

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS BIOLÓGICAS

DIVISION ESTUDIOS POSTGRADO



"AISLAMIENTO E IDENTIFICACION DE METABOLITOS
SECUNDARIOS DE Kallstroemia hirsutissima Vall.; K.
parviflora Nort.; K. californica (Wats) Vall.
(ZYGOPHYLLACEAE) DEL ESTADO DE NUEVO LEON".

TESIS

QUE PRESENTA COMO REQUISITO PARA OPTAR
LA MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD EN
QUIMICA DE PRODUCTOS NATURALES.

PRESENTA

SALOMON MARTINEZ LOZANO

MONTERREY, N. L.

ENERO DE 1991

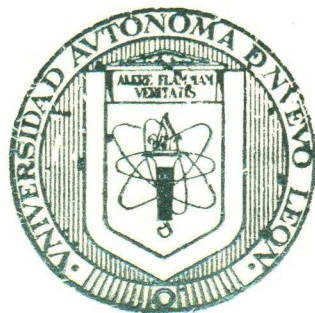


1020091631

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS BIOLÓGICAS

DIVISION ESTUDIOS POSTGRADO



**“AISLAMIENTO E IDENTIFICACION DE METABOLITOS
SECUNDARIOS DE Kallstroemia hirsutissima Vail.; K.
parviflora Nort.; K. californica (Wats) Vail.
(ZYGOPHYLLACEAE) DEL ESTADO DE NUEVO LEON”.**

TESIS

**QUE PRESENTA COMO REQUISITO PARA OPTAR
LA MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD EN
QUIMICA DE PRODUCTOS NATURALES.**

PRESENTA

SALOMON MARTINEZ LOZANO

MONTERREY, N. L.

ENERO DE 1991

TM
25320
FCB
1991
M3
Ej. 2



FONDO TESIS

62924

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
FACULTAD DE CIENCIAS BIOLÓGICAS
DIVISION ESTUDIOS POSTGRADO

"AISLAMIENTO E IDENTIFICACION DE METABOLITOS SECUNDARIOS
DE Kallstroemia hirsutissima Vail.; K. parviflora Nort.;
K. californica (Wats)Vail. (ZYGOPHYLLACEAE) DEL ESTADO
DE NUEVO LEON."

T E S I S

QUE PRESENTA COMO REQUISITO PARA OPTAR LA MAESTRIA EN -
CIENCIAS CON ESPECIALIDAD EN QUIMICA DE PRODUCTOS NATU-
RALES.

SALOMON MARTINEZ LOZANO

COMISION DE TESIS

PRESIDENTE:

Dr. Juli Verde Star
DRA. JULIA VERDE STAR

SECRETARIO:

R. Maiti
Ph. D, D. RATIKANTA MAITI

VOCAL:

Leticia Villarreal Rivera
M.C. LETICIA VILLARREAL RIVERA

MONTERREY, N. L.

ENERO DE 1991

"AISLAMIENTO E IDENTIFICACION DE METABOLITOS SECUN
DARIOS DE Kallstroemia hirsutissima Vail; K. ---
parviflora North.; K. californica (Wats) Vail. --
(ZYGOPHYLLACEAE) DEL ESTADO DE NUEVO LEON."

INDICE

RESUMEN	
INTRODUCCION	1 1
IMPORTANCIA	2
OBJETIVOS	4
HIPOTESIS DE TRABAJO	5
ANTECEDENTES	6
MATERIAL Y METODOS	10
DESCRIPCION DE LA FAMILIA ZYGOPHYLLACEAE	28
DESCRIPCION DEL GENERO <u>Kallstroemia</u>	30
DESCRIPCION DE LAS PLANTAS	31
PARTE EXPERIMENTAL Y RESULTADOS	34
DISCUSION	52
RECOMENDACIONES	53
CONCLUSIONES.	54
BIBLIOGRAFIA	55
ABREVIATURAS	59
ESPECTROS	72-67

AGRADECIMIENTOS

A la Dra. Julia Verde Star, por sus consejos y valiosa -
dirección del presente trabajo; al Dr. Ratikanta Maiti M.
y a la M.C. Leticia Villarreal Rivera por sus sugerencias
y la revisión de este escrito.

A los Biól. Jose Luis Gutierrez Lobatos y Marcela Gonzá
lez de Vargas, por haber dedicado parte de su tiempo a -
la identificación del material botánico.

A la Q.B.P. Delia Treviño de Cárdenas y a los Biól. Oscar
Guajardo Ríos y Adriana Legorreta M. por su ayuda en la -
colecta de las plantas.

A la M.C. Mayra Covarrubias por las facilidades brindadas
para la realización de este escrito.

Al Q.B.P. Juan Antonio Rodríguez Arzave por haber facili-
tado el Laboratorio de Bioquímica para llevar a cabo la -
parte experimental.

A la M.C. Azucena Oranday y M.C. Catalina Rivas por sus -
orientaciones y consejos.

A la Señora Lydia Bermudes de Luna por facilitar el mate-
rial de cristalería para el desarrollo de esta Tesis.

Al Señor Roberto Mendez Silva por su ayuda en la copia de
las manchas cromatográficas.

Al Biól. Alejandro Ledezma por su valiosa ayuda en la de-
terminación de los puntos de fusión.

A los Biól. Ana Luisa Dávila, Teresa González Rivera, --
Sergio Moreno Limón y María Teresa Arizpe Leal por haber
colaborado tan gentilmente en la mecanografía del presen-
te escrito.

A TODOS INFINITAS GRACIAS.

R E S U M E N

Las especies estudiadas fueron Kallstroemia parviflora, K. hirsutissima y K. californica, son importantes como fuente de hormonas, diuréticos, laxantes y otros compuestos de uso medicinal. El presente trabajo tiene como objetivo determinar las estructuras de los metabolitos encontrados, establecer una relación taxonómica entre los mismos y su fuente de obtención para lograr un mejor aprovechamiento de esta flora. De los resultados obtenidos cabe destacar que las 3 especies estudiadas contienen diosgenina en porcentaje que varía de .02 % a .05%. Reportada también en otras especies de Zygothylaceae. Por lo que se concluye que las taxa utilizada para este estudio son nuevas fuentes de obtención de dicho compuesto.

Las plantas son para el hombre de vital importancia, ya que de ellas se obtiene alimento, vestido y salud. De ahí, que sea imprescindible conocer el potencial de la flora mexicana, a fin de optimizar un mejor aprovechamiento de este recurso natural.

Es importante analizar su contenido químico y en base a lo que se obtenga utilizar sus compuestos en la fabricación de sedantes, analgésicos, hormonas, etc. , y así evitar importaciones que harían dependiente al país de éstos productos, implicando una fuga de divisas. Tomando en cuenta que las plantas que integran la Familia Zygophyllaceae son productoras de metabolitos de gran importancia se seleccionaron las plantas Kallstroemia parviflora North. K. hirsutissima Vail y K. californica (Wats) Vail , para su estudio químico ya que no están reportadas en la literatura y es factible encontrar compuestos que han sido reportados para otras especies de la Familia Zygophyllaceae.

I M P O R T A N C I A

Las Zigofiláceas son un grupo de plantas que reúnen - alrededor de 25 a 30 generos en 250 especies; éstas - plantas han sido poco estudiadas a pesar de su importan- cia industrial, ya que su madera es de las más densas y duras, como la Guayacum officinale. Esta especie y otras del género de Zygophyllum, Tribulus y Larrea, son culti- vadas para ornato, principalmente en regiones cálidas.

En Colombia, es utilizada la infusión de Kallstroemia - maxima, como diurético y laxante. En Venezuela, se hacen cataplasmas de la planta y se aplica en abscesos y tumo- res. La infusión de cocción de la planta, se utilizó en el pasado como remedio para la parálisis, tétano y espas- mos; y se recomendaba su uso en baños calientes para los pacientes de esas afecciones.

Se han aislado también, alcaloides, agliconas, glucosiflo- noides, esteroles, sapogeninas, lignanos, etc.

Debido a lo anterior, es importante considerar para las plantas, a estudiar lo siguiente:

- a) Conocer el contenido de metabolitos secundarios de las plantas mexicanas a estudiar.
- b) La utilización de éstos metabolitos en la fabri- cación de sedantes, analgésicos, midriáticos, - estimulantes, laxantes, eméticos, astringentes, hormonas, jabones y cura contra el cáncer.

- c) Evitar la importación de algunos de estos productos.
- d) Aprovechar el género Kallstroemia como un recurso natural.

O B J E T I V O S

- a) *Determinar las estructuras de los metabolitos secundarios presentes en las especies seleccionadas, mediante técnicas espectrofotométricas y pruebas químicas.*

- b) *Establecer una relación quimiótaxonómica entre los metabolitos secundarios y su fuente de obtención a nivel de familia y género.*

- c) *Lograr un mejor aprovechamiento de las especies seleccionadas.*

- d) *Proporcionar nuevas opciones de materias primas, para la Industria Química y Farmacéutica.*

HIPOTESIS DE TRABAJO

Encontrar compuestos químicos de importancia económica que han sido reportados para otras especies del género Kallstroemia y se espera determinarlos en las plantas a estudiar para su mejor utilización.

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

Los estudios fitoquímicos reportados para la familia -
Zygophyllaceae se reducen a los siguientes:

Lawrence, en 1951, reporta que Tribulus y Larrea son cultivadas domésticamente para ornato, principalmente en regiones cálidas.

Hegnauer, en 1964, menciona los esteroides, sitosterol estigmasterol y campesterol, también citados por Domínguez en 1973. para T. Terrestris y T. alatus.

Jameson, y Reid en 1969, reportaron a los alcaloides, Harmano, Harmina y Harmol, en los géneros -- Guaiacum, Fagonia, Tribulus y Zygophyllum.

Corell y Johnston, en 1970, reportan el aislamiento de diosgenina de una nueva fuente de Kallstroemia pubescens.

Domínguez en 1973 determinó en T. terrestris y T. alatus la presencia de los siguientes esteroides: Sitosterol, Estigmasterol y Campesterol, utilizando para su determinación principalmente métodos espectrofotométricos.

Dawidar y Fayer en 1974, mencionan las agliconas Kaempferol, Kaempferol 3-7 dimetil eter, Quercitina y Quercitina 3,7,3-4, tetrametil eter en los géneros; Larrea y Tribulus, los siguientes glucosiflavonoides Isorhamnetina-3-0 Rhamnoglucosa rutina. Marcetin3, 5 dimetil eter, 3-0 Rhamnoglucosa, Uicenina 2. Para Fagonia crectica, reportan los azúcares: -- D-arabinosa, D-glucosa y D-xilosa.

Danielson y Jawes, en 1975, encontraron la sapogenina Hecogenina en T. terrestris.

Chakravarti et.al., en 1976, aisló de K. pubens, cantidades apreciables de saponinas, donde encontraron como principal constituyente la diosgenina.

Mahaño y Chakravarti en 1978, aisló de T. terrestris (Zygophyllaceae) Diosgenina y otros constituyentes esteroidales como B-sitosterol, Estigmasterol y Neotigogenina.

Sharma, Narula y Varadarayan, en 1977, citan la presencia de diosgenina en T. terrestris y T. alatus. - Sharma, A.C. y Narula, J.L. en 1977 aislan de K. --- maxima, una nueva sapogenina, la 25-S-esperistat 4-en 3-12 diona para Fagonia creitua, reporta L. Rhamnosa.

Timmerman, B.N. y Valsei, A. 1979, reportan los siguientes lignanos:

- Acido Guayarético en Guaiacum officinale.

- Guayacina en G. sarctuna
- Acido Nordihidro Guayarético en Larrea cuciniifolia
L. nitida, L. divaricata, Porlieria hygroniterica,
G. officinale, Bulnesia sarmentii y G. sanctum.

Tombesi, en 1983, reporta Tigogenina en T. terrestris.

Martínez, en 1984, realizó un estudio fitoquímico de Kallstroemia maxima, colectada en el Municipio de -- Monterrey, N.L. y de la cual obtuvo KCl, esteroides, sapogeninas, no logrando aislar ningún compuesto puro y haciendo la determinación por métodos espectrofotométricos y RMN.

Santos, en 1986, realizó un estudio de K. grandiflora donde reporta, que encontró esteroides y sapogeninas determinados por medio de cromatografías y métodos - espectroscópicos.

Verde Star, en 1987, en su Tesis Doctoral, aisló de K. maxima, KCl, diosgenina y 2,5,8 espirostat en -3, 12 diona. Utilizando métodos físicos, químicos y espectrofotométricos.

DISTRIBUCION GEOGRAFICA

Las especies estudiadas fueron colectadas en las siguientes localidades:

Kallstroemia californica:

Villaldama, N.L.

Kallstroemia hirsutissima:

Monterrey, N.L., Lampazos, N.L.

Marin, N.L.

Kallstroemia parviflora:

Monterrey, N.L., Lampazos, N.L.

Marin, N.L.

MATERIAL Y METODOS

El material botánico, utilizado en este trabajo, fue colectado parte aérea, flores y frutos, así como su raíz, fueron deshidratados en una secadora botánica y posteriormente fueron triturados en un molino "Wiley", para luego, ser extraídos con un extractor tipo "Soxhlet" utilizando solventes de polaridad creciente: hexano y metanol, por períodos sucesivos de 7 días, cada vez hasta agotar los solventes.

Los extractos fueron concentrados en un rotavapor, aplicando bajas temperaturas y a presión reducida. (Diagramas 1, 2, 3, 4, 5, 6).

Los principios activos fueron aislados por técnicas de separación, como son; cristalización, cromatografía en capa delgada, cromatografía en columna líquido flash y cromatografía en capa delgada preparativa. (25)

CRISTALIZACION:

Se puede llevar a cabo con varios disolventes o mezclas de ellos, observando las reglas siguientes:

- 1.- Que disuelva los compuestos a altas temperaturas y en forma rápida.
- 2.- Las impurezas deben solubilizarse en frío más que el compuesto (soluto).
- 3.- Que el soluto sea muy poco soluble en el disolvente a

baja temperatura.

- 4.- Que sea volátil, para que se elimine de los cristales.
- 5.- Que no reaccione con el soluto.

MÉTODOS CROMATOGRAFICOS:

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA. (25)

Es utilizada para separar y purificar principios activos. Este tipo de cromatografía se desarrolla en dos fases: - una estacionaria y otra móvil. Para la fase estacionaria se usan de vidrio de las siguientes medidas:

- 1.- 10 cm. de alto por 2.5. de ancho.
- 2.- 10 cm. de alto por 5 cm. de ancho
- 3.- 10 cm. de alto por 10 cm. de ancho.
- 4.- 20 cm. de alto por 20 cm. de ancho.

La pasta de gel de sílica "G", se prepara mezclando 30 gr. en 60 ml. de agua destilada, después de agitar la mezcla rápidamente, se aplica sobre la placa de vidrio con un aparato Desaga-Heidelberg, luego son secados a 100°C en la estufa por una o dos horas.

FASE MOVIL:

Los eluentes que fueron utilizados, son de polaridades diferentes: hexano, benceno, cloruro de metileno, acetona, metanol y agua; se trabajó con mezclas de ellos en diferentes proporciones.

AGENTES CROMOGENICOS:

Son utilizados para revelar los cromatogramas y localizar los componentes que no se aprecian a simple vista.

Para este estudio, se utilizaron los siguientes agentes cromogénicos:

- 1.- Luz ultravioleta.
- 2.- Solución de Cloruro de Cobalto (2 gr. de Cloruro de Cobalto en 100 ml. de solución acuosa de Acido Sulfúrico al 10%).
- 3.- Reactivo de Dragendorff modificado.

Los agentes cromogénicos se aplican con un aspersor y en ocasiones se calienta la placa entre 100 y 125 ° C para el revelado.

CROMATOGRAFIA EN COLUMNA LIQUIDO FLASH:

Se usa para separar componentes de una mezcla y también consta de dos fases, una móvil y otra estacionaria.

Consiste en una columna de vidrio de dimensión apropiada para la cantidad de muestra y como absorbente; se utilizó Gel de Sílica de malla 60. como base móvil; se utilizaron disolventes de creciente polaridad y mezclas de ellos, se aplica a la columna Nitrógeno a presión, para efectuar una rápida separación.

CROMATOGRAFIA DE CAPA DELGADA PREPARATIVA:

Esta técnica es similar a la CCD, solo que aquí se incrementa el grosor del Gel de Sílice a 5 mm. y las dimensiou

nes que más se utilizan son las de 20 x 20.

METODOS FISICOS

PUNTO DE FUSION:

Se utilizó un aparato Electrothermal, serie IA9100 Digital Melting Point, para la determinación en capilar cerrado.

METODOS ESPECTROSCOPICOS

a) Espectroscopía ultravioleta, Se empleó un espectrofotómetro L-Perkin-Elmer.

b) Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear

Se utilizó un espectrómetro Varian. Como referencia interna, se utilizó tetrametilsilano; y como disolventes; acetona deuterada, piridina, tetracloruro de carbono y cloroformo.

c) Espectroscopía Infrarroja. Los espectros se determinan en un Perkin-Elmer. Las muestras se combinaron con KBr para hacer las pastillas a presión.

ROTACION OPTICA:

Se determinaron en un polarímetro Perkin-Elmer.

METODOS QUIMICOS

IGNICION:

Con ésta prueba, podemos distinguir un compuesto orgánico; se coloca una pequeña cantidad en una espátula, llevandola directamente a la flama; si arde el compuesto y no deja ce

nizas, es orgánico. (25)

PRUEBA DE LA FLAMA:

Se coloca una porción pequeña de la muestra en una asa de platino y se pone a la flama; observando el color de la flama a través de un vidrio de cobalto. Si se presenta un color violeta, indica la presencia de potasio. (25)

INSATURACIONES:

Prueba de Baeyer. Se prepara una solución de KMnO_4 al 2% en agua. Se disuelven 0.2 gr. de la muestra en agua, acetona o alcohol etílico y se agrega gota a gota la solución de permanganato. La prueba es positiva, si hay decoloración de más de tres gotas del reactivo. (25)

Prueba de Tetranitrometano: se disuelve 0.1 mg. de muestra en 0.1 ml. de cloroformo y se agregan 0.2 ml. de tetranitrometano en cloroformo. Se observa la intensidad y rapidéz con que aparece la coloración amarilla. La prueba es positiva para dobles enlaces no terminales. (25).

Prueba de Bromo: Se disuelven 0.2 mg. de muestra en 1 ml. de tetracloruro de carbono y se agrega gota a gota a una solución de bromo en tetracloruro de carbono al 2%. La prueba se considera positiva para dobles enlaces, si la solución de bromo se decolora en 1 minuto. (25)

GRUPO CARBONILO:

Prueba de la 2,4-dinitrofenilhidracina: De 1 a 10 mg. - de la muestra, se disuelven en etanol; se le anaden unas gotas de una solución saturada de 2,4-dinitrofenilhidracina en ácido clorhídrico 6N; la formación de un precipitado amarillo o naranja, indica la presencia del grupo carbonilo, (25).

HIDROXILOS FENOLICOS:

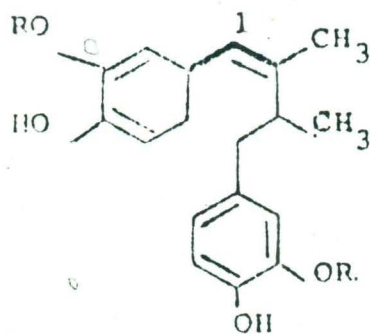
Prueba de Cloruro Férrico: se disuelve una pequeña cantidad de muestra en etanol y se añade una gota de solución de cloruro férrico en agua (2.5%). La aparición de una coloración o precipitado rojo, azul, violeta o verde, se considera positiva. En algunos casos, es necesario utilizar una solución no-acuosa de cloruro férrico a la que se añade una base débil, por ejemplo, el sistema cloroformo-piridina, para hacer más sensible la determinación. (25)

ESTEROIDES Y TRITERPENOS:

Prueba de Liebermann-Buchard: La muestra disuelta en cloroformo, se trata con unas gotas de reactivo, el cual se prepara agregando una gota de ácido sulfúrico a una mezcla, de 1 ml. de cloroformo y 1 ml. de anhídrido acético. La presencia de triterpenos y esteroides se confirma, si hay aparición de color, que va desde azul, verde, rojo, rosa, lila, hasta morado. Se observa el desarrollo de color al mezclar y a los 1, 5, 10 y 60 minutos. (25).

LIGNANOS AISLADOS DE LA SUBFAMILIA ZYGOPHYLLOIDEA (25)

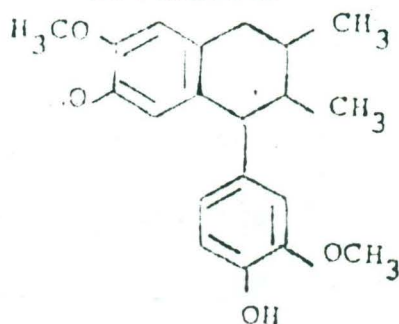
Estructura



Acido Guayarético

Guaiacum officinale L.Guaiacum sanctum L.

Estructura



Acido Nordhidroguayérico

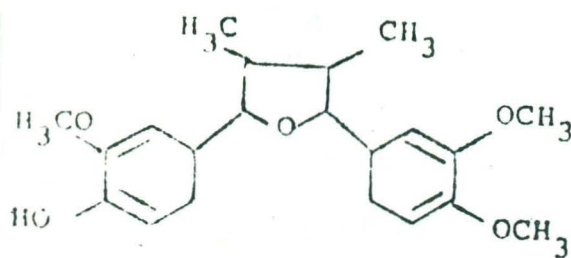
Larrea cuneifolia Cav.Larrea nitida Cav.

Guayacina

Guaiacum officinale L.

Guaiacum sanctum L.

Estructura



Furoguayacina

Larrea divaricata Cav.

Porlieria higoneterica Ruiz & Pavon.

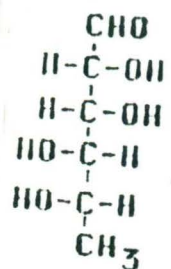
Guaiacum officinale L.

Bulnesia sarmienti Lorentz.

Guaiacum sanctum L.

AZUCARES AISLADOS DE LA SUBFAMILIA ZYGOPHYLLOIDEA (25)

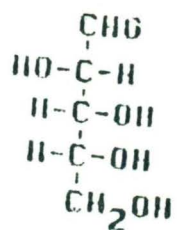
Estructura



L-rhamnosa

Fagonia creitica Linn.

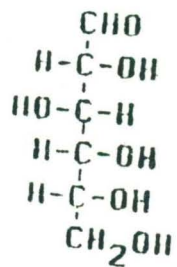
Estructura



D-arabinosa

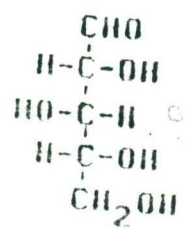
Fagonia creitica Linn.

Estructura



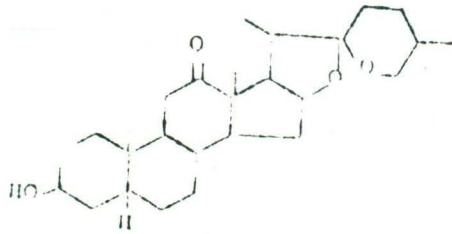
D-glucosa

Fagonia creitica Linn.

Estructura*D-xilosa**Fagonia creitica* Linn.

SAPOGENINAS AISLADAS DE LA SUBFAMILIA ZYGOPHYLLOIDEA (25)

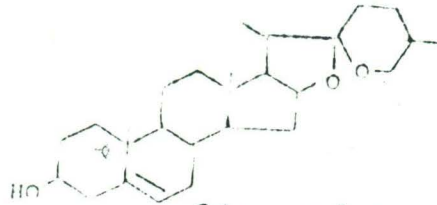
Estructura



Hecogenina

Tribulus terrestris L.

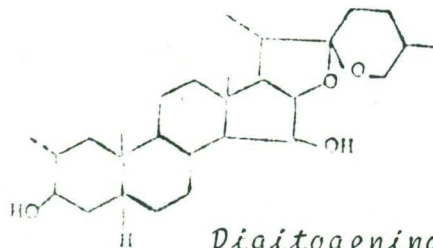
Estructura



Diosgenina

Tribulus terrestris L.Tribulus alatus

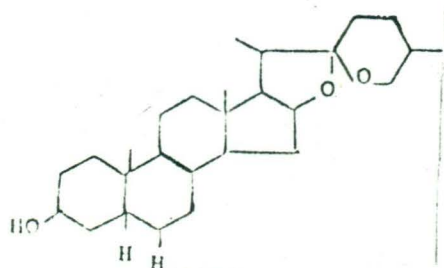
Estructura



Digitogenina

Tribulus terrestris L.

Estructura



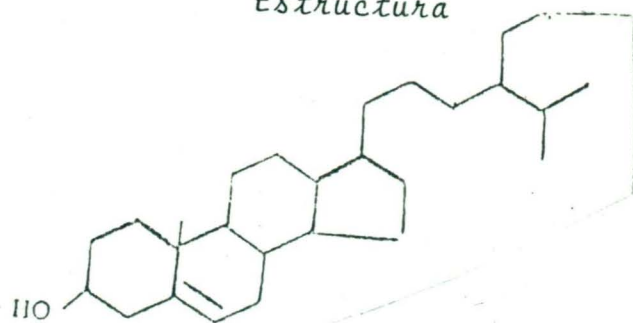
Tigogenina

(5,25 S)

Tribulus terrestris L.

ESTEROIDES AISLADOS DE LA SUBFAMILIA ZYGOPHYLLOIDEA (25)

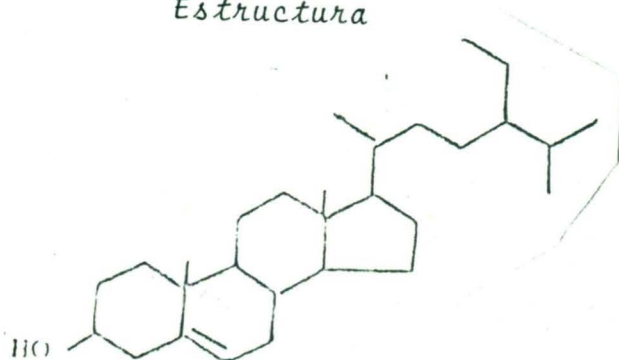
Estructura



B-sitosterol

Tribulus terrestris L.

Estructura



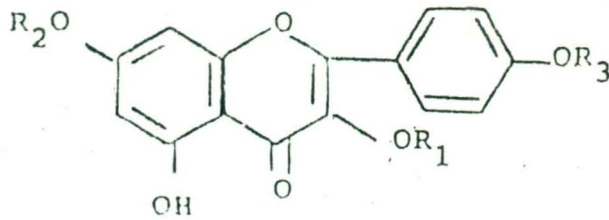
Stigmasterol

Tribulus terrestris L.

Tribulus alatus

AGLICONAS AISLADAS DE LA SUBFAMILIA ZYGOPHYLLOIDEA (25)

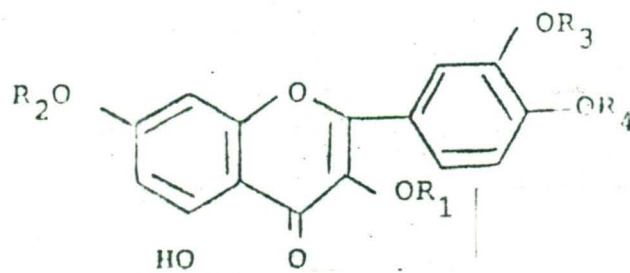
Estructura



Kaempferol

Larrea nitida Cav.Larrea tridentata (DC.) Cov.Larrea divaricata Cav.Tribulus terrestris L.

Kaempferol-3,7

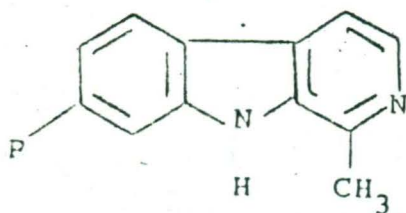


Quercitina

Larrea nitida Cav.Larrea tridentata (DC.) Cov.Larrea divaricata Cav.Tribulus terrestris L.

ALCALOIDES AISLADOS DE LA SUBFAMILIA ZYGOPHYLLOIDEA (25)

Estructura

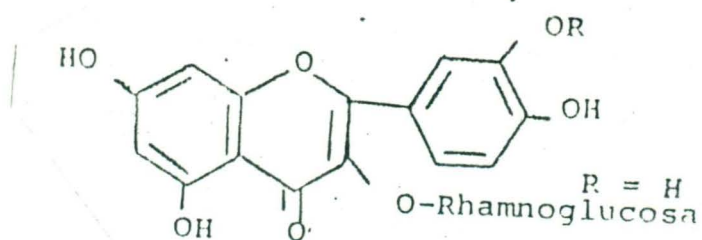


Harmina

- Guaiacum officinale L.
Tribulus terrestris L.
Zygophyllum fabago Linn.

GLUCOSIFLAVONOIDES AISLADOS DE LA SUBFAMILIA ZYGOPHYLLOIDEA (25)

Estructura



Isorhamnetin-3-O-rhamno-glucosa

Larrea cuneifolia Cav.

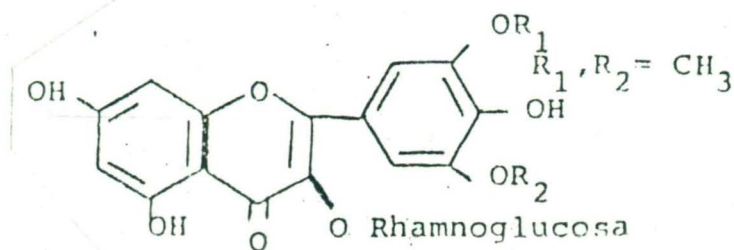
Rutina

Larrea divaricata Cav.

Larrea nitida Cav.

Tribulus terrestris L.

Estructura

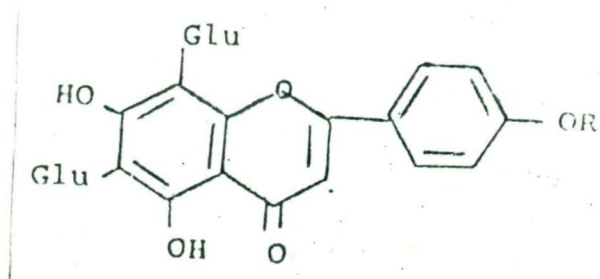


Miricetin-3,5 dimetil eter

3-O-rhamnoglucosa

Larrea cuneifolia Cav.

Estructura

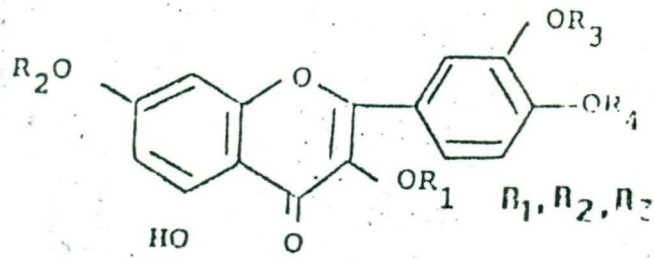


Vicenina 2

Larrea cuneifolia Cav.

Larrea divaricata Cav.

Estructura



Quercitina-3,7,3', 4',
tetrametileter.

Larrea nitida Cav.

Larrea tridentata (DC.) Cov.

Larrea divaricata Cav.

DESCRIPCIÓN DE LA FAMILIA ZYGOPHYLLACEAE (4)

Hierbas postradas, anuales o perenes, arbustos, algunas veces o raramente árboles pequeños; ramaje difuso, curvo a nodos; estípulas presentes, hojas opuestas o raramente conjuntadas en fascículos, en nodos o alternados, pinnadas y a veces compuestas o raramente irregularmente pinnatifidas; folíolos, usualmente opuestos y pareados, enteros; flores perfectas, regulares por lo común, de 5 miembros, pseudoauxiliariamente; pedúnculos solitarios o raramente agrupados; 4 ó 5 sépalos, libres, a veces diferentes, sobrepuestos en botón, persistentes o deciduos; 4 ó 5 pétalos, libres, iguales, distribuidos, sobrepuestos, envueltos o convulsionados en botones; los filamentos (12 a 15), usualmente en dos verticilos; filamentos libres o en verticilos exteriores unidos basalmente a los pétalos, algunas veces hendidos basalmente o con un apéndice basal; disco usualmente conspicuo; gineceo de 2 a 5 carpelos unidos; ovario superior, 2 a 5 ó 10 lóbulos y lóculos; placentación axial; estilo usualmente persistente a formar un pico sobre el ápice frutal; varias semillas por lóculo.

La familia Zygophyllaceae, se divide en 5 a 7 subfamilias, compuestas de unos 25 a 30 géneros divididos en 250 especies.

Subfamilias

Peganooides

Morkillioidea

Tetradiclidoidea

Augeoidea

Zygophylloidea

Nitrarioidea

Balantiloidea

Dentro de la subfamilia Zygophylloidea se encuentran los siguientes géneros

Bulnesia

Fagonia

Guaicum

Kallstroemia

Larrea

Tribulus

Prolieria

Zygophyllum

DESCRIPCION DEL GENERO (4)

El género *Kallstroemia* está formado por hierbas postradas o inclinadas, con ramas difusas ascendentes, anual o perenne; tallo pubescente o liso, extendido radialmente desde la raíz central; hojas opuestas, pinnadas, ovaladas a elípticas, algunas diferentes; flores solitarias; 5 sépalos, subulados a ovalados, pubescentes, sobrepuestos en botón. persistente, 5 pétalos, anaranjados o amarillos (raramente blancos), ovalados; ápice redondeado a ligeramente cortados, enrollado en botón, marcescente; 10 estambres de pétalos opuestos y adheridos basalmente, ovarios globular u ovoide; 10 lóbulos y lóculos, pubescentes a lisos; 1 óvulo por lóculo; pistilo formando un persistente pico sobre el ápice -- frutal; 10 lóbulos pubescentes a lisos, al madurar, se separan en 10 semillas indehiscentes de mericarpios -- no ramificados.

El género *Kallstroemia*, está compuesto aproximadamente de 17 especies, localizadas en las áreas áridas y tropicales secas. Las especies usualmente son encontradas en suelos aluviales, arenosos y accidentales.

DESCRIPCION DE LAS PLANTAS (4)

Kallstroemia parvifolia Nort.

(Figura 1)

Plantas tendidas y reclinadas anuales; tallos serosos y velludos, llegando a ser desnudos, hasta de 1 m. de longitud; hojas elípticas de 1 a 6 cm. de longitud; pares de hojillas de 3 a 5, elípticas, oblongadas u ovales de 8 a 19mm. de longitud, por 3.5 a 9 mm. de ancho; los pedúnculos usualmente más largos que las hojas subtendidas; sépalos lanceolados, de 4 a 7 mm. de longitud, y de 1 a 2 mm. de ancho, persistentes; pétalos naranjas, ligeramente ovalados de 5 a 11 mm. de longitud y 3.5 a 6 mm. de ancho; frutos carnosos u ovados, de 3 a 7 mm. de ancho y de 3 a 6 mm. de largo; espolón cilíndrico más largo que el cuerpo de 4 a 9 mm. de largo; mericarpo rugoso o tuberculado de 3 a 4 mm. de alto y cerca de 1 mm. de ancho.

K. intermedia Rydb., es la más común de los géneros representativos en Texas, encontrándose en todas partes en el Este y Sureste de Texas. Las plantas altas hacia el Sur del llano del Río Grande de Abril a Noviembre; en abrevaderos N.M., Colo., Ariz. y S. Nev. al S.E. California, y en Tlax. y Md. hasta 111, Chihuahua, Coahuila, Nuevo León, Durango, Zacatecas, Aguascalientes, San Luis Potosí, Guanajuato e Hidalgo.

Kallstroemia hirsutissima Vail.

{Figura 2}

Plantas tendidas, anuales, formando una carpeta felpuda, tallo abundante, gris-seroso y velludo, de 15 a 70 cm. - de longitud; hojas ovaladas de 1 a 14 cm. de longitud, - hojas pequeñas de 3 a 4 pares, amplias elípticas; hasta, oblongas-ovaladas o ampliamente ovaladas; densamente velludas y conspicuamente ciliadas de 12 a 19 mm. de longitud y de 5 a 11 mm. de ancho; pedúnculos más cortos que las hojas subtendidas; sépalos de 2.5 a 4 mm. de longitud y cerca de 1 mm. de ancho persistentes; pétalos amarillos ovalados de 2 a 4 mm. de longitud y cerca de 1.5 mm. de ancho; fruto carnoso ampliamente ovoide de 4 a 5 mm. de alto y 6 a 8 mm. de ancho; espolón, ampliamente cónico; - con vellos blancos basales más cortos que el cuerpo de 1 a 4 mm. de longitud; mericarpios prominentemente tuberculados de cerca de 4 mm. de alto y 1 mm. de ancho.

Escasamente encontrándose a través del llano del Río Grande hasta Cameron Colorado, etc. Reportada como tóxica para el ganado.

Kallstroemia californica (Wats.) Vail.

(Figura 3).

Plantas tendidas y reclinadas, anuales; de tallos velludos, llegando a ser desnudos, de 10 a 15 cm. de longitud; hojas elípticas, de 1.5 a 6 cm. de longitud; hojas pequeñas en pares de 3 a 6, elípticas y ovales, - llegando a ser desnudas de 4 a 17 mm. de longitud y de 1.5 a 9 mm. de ancho; pedúnculos más cortos que las hojas subtendidas, sépalos lanceolados, de 2 a 4 mm. de longitud y de 1 a 1.5 mm. de ancho, usualmente deciduos; pétalos amarillos, ovalados de 4 a 6 mm. de longitud y de 2.5 a 3 mm. de ancho; fruto carnoso, de 3 a 5 mm. de ancho y de 4 mm. de alto; espolón cilíndrico, la base cónica más corta que el cuerpo, de 2 a 4 mm. de longitud. Mericarpo de cerca de 3 mm. de alto y 1 mm. de ancho con tubérculos romos de 1.5 mm. de longitud, incluyendo variedad brachystylis (Vail) Kearns & Peeb K. ---- brachystylis Vail encontrándose escasamente en el Estado de Nuevo León.

PARTE EXPERIMENTAL Y RESULTADOS

De las plantas estudiadas se procesaron las siguientes cantidades:

<u>Kallstroemia parviflora</u>	295 gr. de planta seca
<u>Kallstroemia hirsutissima</u>	229 gr. de planta seca
<u>Kallstroemia californica</u>	50 gr. de planta seca

Los extractos obtenidos de las plantas fueron concentrados en un rotavapor y pesados:

			Clave
<u>K. parviflora</u>	Extracto hexánico	4.8608	KpEH
	Extracto metanólico	24.7135	KpEM
<u>K. hirsutissima</u>	Extracto hexánico	5.7437	KhEH
	Extracto metanólico	38.5091	KhEM
<u>K. californica</u>	Extracto hexánico	2.8431	KcEH
	Extracto metanólico	13.2660	KcEM



A cada uno de los extractos se le corrió una cromatografía en capa delgada obteniendo los siguientes resultados.

EXTRACTO HEXANICO DE Kallstroemia californica

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA

ELUENTE: BENCENO: ACETONA 9:

REVELADA CON CoCl_2



Rf	Forma	Color
0.9285		Café claro
0.5		Amarillo

EXTRACTO HEXANICO DE Kallstroemia hirsutissima

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA

ELUENTE: BENCENO: ACETONA 9:

REVELADO CON CoCl_2

Rf	Forma	Color
0.75		Verdoso
0.928		Verdoso

EXTRACTO HEXANICO DE Kallstroemia parviflora

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA

ELUENTE: BENCENO: ACETONA 9:1

REVELADO CON CoCl_2



R _f	Forma	Color
0.9642		Café
0.375		Amarillo

EXTRACTO HEXANICO DE Kallstroemia californica

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA

ELUENTE: BENCENO: ACETONA 9:1










REVELADO CON L. U. V.

R _h	Forma	Color
0.928		Incoloro
0.75		Incoloro

EXTRACTO HEXANICO DE Kallstroemia hirsutissima

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO: ACETONA 9:1




REVELADO CON L.U.V.

RF	Forma	Color
0.964		Incoloro
0.928		Rosa
0.857		Rojizo
0.785		Naranja rojizo
0.714		Incoloro
0.428		Anaranjado
0.178		Incoloro
0.128		Incoloro
0.107		Naranja

EXTRACTO HEXANOICO DE Kallstroemia parvifolia

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO:ACETONA 9:1









REVELADA CON L. U. V.

R _f	Forma	Color
0.928		Incoloro
0.85		Rosa
0.67		Incoloro

EXTRACTO METANOLICO DE Kallstroemia californica

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO:ACETONA 9:1





REVELADA CON CoCl_2

R _f	Forma	Color
0.75		Café Oscuro
0.6875		Verde Oscuro
0.625		Gris
0.375		Violeta
0.3125		Verde
0.2812		Café Oscuro
0.1562		Café Claro
0.125		Gris

EXTRACTO METANOLICO DE Kallstroemia hirsutissima

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO:ACETONA 9:1







REVELADA CON CoCl_2

R _f	Forma	Color
0.75		Gris Oscuro
0.6875		Verde Pálido
0.3437		Gris Oscuro
0.25		Verde Pálido

EXTRACTO METANOLICO DE Kallstroemia parvifolia

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO:ACETONA 9:1









REVELADA CON CoCl_2

R _f	Forma	Color
0.75		Gris
0.6562		Negro Claro
0.375		Gris
0.3125		Verde Claro
0.25		Gris Oscuro
0.1562		Violeta

EXTRACTO METANOLICO DE Kallstroemia californica

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO:ACETONA 9:1




REVELADA CON L. U. V.

R _f	Forma	Color
0.7187		Café
0.6562		Amarillo
0.5625		Amarillo
0.4687		Violeta
0.375		Amarillo
0.3437		Amarillo
0.3125		Amarillo
0.1562		Café

EXTRACTO METANOLICO DE Kallstroemia hirsutissima

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO:ACETONA 9:1








REVELADA CON L. U. V.

R _f	Forma	Color
0.5		Incoloro
0.0937		Incoloro
0.0625		Incoloro

EXTRACTO METANOLICO DE Kallstroemia parviflora

CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA ELUENTE: BENCENO:ACETONA 9:1

REVELADA CON L. U. V.

R _f	Forma	Color
0.4062		Incoloro
0.3125		Incoloro
0.2187		Incoloro
0.1562		Café Oscuro
0.0625		Amarillo
0.625		Café
0.656		Café

Los extractos hexánicos se ponen a reflujar con 250 ml. de metanol (Diagramas 1, 2 y 3.) durante dos horas, - se deja enfriar y se separa por filtración obteniéndose un precipitado (1) y un filtrado (2). El precipitado -- (1) se lava con cloruro de metileno, se pesa y se guarda el filtrado (3).

(1) <u>K. parviflora</u>	.3036	P.F.	95°C	KpEHIMeOH
(1) <u>K. hirsutissima</u>	.1519	P.F.	260°C	KhEHIMeOH
(1) <u>K. californica</u>	.1505	P.F.	260°C	KcEHIMeOH

Dieron positivas las pruebas de cloruros y la de potasio a la flama y en la prueba de ignición quedan cenizas como residuo. El filtrado (2) se concentra y se corren cromatografías en columna con silica gel #60 utilizando como eluentes hexano; hexano-acetona; acetona, metanol.

Peso de los concentrados del filtrado (2)

<u>K. parviflora</u>	3.0450	KpEHSM
<u>K. hirsutissima</u>	3.9764	KhEHSM
<u>K. californica</u>	1.0431	KcEHSM

El filtrado (3) se concentró y se pesó.

<u>K. parviflora</u>	.1353 gr.	KpEHSM
<u>K. hirsutissima</u>	.0739 gr.	KhEHSM
<u>K. californica</u>	.0322 gr.	KcEHSM

Se les hicieron las siguientes pruebas:

Lieberman - Buchard

Dio positiva unicamente K. californica.

Solubles en cloruro de metileno

Insolubles en acetona, metanol y agua caliente.

Prueba de bromo negativa.

A los filtrados (2) se les corrió cromatografía en columna utilizando los siguientes eluentes hasta agotarlos; Hexano, Hexano-acetona, y acetona en diferentes proporciones para luego estudiar las que presentan mejores resultados de separación, y a las fracciones obtenidas se les hicieron las siguientes pruebas:




De K. californica se obtuvo una fracción con acetona resultando un precipitado de color verde. Prueba de Fenil hidracina positiva, Bayer, $FeCl_3$ y Liberman Buchard positiva.

De K. hirsutissima, la fracción obtenida con acetona es un precipitado de color verde. Prueba de Fenil hidracina negativa, Bayer y $FeCl_3$ negativa, Liberman Buchard fue positiva.


De K. parviflora, la fracción obtenida con hexano-acetona 9:1 al concentrarla quedan cristales blancos dando positiva la prueba de la Fenil hidracina y negativas las pruebas de Bayer, $FeCl_3$ y Liberman Buchard. Para esta misma planta la fracción obtenida con acetona fue un precipitado de color verde, dando las mismas pruebas que la fracción anterior.

Cromatografía en capa delgada de las fracciones obtenidas en la columna del filtrado (2) utilizando como eluente beneno-acetona y reveladas con luz ultravioleta.


KpEHSM fracción obtenida con acetona

Forma	Color	Rf.
	Incolora	0.4482
	Roja	0.5512
	Incolora	0.7586

KpEHSM fracción obtenida con acetona - hexano

Forma	Color	R _f
	Incolora	0.7586

KcEHSM fracción obtenida con acetona





Forma	Color	R _f
	Incolora	0.7586

KhEHSM fracción obtenida con acetona

No reveló nada.

Cromatografía en capa delgada de las fracciones obtenidas en la columna del filtrado (2) utilizando como eluente -- Benceno-acetona 9:1 reveladas con cloruro de cobalto. Solamente K. parviflora fue positiva:

KpEHSM fracción obtenida con acetona

Forma	Color	R _f
	Café	0.2068
	Violeta	0.3103
	Café	0.1662
	Café violáceo	.7586

KpEHSM fracción obtenida con Hexano-acetona

Forma	Color	R _f
	Café violáceo	0.7586

EXTRACTO METANOLICO







(Diagramas 4, 5 y 6)

Se reflujo cada uno con H_2SO_4 2N durante dos horas, se de-
 jó enfriar y se filtro, eliminando el filtrado y el preci-
 pitado se envolvió en papel filtro y se extrae en un apa-
 rato tipo Soxhlet con acetona durante siete días, luego -
 se descarta la acetona en un rotavapor y los extractos ob-
 tenidos fueron pesados:




<u>K. parviflora</u>	8.9603 gr.	KpEM ACETONA
<u>K. hirsutissima</u>	11.4401 gr.	KhEM ACETONA
<u>K. californica</u>	4.0030 gr.	KcEM ACETONA

Cromatografía en capa delgada de los extractos Metanolico
 Acetona. Utilizando como eluente Benceno-acetona 9:1 y re-
 veladas con luz ultravioleta.









K. parviflora.

Forma	Color	Rf
	Amarilla	0.0625
	Café Oscuro	0.1562
	Amarilla	0.2187
	Incolora	0.3125
	Incolora	0.4062
	Café	0.6250
	Café	0.6562

K. hirsutissima

Forma	Color	Rf
	Incolora	0.0625
	Incolora	0.0937
	Incolora	0.1562







K. californica.

Forma	Color	Rf
	Café	0.1562
	Amarilla	0.3125
	Amarilla	0.3437
	Amarilla	0.3750
	Violácea	0.4687
	Amarilla	0.5625
	Amarilla	0.6562
	Café	0.7187





REVELADAS CON CLORURO DE COBALTO

Eluente Benceno-acetona 9:1


K. parviflora.

Forma	Color	R _f
	Violeta	0.1562
	Gris Oscuro	0.2500
	Verde claro	0.3125
	Gris	0.3750
	Negro claro	0.6562
	Gris	0.7500

K. hirsutissima.

Forma	Color	R _f
	Verde Pálido	0.2500
	Gris Oscuro	0.3437
	Verde Pálido	0.6875
	Gris Oscuro	0.7500











K. californica.

Forma	Color	R _f
	Gris	0.1250
	Café Claro	0.1562
	Café Oscuro	0.2812
	Verde	0.3125
	Violeta	0.3750
	Gris	0.6250
	Verde Oscuro	0.6875
	Café Oscuro	0.7500

A los extractos acetonicos se les corrio cromatografía en columna utilizando como eluentes Hexano-acetona (H:A) y (A) Acetona. Las fracciones obtenidas fueron concentradas en un rotavapor obteniendo los siguientes residuos:

- 1.- K. parviflora H:A 9:1 cristales incoloros
- 2.- K. parviflora A cristales incoloros entremezclados -- con un residuo verde oscuro.
- 3.- K. californica H:A 9.75 - 0.25 cristales incoloros.
- 4.- K. californica A cristales incoloros entremezclados - con un residuo verde.
- 5.- K. hirsutissima H:A 9.75 - 0.25 cristales incoloros - muy escasos.
- 6.- K. hirsutissima A cristales incoloros mezclados con - un residuo verde.

Las fracciones obtenidas se les efectuó una cromatografía en capa delgada utilizando diosgenina y estigmasterol como estándares y de eluente Benceno-acetona 9:1 y reveladas con cloruro de cobalto obteniendo las siguientes manchas:

<u>K. parviflora</u> (Hexano)	Forma	Color	R _f
		Rosa	0.3225
<u>K. californica</u> (Hexano-acetona 9:1)		Rosa	0.3225
<u>K. californica</u> (Hexano)		Rosa	0.3225
<u>K. hirsutissima</u> (Hexano)		Rosa	0.3225
Diosgenina (Estándar)		Rosa	0.3225
<u>K. parviflora</u> (Hexano)		Gris Oscuro	0.3870
<u>K. californica</u> (Hexano-acetona 9:1)		Gris Oscuro	0.3870
<u>K. californica</u> (Hexano)		Gris Oscuro	0.3870
<u>K. hirsutissima</u> (Hexano)		Gris Oscuro	0.3870
Estigmasterol (Estándar)		Gris Oscuro	0.3870

De Kallstroemia parviflora, se aislaron:

CETONA ALIFATICA DE PUNTO DE FUSION: 80°C

Caracterizada por dar positiva la prueba de la 2,4- dinitrofenilhidracina.

No da color al UV, ni al revelar la cromatografía con CoCl_2

En su espectro IR, muestra señal característica de grupo carbonilo a 1710 cm^{-1} .

DIOSGENINA (0.03 %), identificada por comparación en cromatografía en capa delgada, punto de fusión mixto y comparación de espectro IR, con una muestra original.

De Kallstroemia hirsutissima, se lograron aislar:

DIOSGENINA (0.02%).

KCL Punto de fusión: 360°C. Insoluble en solventes orgánicos. Flama color violeta, a través de un vidrio de cobalto.

CETONA SATURADA DE PUNTO DE FUSION: 80°C.

Insoluble en Hexano, Cloruro de Metilo, Acetona. Insoluble en Metanol caliente. Dió negativa la prueba de Br_2/CCl_4 y Lieberman-Buchard.

En cromatografía en capa delgada, no revela al UV, ni con CoCl_2 .

Espectro IR: Señales en cm^{-1} : 2900 (C-H), 1720 (C=O), 1450 (C-H), 1160 (C-), 720 (C-C).

COMPUESTO DE PUNTO DE FUSION 222°C.

ESTRUCTURA:

En ccd, dá una mancha amarilla con CoCl_2 con R_f de 0.48 en Benceno:Acetona 9:1, al UV no revela.

Dá positiva la prueba de Leiberman-Buchard, colores amarillo, naranja, rojizo.

Dá negativa la de FeCl_3 en piridina, Beayer y tetranitrometano.

Rotación Óptica: 40° a 589 nm.

Espectro IR: 2890 (C-H), 1710 (C=C=O), 1661 (C=C+O), 1425 (C-H), 1330 (CH_3), 1140 (C)-CO), 1040 (C-O-C).

Se anexan los datos obtenidos de su Espectro de Masas y de Resonancia Magnética Nuclear.

Este compuesto coincide con el reportado por Dávila en 1985.

De Kallstroemia californica, se aislaron:

DIOSGENINA en rendimiento de 0.05 %, respecto al peso del extracto.

Identificada por comparación con muestra original.

COMPUESTO DE PUNTO DE FUSION: 64°C No revela al UV ni con CoCl_2 .

Soluble en CH_2Cl_2 . Acetona y Metanol.

En ccd, dá un R_f de 0.60 mancha verde con CoCl_2 en Benceno Acetona 9:1.

Espectro IR: En cm^{-1} 3300 (OH), 2850 (C-H), 1610 (C=C), - 1050 (C-O).

1020091631

DISCUSION

En la presente investigación se pretende estudiar el desarrollo de técnicas para el mejor aprovechamiento de tres especies de plantas como fuente de Diosgenina estas especies se han observado distribuidas en forma silvestre creciendo cerca de las carreteras, lotes baldíos y jardines. De las plantas estudiadas K. californica es la menos abundante pero es la que presenta un mayor contenido de Diosgenina 0.05 %, en cambio K. parviflora y K. hirsutissima son más abundantes pero arrojan un menor contenido de la saponina esteroideal 0.03 y 0.02 % respectivamente.

Las técnicas de extracción que se utilizaron fueron adaptadas a las desarrolladas por Domínguez (7), Verde Star (25), y Santos (18) y Chakrabarti (3), obteniendo diferentes resultados por haber utilizado diferentes especies a las que ellos reportan.

Se ha reportado por otros autores (25, 7, 18 y 3) que la Familia Zygophyllaceae contiene diferentes compuestos químicos como alcaloides, lignanos, azúcares y esteroides que tienen aplicaciones medicinales como midriáticos, analgésicos, laxantes, etc.

De las plantas estudiadas además de diosgenina se detectó la presencia de algunas cetonas y de estigmasterol.

RECOMENDACIONES

Analizar otro tipo de compuestos aparte de los obtenidos ya que en las cromatografías efectuadas se observa una -- gran cantidad de manchas que por su poca cantidad no se -- pudieron determinar.

Las plantas estudiadas se recomiendan como nuevas fuentes de cetonas, esteroides y diosgenina esta última utilizada como precursor de hormonas.

Desarrollar nuevas técnicas de manejo para un mejor aprovechamiento de estas malezas silvestres.

Domesticación de las especies estudiadas previo análisis del suelo.

Hacer estudios en diferentes etapas de crecimiento de las plantas para observar si hay variación en el contenido de los metabolitos encontrados.

CONCLUSIONES

Del presente trabajo se concluye que las plantas estudiadas K. californica, K. parviflora y K. hirsutissima pertenecientes a la Familia Zygophyllaceae, son una -- nueva fuente de Diosgenina, Compuestos cetónicos y Esteroles, estableciendo una relación quimiotaxonómica -- con otras especies de la misma Familia que ya habían -- sido estudiados y que reportan los mismos compuestos -- que se obtuvieron de los ejemplares arriba mencionados.

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

- 1) Aplin, T.E. y Cannon, J.R. 1971. *Distribution of Alkaloids in Some Western Australian Plants: Economic Botany*. 25. 367-380.
- 2) Bohnstet, Ch. F. y Mabry, T. 1979. *The volatile constituents of the genus Larrea (Zygophyllaceae)*. *Rev. Latinoamericana de Química*. 10: 128-31.
- 3) Chakravarti, R.N.; Mahato, S.B.; Sahu, N.P.; Pal, B.C. y Chadravarti Debi. 1976. *Kallstroemia pubescens a new Source for Diosgenin. Part. I. J. Inst.-Chemists (India)*. Vol. XLVIII, July.
- 4) Correll, D.S. y Johnston, M.C. 1970. *Manual of the Vascular Plants of Texas; Texas Foundation, Renner Texas*.
- 5) Danielson, T.J. y Hawes, E.M. 1973. *Iridoids of Mentzelia decapetala (Pursh) II. Decaloside*. *Can. J. Chem.* 51, 1737-1740.
- 6) Dawidar, A.M. y Favez, M.B. 1974. *Mass Spectra of Steroid Sapogenins*. *Journal of Pharmaceutical Science*. 63 (1), 140-42.
- 7) Domínguez, X.A. 1973. *Métodos de Investigación Fitoquímica*. Editorial Limusa. México.
- 8) Domínguez, X.A.; Watsow, W.H.; García, S. y Martínez, D. A. 1985. *25 S. spirost-4 ene - 3, 12 dione. A new sapogenin from Kallstroemia maxima*. *Planta Médica*. 534-535.

- 9) Hegnauer, R. 1964. Chemotaxonomie der Pflazen; Birkhauser Verlags Basel. Vol. VI. pp.702-721.
- 10) Iskenderoy, G.B. 1970. Steroidal sapogenins from Tribulus terrestris Hiin Priir Soedin, 6, -94] 448-9. Cita en Chem. Abst. 74, 1054 K.
- 11) Jameson, G.R. y Reid, E.J. 1969. Leaf lipids of some members of the Boraginaceae family. Phytochemistry 8, 1489-1494.
- 12) Lawrence, G.H.M. 1951. Taxonomy of Vascular Plants.- MC. Millan Publishing, Co. Inc., New York.
- 13) Mahato, S.B.; Sahu, N.P. 1978. Screening of Tribulus terrestris plants for diosgenin; Inst.Chem [India] 50 (1), 49-50, Cita en Chem. Abst. 89, 56460 e.
- 14) Mahato, S.B.; Sahu, N.O.; Pal, B.C. and Chakravarti, R.N. Chakjavarti Debi and ahosh Anyali.1978. Kallstroemia pubescens. A new Source for -- Diosgenin -Part II. J.Inst.Chemists(India)- Vol. 50 January.
- 15) Mahato, S.; Sahu, N. 1981. Steroidal glycoside of -- Tribulus terrestris Linn.; J. Chem. Soc. -- Perkin I.(9), 405-10.
- 16) Martínez, D.I.A. 1984. "Estudios fitoquímicos de -- Kallstroemia maxima". Tesis del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores. Monte rrey, N.L.

- 17] Nagat, S.; Mlathur, G.S. 1979. *Phytochemical Studies of Tribulus alatus, T. terrestris and Agne wightii*; *Comp. Phisiol. Ecol.* 4 (3) - 157-60. Cita en *Chem. Abst.* 91, 105223 h.
- 18] Santos, A.G. 1986. *Estudios Fitoquímicos de Kallstroemia grandiflora*. Tesis del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey.
- 19] Sharma, H.C. y Narula, J.L. 1977. *Chemical Investigation of the fruit of Tribularia terrestris*. *Chem. Era*, 13, (8) 161-2. Cita en *Chem.* 89, 3174 h.
- 20] Sharma, C.C.; Narula J.L. y Varadarajan, R. 1977. "Chemical Investigation of the Fruit of Tribulus terrestris". *Che. Era.* 13, 261-2. Citado en *Chem. Abs.* 89, 3174 h.
- 21] Sotosora, E.A.; y Hardman, R. 1973. *Steroids, Phtayl esters and hidrocarbons from Balanites wilsoniana stem bark*; *Phytochemistry*, 12. 403-6.
- 22] Timmerman, B.N. y Valesi, A. 1979. *Flavonoids from Larrea nitida, L. divaricata y L. cuneifolia (Zygophyllaceae)*. *Ref. Latinoamericana de Química.* 10, 81-3.
- 23] Tombesi, O.L. 1983. *Steroidial sapogenins, of T. terrestris* *An. Soc. Quím. Argent.*, 71, 501-4. Cita en *Chem. Abst.*, 100. 65060 x.

- 24) Tomova, M. y Bocheva, D. 1978. Steroid Sapogenins.
Hecogenin from T. terrestris *Planta Med.*, 32
(3) 223-224. Cita en *Chem. Abst.*, 88, 60061x.
- 25) Verde, S.M.J. 1987. Estudio Químico de Krameria ---
cytisoides, K. ramosissima, K. sonora, K.
grayi, Tiquilia canescens, Petalonyx ----
crenatus y Kallstroemia maxima. Tesis Doc-
toral. Instituto Tecnológico y de Estudios
Superiores de Monterrey.

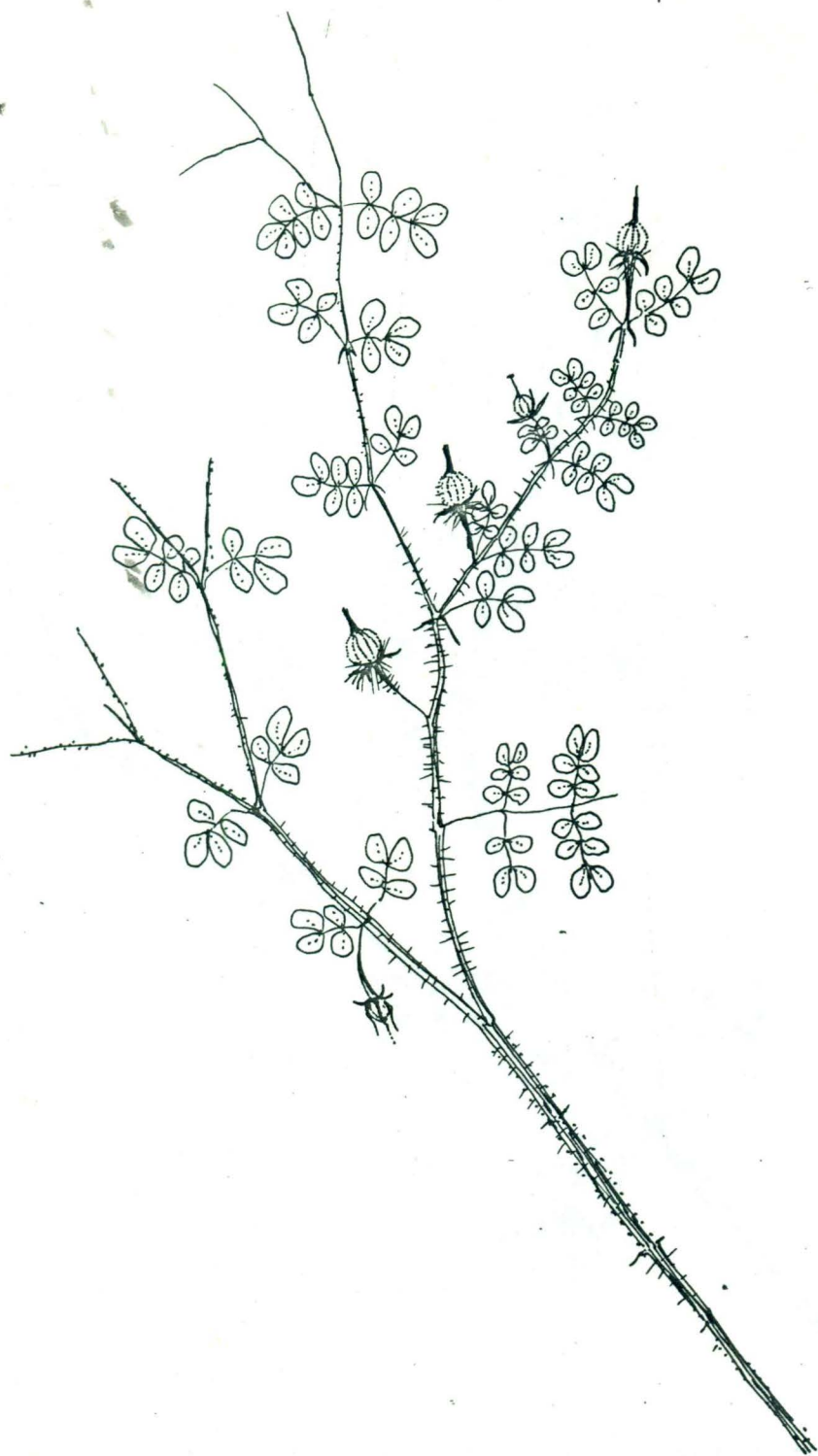
ABREVIATURAS Y FORMULAS

K.h.	<u>Kallstroemia hirsutissima.</u>
K.c.	<u>Kallstroemia californica.</u>
K.p.	<u>Kallstroemia parviflora.</u>
K.	<u>Kallstroemia.</u>
H	Hexano
A	Acetona
H:A	Hexano-acetona
B:A	Benzeno-acetona
KhEH	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto hexánico.
KhEHIMEOH	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto hexánico insoluble en metanol.
MEOH	Metanol
CH ₂ Cl ₂	Cloruro de metilo
KhEHIMEOH	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto hexánico insoluble en metanol.
KhEHSMEOH	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto hexánico soluble en metanol.
KhEhSM	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto hexánico soluble en metanol.
KhEM	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto metanolico.
KhEh	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto hexánico.

KhEhSM	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto hexánico soluble en metanol.
KcEH	<u>Kallstroemia californica</u> extracto hexánico.
KcEHIMEOH	<u>Kallstroemia californica</u> extracto hexánico soluble en metanol.
KcEHSMOH	<u>Kallstroemia californica</u> extracto soluble en metanol.
KcEhSM	<u>Kallstroemia californica</u> extracto soluble en metanol.
KcEM	<u>Kallstroemia californica</u> extracto metanolico.
KcEh	<u>Kallstroemia californica</u> extracto hexánico.
KcEHSM	<u>Kallstroemia californica</u> extracto hexánico soluble en metanol.
KpEH	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto hexánico.
KpEHSMEOH	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto hexánico soluble en metanol.
KpEHIMEOH	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto insoluble en metanol.
KpEhSM	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto hexánico soluble en metanol.
KpEM	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto metanolico.

KpEh	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto hexánico.
KpEHSM	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto hexánico soluble en metanol.
CCL	Cromatografía en columna
CCd.	Cromatografía en capa delgada
L.B.	Lieberman-Buchard
Br ₂ /CCl ₄	Bromo en Tetra Cloruro de Carbono
I-Acetona	Insoluble en acetona
S CH ₂ Cl ₂	Soluble en cloruro de metilo
I-MEOH	Insoluble en metanol
Ppdo.	Precipitado
FeCl ₃	Cloruro de fierro
KpEMH ₂ SO ₄	<u>Kallstroemia parviflora</u> extracto metanolico-ácido sulfúrico
KhEM	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto metanolico.
KhEMH ₂ SO ₄	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto metanolico ácido sulfúrico.
KhEM-Acetona	<u>Kallstroemia hirsutissima</u> extracto metanolico-acetona.
KcEMH ₂ SO ₄	<u>Kallstroemia californica</u> extracto metanolico ácido sulfúrico.
KcEMAcetona	<u>Kallstroemia californica</u> extracto metanolico acetona

RMN	Resonancia Magnética Nuclear
KCL	Cloruro de Potasio
H ₂ SO ₄	Acido Sulfúrico
COCl ₂	Cloruro de cobalto
R. f.	Relación de frentes



Kallstroemia parviflora

FIGURA. 1



Kallstroemia hirsutissima

FIGURA. 2



Kallstroemia californica

FIGURA. 3

229 K. h. de PLANTA SECA

EXTRAER POR 7 DIAS CON HEXANO

CCD. --- K h E H 5.7437 gr.

MARCO

Extracción con metanol por 7 días.

EXTRAER 2 Hr. EN METANOL

MARCO

K h E M 38.5091 gr.

¹ K h E H I MEOH .1519 pf 260°C

LAVAR CH₂ Cl₂

K h E h 2 FILTRADO

CONCENTRAR

K h E H S M 3.9764 gr.

C:CL A

CCD. --- RESIDUO VERDOSO

MEOH

KhEHSMEOH 3 FILTRADO

CONCENTRAR

K h E h S M .0739 gr.

Cetona pf 80°C

L.B. (+)
S CH₂Cl₂
S- ACETONA
I- MeOH
Br₂/CCl₄ (-)

L.B (-)
Br₂CCl₄ (-)
FH (+)

Fenil h (dudoso)
L.B. (+)
BAYER (-)
FeCl₃ (-)

DIAGRAMA 1

K. p.
295 gr.
PLANTA SECA

EXTRAER POR 7 DIAS
CON HEXANO

CCD. -- K.p.E.H.
4.8608 gr.

MARCO

Extracción con metanol
por 7 días

EXTRAER
2 Hrs.
METANOL

MARCO

K.p.E.M.
24.7135

K.p.E.H. 1 MeOH
. 3036 gr. 1
P.F. 95°C

K.p.E.h. 2
FILTRADO

LAVAR CH₂Cl₂

CONCENTRAR

K.p.E h' S M
3.0450 gr.

H 1 MEOH

C C L
H : A
A

KpEHSMEOH 3
FILTRADO

H : A
9 : 1 A

CONCENTRAR

PPdO CCD

RESINA
VERDE
OBSCURA

K p E h s M
0.1353 gr.

Cetona p_f 80°C
F.H. (+)

L.B. +
S CH₂ Cl₂
I - ACETONA
I - M E O H
Br₂/CCl₄ (-)

L.B. (-)
BAYER (-)
FeCl₃ (-)

L.B. (-)
BAYER (-)
FeCl₃ (-)

DIAGRAMA 2

K. c.
50 gr.
PLANTA SECA

EXTRAER CON HEXANO
POR 7 DIAS

CCD. ---
K c E H
2.8431 gr.

MARCO

Extracción con metanol
por 7 dias

EXTRAER
2 Hr. EN
METANOL

MARCO

K c E M
13.2660 gr.

J
K c E H I MEOH
.1505 gr.
PF 260°C

K c E h 2
FILTRADO

LAVAR CH₂Cl₂

CONCENTRAR

K c E ~~H~~ S M
1.0431 gr.

C C L
A

HIMEOH

KcEhSMOH 3
FILTRADO

RESIDUO
VERDOSO

CONCENTRAR

KcEhSM
.0322 gr.

LAMA +
ENICION
ENIZAS)
CL

L.B. (+)
S- CH₂Cl₂
I- ACETONA
I- MeOH
Br₂/CCl₄ (-)

Cetona pf 80°C
F.H. (+)
Br₂/CCl₄ (-)

Fenil hidracina (+)
L.B. (-)
BAYER (-)
FeCl₃ (-)

DIAGRAMA 3

K c E M
13.2660

REFLUJAR CON H_2SO_4 Y 2 N
2 Hrs.

K c E M H_2SO_4

FILTRADO
ELIMINAR

EXTRAER CON ACETONA POR
7 DIAS
CONCENTRAR

K c E M ACETONA
4.0030 gr.

C C D

C C L
H : A
A

A

H : A

CRISTALES
INCOLOROS
MEZCLADOS
COLOR VERDE

CRISTALES
INCOLOROS

C C D

C C D

DIOSGENINA

ESTIGMASTEROL

DIAGRAMA 4

K h E M
38.5091 gr.

REFULJAR CON H₂SO₄ 2N
2 HRS.

KhEM H₂SO₄

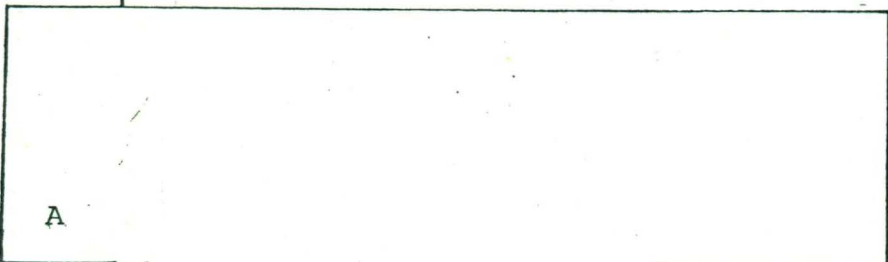
FILTRADO
ELIMINAR

EXTRAER CON ACETONA
7 DIAS
CONCENTRAR

KhEM ACETONA
11.4401 gr.

ccd

C C L
H : A
A



CRISTALES
INCOLOROS
CON RESIDUO
VERDE.

C C D

CRISTALES
INCOLOROS

C C D

DIOSGENINA

ESTIGMASTEROL

DIAGRAMA 5

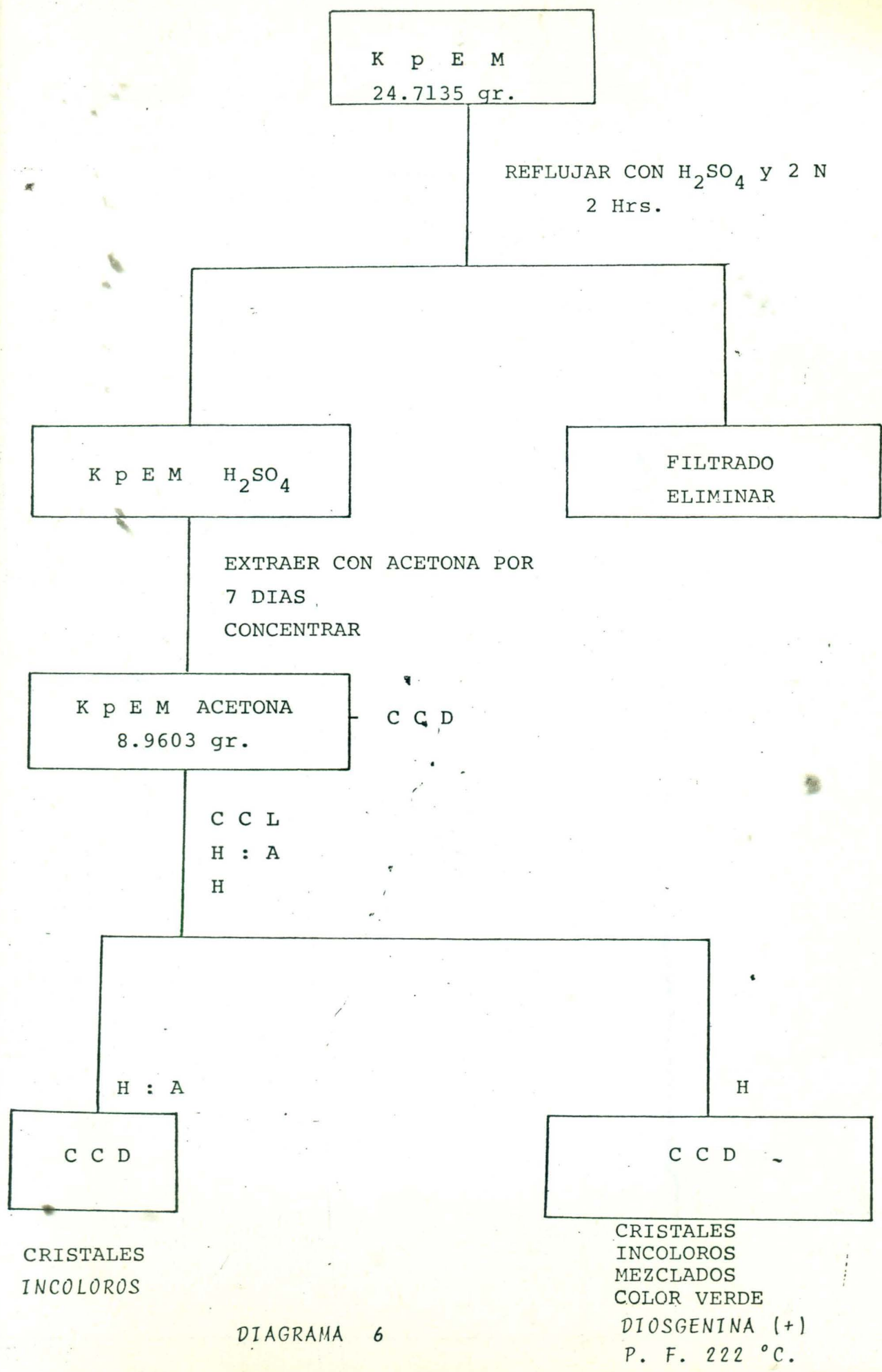
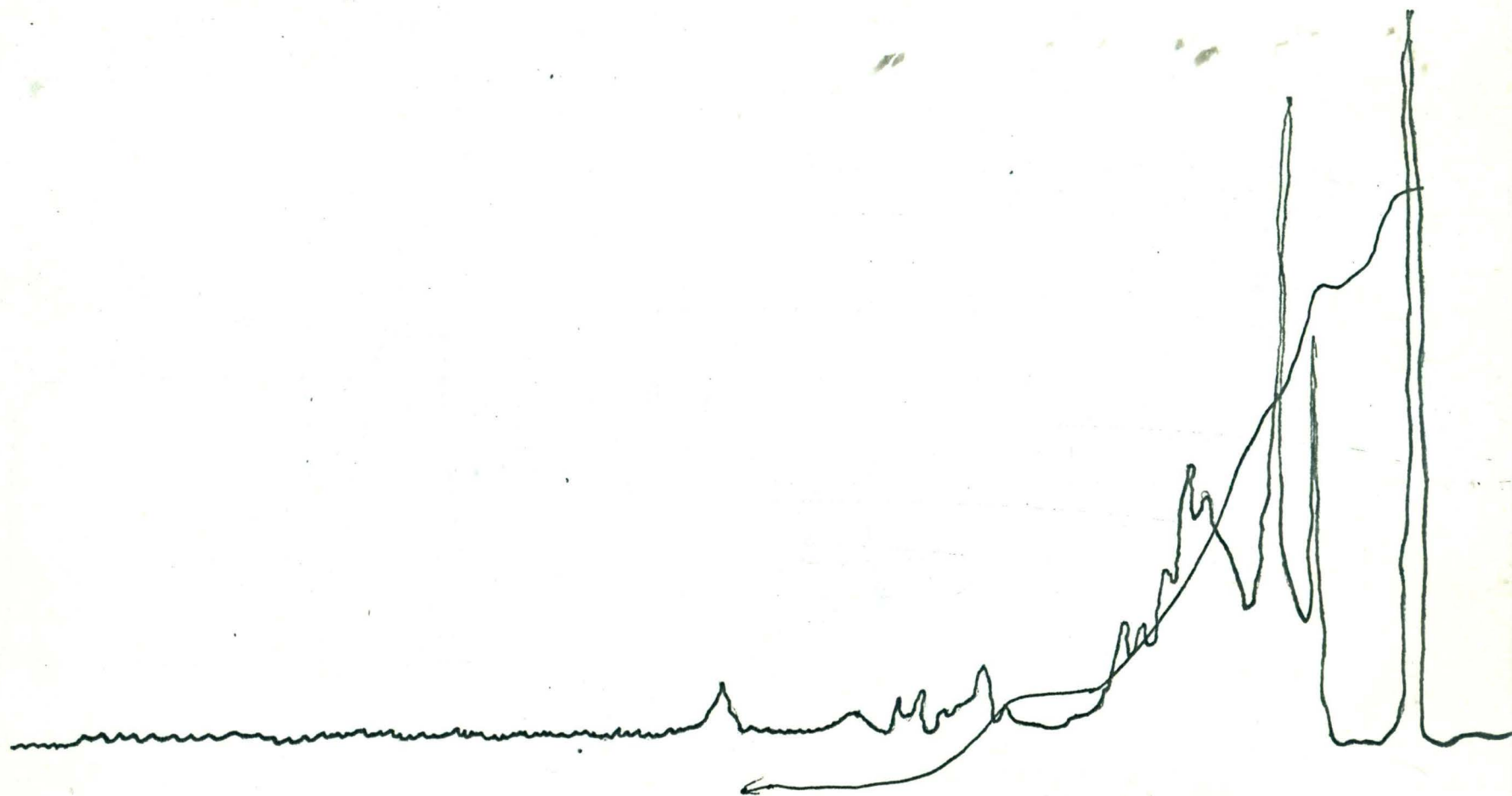
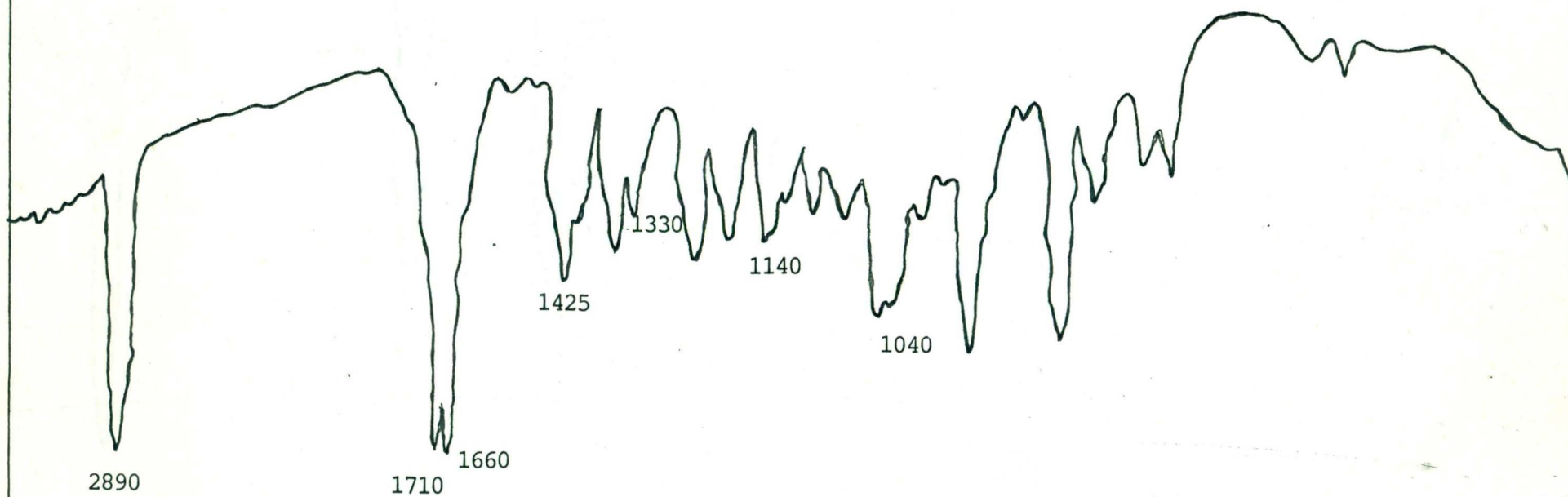


DIAGRAMA 6



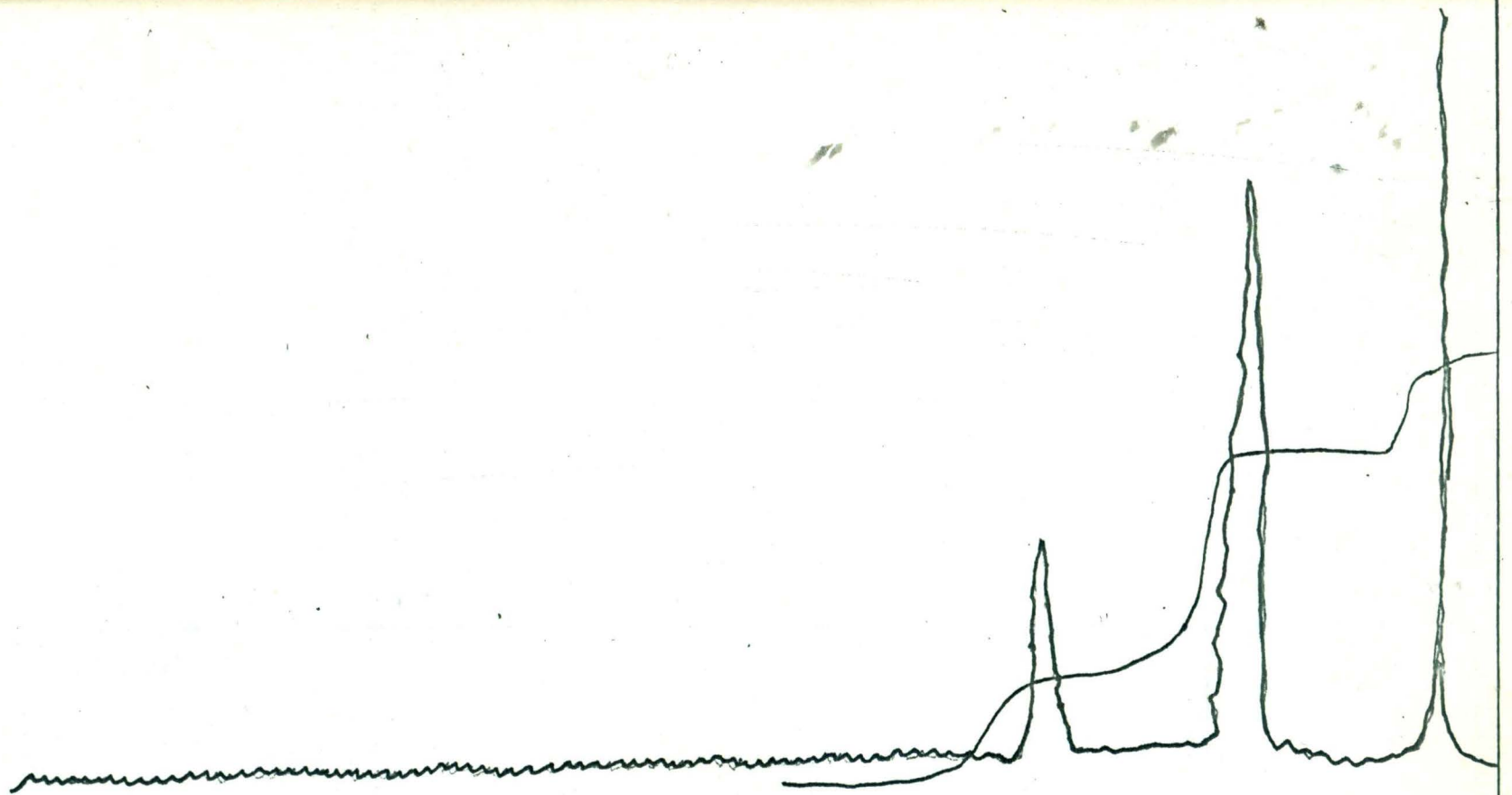
ESPECTRO DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE COMPUESTO IDENTIFICADO
COMO DIOSGENINA.



ESPECTRO IR DE COMPUESTO DE P.F. :222°C
SEÑALES EN cm^{-1}



ESPECTRO IR DE CETONA ALIFATICA. P.F.:80° C
SEÑALES EN cm



ESPECTRO DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE CETONA ALIFATICA DE P.F.: 80°C
SEÑALES EN p.p.m.

ESPECTRO DE MASAS DE COMPUESTO IDENTIFICADO COMO
DIOSGENINA. PESO MOLECULAR: 414

