, J. & Jurgen, H. (1986). Anticancer and antimicrobial glycosides from *Ipomoea bahiensis*. Phytochemistry. 25(5) 1077-1081.

Canonica, L., Orsini, F., Pelizzoni, F., Ferrari, G. & Vechietti, V. (1976). Gazz. Chim. Ital. 106, 889.

Cronquist, A. (1981). An integrated system of classification of flowering plants. The New York Botanical Garden. New York. 1261 pp.

Estrada L. E. (1985). Jardín Botánico de Plantas Medicinales Maximino Martínez. Universidad Autónoma de Chapingo. México. 441 p.

Fuchino, H., Konishi, S., Satoh, T., Yagi, A., Saito, K., Tatsumi, T. & Tanaka, N. (1996). Chemical evaluation of *Betula* species in Japan. II. Constituents of *Betula platyphylla* var. *Japonica*. Chem. Pharm. Bull. 44(5), 1033-1038.

Fuchino, H., Satoh, T. & Tanaka, N. (1995). Chemical evaluation of *Betula* species in Japan. I. Constituents of *Betula ermanii*. Chem. Pharm. Bull. 43(11), 1937-1942.

Fuchino, H., Satoh, T. & Tanaka, N. (1996). Chemical evaluation of *Betula* species in Japan. III. Constituents of *Betula maximowicziana*. Chem. Pharm. Bull. 44(9), 1748-1753.

Geetha, D., Daniel, M. & Sabnis, D. (1988). Chemosystematics of Convolvuleae (B & H). GEOBIS. 15(6), 241-244.

Graf, E., Dahlke, E. & Voigtlander H. W. (1965). Über die Convolvuline; neue Bausteine und Unterscheidungsreaktionen. Archiv der Pharmazie. 298 (2) 81-91.

Grant, E. H. (1920). New test for some purgative drugs. J. Am. Pharm. Assoc. 9, 763-766.

Hegnauer. (1964). Chemotaxonomie der Pflanzen III. Chemischereihe 18. Birkhauser Verlag Basel. 547-561.

Hofmann A. y H. Tschertter. (1960). Isolierung von Lysergsaure-Alkaloiden aus der mexikanischen Zauberdroge Ololiuqui (*Rivea corymbosa* (L.) Hall.f.). Experientia. 16, 414.

Holland, H., Diakow, P. & Taylor, G. (1978). <sup>13</sup>C nuclear magnetic resonance spectra of some C-19-hydroxy, C-5,6 epoxy, C-24 ethyl, and C-19-norsteroids. Can J. Chem. 56, 3121-3127.

Jáuregui, F.M. (1885). Algunos purgantes indigenas. La Naturaleza. 7(14) 104-113.

Khanna, S. N. & Gupta, P. C. (1967). Structure of muricatin. Phytochemistry. 6, 735-739.

Kitagawa, I. Shibuya, H., Baek, N., Ohashi, K., Yoshikawa, M., Sakagami, M. & Shibuya, H. (1997). Indonesian medicinal plants. XIX. Chemical structures of four additional resin-glycosides, mammosides A, B, H<sub>1</sub>, and H<sub>2</sub>, from the tuber of *Merremia mammosa* Convolvulaceae). Chem. Pharm Bull. 45(5), 786-794.

Kitagawa, I. Shibuya, H., Yokokawa, Y., Baek, N., Ohashi, K., Yoshikawa, M., Nitta, A. & Wiriadinata, H. (1988). Structures of merremosides b and d, new antiserotonic resin-glycosides from the tuber of *Merremia mammosa*, an Indonesian folk medicine. Chem. Pharm. Bull. 36(4) 618-1621.

Kitagawa, I. Shibuya, H., Yokokawa, Y., Baek, N., Ohashi, K., Yoshikawa, M., Nitta, A. & Kawashima, K. (1996). Indonesian medicinal plants. XV. Chemical structures of five new resin-glycosides, merremosides a, b, c, d, and e, from the tuber of *Merremia mammosa* Convolvulaceae). Chem. Pharm Bull. 44(9) 1680-1692.



Kitagawa, I. Shibuya, H., Yokokawa, Y., Baek, N., Ohashi, K., Yoshikawa, M. & Shibuya, H. (1996). Indonesian medicinal plants. XVI. Chemical structures of four new resin-glycosides, merremosides f, g, h<sub>1</sub>, and h<sub>2</sub>, from the tuber of *Merremia mammosa* (Convolvulaceae). Chem. Pharm. Bull. **44**(9) 1693-1699.

Kitagawa, I., Shibuya, H., Baek, N., Ohashi, K., Yoshikawa, M. & Sakagami, M. (1989). Mammosides B and H1, new ionophoric resin-glycosides from the tuber of *Merremia mammosa*, an Indonesian folk medicine. Chem. Pharm. Bull. **37**(4) 1131-1133.

Kvist, J., Olsen, O., Haastrup, L. and Sorensen, H. (1984). 2-O-(p-coumaroyl)-L-malate, 2-O-furuloyl-L-malate in *Raphanus sativus*. Phytochemistry. **23**(8), 1741-1743.

Liptak, A., Chari, M. V., Kreil, B. & Wagner, H. (1978). Structure proof of muricatin B: 11-Hidroxy hexadecanoic acid dirhamnoside. Phytochemistry. **17**, 997-999.

Martinez, M. M. (1959). Las plantas medicinales de México. 4<sup>a</sup> ed. Ediciones Botas. México, D.F. 284 p.

Martinez, V., Barbera, O., Sánchez-Parareda, J. & Marco A. (1987). Phenolic and acetylenic metabolites from *Artemisia assoana*. Phytochemistry. **26**(9), 2619-2624.

McDonald A. (1993). Flora de Veracruz. Convolvulaceae I. Fascículo 73. Instituto de Ecología, A.C., Xalapa, Ver. México. 505-516.

Mirsa, A. L. & Tewari, J. D. (1953). Chemical examination of *Ipomoea muricata* seeds. Part IV. Journal Indian Chem. Soc. **30**(6), 391-397.

Murari, M., Mallik, U. & Mallik., A. (1991). A chromenoflavanone and two caffeic esters from *Pongamia glabra*. Phytochemistry. **30**(11), 3834-3836.

- Nahrstedt, A., Abdel, E. & El-Salabini, S. (1990). Amygdalin acyl derivatives, cyanogenic glycosides from the seeds of *Merremia dissecta*. Phytochemistry. **29**(4), 1179-1181.
- Nahrstedt, A., Skjottgaard, P. & Wray, V. (1989). Prunasin-6'-malonate, a cyanogenic glucosides from *Merremia dissecta*. Phytochemistry. **28**(2), 623-624.
- Noda, N., Kobayashi, H., Miyahara, K. & Kawasaki, R. (1988). Resin glycosides. II. Identification and characterization of the component organic and glycosidic acids of the crude resin glycoside from the seeds of *Ipomoea muricata*. Chem. Pharm. Bull. **36**(2), 627-633.
- Noda, N., Kobayashi, H., Miyahara, K. & Kawasaki, R. (1988a). Resin glycosides. III. Isolation and structural study of the genuine resin glycosides, Muricatins I-VI, from the seeds of *Ipomoea muricata*. Chem. Pharm. Bull. **36**(3), 920-929.
- Noda, N., Kogetsu, H., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1990). Scammonins I and II, the resin glycosides of *Radix scammoniae* from *Convolvulus scammonia*. Phytochemistry. **29**(11), 3565-3569.
- Noda, N., Kogetsu, H., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1992). Scammonins VII and VIII, two resin glycosides from *Convolvulus scammonia*. Phytochemistry. **31**(8), 2761-2766.
- Noda, N., Nishi, M., Miyahara, K. & Kawasaki, R. (1988b). Resin glycosides. IV. Two new resin glycosides, Muricatins VII and VIII, from the seeds of *Ipomoea muricata*. Chem. Pharm. Bull. **36**(5), 1707-1713.
- Noda, N., Ono, M., Miyahara, K., Kawasaki, T. & Okabe, M. (1987). Resin glycosides I. Isolation and structure elucidation of orizabin-I, II, III and IV, genuine resin glycosides from the root of *Ipomoea orizabensis*. Tetrahedron. **43**(17), 3889-3902.

Noda, N., Tsuji, K., Kawasaki, T., Miyahara, K., Hanazono, H. & Yang, C. (1995). A novel resin glycoside, merremmin (tuguajalapin X dimer), from *Merremia hungaiensis*. Chem. Pharm. Bull. **43** (6), 1061-1063.

Noda, N., Tsuji, K., Miyahara, K. & Yang, C. (1994). Resin glycosides. XXI. Tuguajalapins I-X, the resin glycosides having long-chain fatty acid groups from the root of *Merremia hungaiensis*. Chem. Pharm. Bull. **42**(10), 2011-2016.

Ogunkoya, L., Olubajo, O. and Sondha, D. (1973). Simiarenone from *Trema orientalis*. Phytochemistry. **12**, 732-733.

Ono, M., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1989). Resin glycosides. V. Identification and characterization of the component organic and glycosidic acids of the ether-soluble crude resin glycosides ("jalapin") from rhizoma Jalapae Braziliensis (roots of *Ipomoea operculata*). Chem. Pharm. Bull. **37**(12), 3209-3213.

Ono, M., Kawasaki, T., Fukunaga, T. & Miyahara, K. (1990). Resin glycosides. VIII. Four new glycosidic acids, operculinic acids D, E, F, and G, of the ether-soluble crude resin glycosides ("jalapin") from rhizoma Jalapae Braziliensis (roots of *Ipomoea operculata*). Chem. Pharm. Bull. **38**(10), 2650-2655.

Ono, M., Kawasaki, T., Kogetsu, H. & Miyahara, K. (1990). Scammonins I and II, the resin glycosides of radix scammoniae from *Convolvulus scammonia*. Phytochemistry. **29**(11), 3565-3569.

Ono, M., Kawasaki, T., Kogetsu, H. & Miyahara, K. (1991). Scammonins III-IV, resin glycosides of *Convolvulus scammonia*. Phytochemistry. **30**(10), 957-963.

Ono, M., Kawasaki, T., Kogetsu, H. & Miyahara, K. (1992). Scammonins VII and VIII, two resin glycosides from *Convolvulus scammonia*. Phytochemistry. **31**(8), 2761-2766.

- Ono, M., Nakagawa, K., Kawasaki, T. & Miyahara, K. (1993). Resin glycosides. XIX. Woodrosin I and II, ether-insoluble resin glycosides from the stems of *Ipomoea tuberosa*. Chem. Pharm. Bull. **41**(11), 1925-1932.
- Pedraza, R. A. (1982). La raíz de Jalapa. INIREB informa. Comunicado No. 54 sobre recursos bióticos potenciales del país. México.
- Pereda-Miranda, R. & Mata, R. (1993). Tricolorin A, major phyto-growth inhibitor from *Ipomoea tricolor*. Journal of Natural Products. **56**(4), 571-582.
- Pérez-Amador, C., García, F., Herrán, J. & Flores, S. (1964). Structure of turbycoryn, a new glucoside from *Turbina corymbosa*. Tetrahedron. **20**, 2999-3009.
- Pérez-Amador, C., García A., Varela, G. & García, F. (1988). Perfiles cromatográficos de semillas de algunas especies de Convolvulaceas. II. Análisis de tres esocues de *Merremia*. OYTON. **48**, 97-99.
- Pérez-Amador, C., González, E. A., Márquez, J., Bailin, J., García, F. & Collera, O. (1980). Perfiles cromatográficos de semillas de algunas especies de Convolvulaceas. OYTON. **39**, 85-94.
- Pérez Díaz, A. (1995). Aislamiento mediante HPLC de las tricolorinas A y B, constituyentes mayoritarios de la resina de *Ipomoea tricolor* (Convolvulácea). Tesis, Fac. Química, UNAM. México. 150 pp.
- Pouchert, J. & Behnke, J. (1993). Library of <sup>13</sup>C and <sup>1</sup>H FT NMR Spectra. Edition I. Aldrich Chemical Company, E.U.A. p. 569 y 1684.
- Power, F. & Rogerson, H. (1910). Chemical examination of the root of *Ipomoea orizabensis*. Journal of the Chemical Society. Transactions. **101**, 1-26.

- Shellard, E. J. (1961a). The chemistry of some convolvulaceous resins Part II. Brazilian Jalap. Planta Medica. **9**, 141-145.
- Shellard, E. J. (1961b). The chemistry of some convolvulaceous resins Part III. Tampico, ipomoea and scammony resin. Planta Medica. **9**, 146-152.
- Tanaka, R., Matsunaga, S. & Ishida, T. (1989). Four novel 3,4-seco-triterpenoids, espinendiols A y B, espinenoxide and trisnor-isoespinenoxide from *Euphorbia supina*. Tetrahedron Letters. **30**(13), 1661-1664.
- Valencia O. (1995). Fundamentos de Fitoquímica. Ed. Trillas. México, 235 p.
- Velasco, I. (1885). Purgantes del reino vegetal. La Naturaleza. **7**(14), 127-152.
- Vigar Uddin Ahnad and Atta-ur-Rahman. (1994). Hanbook of Natural Products Data. Pentacyclic triterpenoids. **2**. Elsevier the Netherland. 1336-1393.
- Votocék, E. & Valentin, F. (1929). Sur le troisiéme composant sucré de la scammonine. Collection of Czechoslovak Chem. Com. **1**, 606-609.
- Wagner, H. & Kasmaier, P. (1971). Struktur der operculinsaure (rhamnoconvolvulinsaure) aus *Ipomoea operculata martin*. Tetrahedron Letters. **35**, 3233-3236.
- Wagner, H. & Kasmaier, P. (1977). Struktur der operculinsaure aus dem harz von *Ipomoea operculata*. Phytochemistry. **16**, 711-714.
- Wallis, J. & Churchill, A. (1960). Chapter XVI. Resins, gum-resins, oleo-resins. London, 4<sup>th</sup> ed. Great Britain. 479-507 p.
- Warren, L. E. (1929). The assay of jalap. J. Assoc. Official Agr. Chem. **12**, 324-332.

Warren, L. E. (1930). The assay of ipomoea. J. Assoc. Official Agr. Chem. **13**, 377-383.

Weigl, R. & Eich, E. (1992). Merresectines: novel tropane alkaloids from *Merremia dissecta* roots. Planta Medica. **58**, 705-706.

Wenkert, E., Baddeley, G., Burfitt, I. & Moreno, L. (1978). Org. Magnetic Resonance. **11**(7), 337-346.