

T.
544.92
S 211e
1976
F.C.C.Q.
Σj.2

086338

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

UES BIBLIOTECA
INVENTARIO: 101

*Estudio Fitoquímico de Tecoma Stans
Sobre la Base de los Flavonoides*

TESIS

PRESENTADA POR

Oscar Antonio Sánchez López

PARA OPTAR AL TITULO DE

LICENCIADO

EN

QUIMICA Y FARMACIA



JULIO 1976

SAN SALVADOR,

EL SALVADOR,

CENTRO AMERICA.

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

R E C T O R

DR. CARLOS ALFARO CASTILLO

S E C R E T A R I O

DR. MANUEL ATILIO HASBUN

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

D E C A N O

DR. AMILCAR AVENDAÑO Y ORTIZ

S E C R E T A R I O

DRA. MARIA GLADYS DE MENA GUERRERO

J U R A D U D E T E S I S

DR: AMILCAR AVENDANO Y URTIZ

DR: RUMEO AMILCAR RUMELO BATRES

DRA. ROSA MARIA PORTILLO DE RIVAS

D E D I C A T O R I A

A DIOS TODOPODEROSO

A MI MADRE. DOLORES SANCHEZ

A LA MEMORIA DE MI PADRE ARCADIO GONZALEZ

A MI HERMANO ERNESTO SANCHEZ

A MIS FAMILIARES, PROFESORES, COMPAÑEROS Y AMIGOS

I N D I C E

página

| | |
|-----------------------------------|---|
| .- Resumen | 1 |
| .- Introducción | 2 |
| .- Especie Desarrollada | 3 |

PARTE EXPERIMENTAL

| | |
|--|----|
| .- Material y Equipo | 4 |
| .- Método de Extracción | 5 |
| .- Reacciones de Reconocimiento | 6 |
| .- Técnicas Cromatográficas para Flavonoides | 7 |
| .- Solventes utilizados en Cromatografía Capa Fina para Flavo noides | 10 |
| .- Reveladores empleados en Cromatografía Capa Fina para Fla vonoides | 11 |
| .- Identificación de Azúcares | 12 |
| .- Identificación de Flavonoides | 13 |

RESULTADOS

| | |
|--|----|
| .- Estudio de los Extractos obtenidos | 15 |
| .- Análisis de los Compuestos aislados | 16 |
| .- Espectros | 22 |
| .- Cuadro No.1 | 33 |
| .- Conclusiones | 34 |
| .- Bibliografía | 35 |

R E S U M E N

- A) En el presente trabajo se estudiaron las flores de Tecoma stans, con el fin de investigar la presencia de flavonoides.
- B) La extracción de los flavonoides se realizó, a reflujo, con etanol, se concentró a presión reducida, y se hicieron extracciones líquido-líquido con los siguientes solventes: Eter de petróleo, cloroformo y Acetato de etilo.
- C) Cada uno de los extractos se concentró a presión reducida.
- D) Se hicieron pruebas preliminares (Shinoda y papel) que fueron positivas.
- E) Se evidenciaron los flavonoides y se aislaron 5 por cromatografía capa fina en celulosa.
- F) Se estudiaron los espectros visible-ultravioleta de los flavonoides puros y sus derivados.
- G) Se identificó un flavonoide cuya estructura corresponde a una flavona: la Apigenina
- H) A los cuatro flavonoides restantes no se les determinó la estructura, pero por su Rf. y color de la mancha se estableció su núcleo básico; estos son:

| | | |
|------------------|-----------------|-------------------|
| Flavonoide No.3 | Dihidroflavonol | 3-O monoglicósido |
| Flavonoide No.5 | Isoflavon | 7-O monoglicósido |
| | Isoflavon | 7-O diglicosídico |
| Flavonoide No.9 | Dihidroflavonol | aglicona |
| Flavonoide No.10 | Isoflavona | |

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

En vista del incremento que han tomado los estudios fitoquímicos en muchos países, con el fin de encontrar materias primas de utilidad, tanto en la Industria Química como Farmacéutica, se ha creído conveniente hacer este tipo de estudio en El Salvador.

El presente trabajo es una contribución al estudio fitoquímico de la Flora Salvadoreña y se investigó la especie Tecoma stans (San Andrés), en la que se estudiaron los flavonoides que existen en las flores.

Los flavonoides son pigmentos, en su mayoría de color amarillo, que se encuentran ampliamente distribuidos en el reino vegetal y son los causantes, en muchos casos, de la coloración amarilla que toman ciertos órganos como flores y frutos. Se conocen aproximadamente 200 de ellos.

En general estos compuestos presentan un esqueleto carbonado $C_6-C_3-C_6$, entre los cuales se encuentran: flavonas, flavonoles, isoflavonas, chalconas, auronas y antocianinas.

La importancia de su estudio estriba en las cualidades medicinales que se han descubierto en algunos de ellos, así como la facultad de disminuir la permeabilidad capilar de los vasos sanguíneos, así mismo, son importantes en las industrias alimenticias, por el hecho que confieren cualidades de color, sabor y protección de las grasas. Por todo lo expuesto fue que se seleccionó al San Andrés para investigar los flavonoides en sus flores, además, que en El Salvador nunca se ha hecho estudios fitoquímicos de esta planta.

E S P E C I E T R A B A J A D A.

Tecoma stans pertenece a la familia de las bignoniáceas, llamada comúnmente San Andrés. Es un árbol pequeño o mediano de 2 a 3 metros de alto, plantado en jardines, aceras, etc; presenta un tallo ramificado. Las hojas son pinnadas y decusadas; las flores se encuentran en racimos; el cáliz está formado de 5 sépalos soldados; la corola es irregular, de color amarillo, con cinco pétalos soldados, que terminan en 5 lóbulos; tienen 4 estambres didínamos libres entre sí, pero soldados en la corola; el ovario es súpero, formado por 2 carpelos; el fruto es una cápsula alargada; la semilla presenta alas (1)

(1) Lagos, J.A. Compendio de Botánica Sistemática 1973

P A R T E E X P E R I M E N T A L . -

MATERIAL Y EQUIPO:

- Material de vidrio
- Cromatoplasmas de 20 x 20 cm. y 5 x 10 cm.
- Cámaras de vidrio
- Papel Whatman No.3
- Hot Plate
- Frasco Evaporador
- Evaporador U.S.P. At. 2.865, 445 Buchler Instruments Fort Leo N.Y.U.S.A.
- Lámpara ultravioleta U.V.52- 25 de longitud de onda corta y larga.
- Espectrofotómetro Perkin Elmer 124 de doble haz, con registrador automático.

SELECCION DE LA ESPECIE:

Se usaron aproximadamente 400 gms de flores frescas de Tecoma stans, las -
cuáles fueron recogidas en los alrededores de la Universidad Nacional de -
El Salvador, entre los meses de Noviembre y Diciembre de 1974. La Universi-
dad está a una altitud de 730 mts.

M E T O D O D E E X T R A C C I O N

El material se extrajo, a reflujo, con etanol durante 6 horas; el extracto obtenido se filtró en caliente, para separar impurezas y se concentró a presión reducida hasta llevarlo al mínimo de volumen.

Al extracto concentrado se le agregó agua destilada a 100°C en una cantidad equivalente al doble de su volumen con objeto de separar, por filtración, la clorofila; el precipitado se desechó y del filtrado se hicieron las extracciones siguientes:

- 1.- Extracción con éter de petróleo
- 2.- Extracción con cloroformo
- 3.- Extracción con acetato de etilo

Para hacer dichas extracciones se utilizó una ampolla de separación y se usaron solventes puros de menor a mayor polaridad, con objeto de extraer todos los flavonoides presentes en las flores, ya que los flavonoides son solubles en solventes polares y menos polares.

Cada uno de los extractos (1), (2), (3), fueron concentrados, a presión reducida, y se les practicó la reacción de Shinoda, con objeto de saber si contenían flavonoides.

REACCIONES DE RECONOCIMIENTO .-

Los diferentes tipos de flavonoides se pueden identificar mediante --- reacciones características de coloración

REACCION DE SHINODA:

A una pequeña cantidad de cada uno de los extractos (1),(2),(3), concentrados, se agregó 1cc. de metanol, unas granallas de magnesio y unas gotas de ácido clorhídrico concentrado. Se dejó reposar durante 2 a 20 minutos, luego se observó la coloración que puede ser: anaranjada, roja, -- azulosa o violeta, si están presentes flavonas flavonoides, flavonoles o xantonas. Ocasionalmente los flavonoles dan colores verdes o azules (2)

REACCION SOBRE PAPEL:

Se siembra parte del extracto que va a ser tratado en un trozo de papel - Whatman No.3 y se observa:

- a) Con luz visible y Ultravioleta
- b) Bajo luz Visible y Ultravioleta en presencia de vapores de amoníaco.
- c) Bajo luz Visible y Ultravioleta, luego de ser rociado con tricloruro de aluminio al 1% en metanol.

(2) Domínguez, X.A. Métodos de Investigación Fitoquímica, Editorial Limusa, México 28, Edición 1973 pag.84.

TECNICAS CROMATOGRAFICAS PARA FLAVONOIDES.

CROMATOGRAFIA BIDIMENSIONAL EN PAPEL.

Representa uno de los mejores métodos para la rápida separación de manchas de Flavonoides..

Se basan en la acción de 2 sistemas de solventes (3)

Esta técnica fue utilizada en el presente trabajo, con fines analíticos y con el propósito de visualizar los flavonoides presentes en cada uno de los extractos.

Los sistemas de solventes utilizados fueron los siguientes:

- a) TAB ter-butanol: Acido acético: agua destilada 3:1:1 V/V/V
- b) Acido acético al 15%

PROCEDIMIENTO :

Se utilizó papel Whattman No.3 20x20 cm. en las que se marcó, en el ángulo izquierdo, un punto de origen situado a 2.5 cm.de la base; a continuación se aplicaron en el punto de origen, para obtener una concentración adecuada, alícuotas del extracto que se iba a separar; para esta operación se utilizó una micropipeta; luego se depositó la tira en una cámara de vidrio que contenía el solvente usado en la primera dirección (TAB 3:1:1).

El cromatograma desarrollado se secó a temperatura ambiente y se procedió a desarrollarlo en la segunda dirección, para lo cual se introdujo la lámina en la cámara que contenía el solvente número dos (ácido acético 15%). Una vez desarrollado el cromatograma se secó y se reveló (reveladores empleados para flavonoides, pag (11))

(3) Mabry I.J. Markham K.R. and Thomas M.B., The Systematic Identification of Flavonoids, Springer Verlag. New York, Heidelberg Berlin 1970 pag.VII.

CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA.-

La separación de los flavonoides de cada uno de los extractos se verificó por cromatografía en capa fina, ya que ella ocupa un lugar especial en la investigación de productos naturales, porque permite obtener cantidades mínimas de sustancias en corto tiempo.

ABSORBENTE USADO.-

Celulosa Microcristalina para C.C.F. Merck.

CROMATOPLACAS.-

Se usaron cromatoplacas de vidrio 20x20 cm. y 5 x 20 cm, las cuáles fueron lavadas con agua jabonosa y agua destilada caliente.

PREPARACION DE LAS PLACAS DE CELULOSA.-

Se suspenden 3 gms. de celulosa en 17cc. de agua destilada y se agita hasta obtener una suspensión homogénea. Una cantidad determinada de esta suspensión se vierte sobre la placa de 20 x 20 cm. (que ha sido previamente lavada) y con suave inclinación se distribuye sobre ella.

Las placas se dejan secar a temperatura ambiente durante 6 a 12 horas y luego se activan en una estufa a 115°C durante 5 minutos.

TECNICAS DE APLICACION Y DESARROLLO.- (4)

APLICACION EN PUNTO :

Se usó esta técnica con objeto de encontrar un eluyente que diera una mejor resolución en la separación de los flavonoides presentes en cada extracto.

(4) Sthal, E.- Thin Layer Chromatography, Springer-Verlag.
Berlin-Heidelberg N.Y. 1969 pag. 63

TECNICA:

Se utilizó una micropipeta para aplicar, sobre la línea base, alicuotas de diferentes concentraciones de la muestra de estudio. Se dejó un espacio de 1.5 a 2 cm. entre una aplicación y la otra; luego la placa se desarrolló en forma ascendente, colocándola en una cámara que contenía una cantidad adecuada de solvente a 1.5cm. de profundidad y saturada con vapores de dicho solvente. Una vez corrida la placa se secó y se reveló (reveladores empleados para flavonoides)

APLICACION EN BANDA:

una vez encontrado el solvente desarrollador que daba separación se procedió a aislar los compuestos presentes en cada uno de los extractos por la siguiente técnica (4):

En las placas de celulosa se aplicaron, en forma de banda uniforme, alicuotas del extracto que se iba a separar. Luego se desarrolló la placa en forma ascendente empleando el solvente adecuado; una vez corridas se secaron y se revelaron, y se notó que los compuestos se separaban en forma de bandas.

TECNICAS DE AISLAMIENTO Y PURIFICACION.-

Las bandas se observaron en las cromatoplasmas de rayos ultravioleta, tanto de onda larga, como de onda corta; después fueron raspados con una microespátula; la cantidad de compuesto separado, por este método, fue tratado con metanol caliente con objeto de solubilizar los flavonoides, la celulosa se separó por filtración.

(4) Sthal Egon Thin-Layers Chromatography
Springer-Verlag Berlin- Heidelberg N.Y.1969 pag.64

SOLVENTES USADOS EN CROMATOGRAFIA CAPA FINA.

Se utilizaron diferentes tipos de solventes, puros y mezclas, de mayor a menor polaridad; con objeto de encontrar el más adecuado para separar los flavonoides de cada uno de los extractos que dieron positiva la prueba de Shinoda:

TAB : Ter butanol- ácido acético- agua destilada 3:1:1 V/V/V

BAW: N-butanol- ácido acético- agua destilada 4:4:5 V/V/V

BAW: N-butanol- ácido acético- agua destilada 6:1:2 V/V/V

BAW: N-butanol- ácido acético- agua destilada 5:1:4 V/V/V

Acido acético 15% - 30 - 50% en agua destilada

Acetato de etilo- ácido acético- agua destilada 3:1:3 V/V/V

Acetato de etilo- ácido fórmico- agua destilada 10:2:3 V/V/V

Acetato de etilo - metanol 7:3-1:1 V/V

Butanol saturado con agua

Metanol- ácido acético 4:1- 3:2 V/V

Metanol- fase acuosa acetato de etilo- eter de petróleo 4:4:2 V/V/V

Metanol- etanol- éter de petróleo 1:1:1: V/V/V

Butanol- metanol 1:10 V/V

Butanol - etanol 1:10, 1:1, 7:3, 3:2 V/V

Butanol- acetona 1:1 V/V

Benceno- cloroformo-metanol 5:5:2 V/V/V

Benceno acetato de etilo 1:1 V/V

Fenol- agua destilada 1:50 V/V

Fenol- metanol 1:50 V/V

Fenol- agua destilada- metanol:1:50:5 V/V/V

REVELADORES EMPLEADOS EN CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA PARA FLAVONOIDES

La posición de las manchas, tanto en las placas como en papel, se determinó en la forma siguiente:

- a- Observando bajo luz visible y ultravioleta.
- b- Observando bajo luz visible y ultravioleta en presencia de vapores de amoníaco.
- c- Observando bajo luz visible y ultravioleta, luego de ser rociada con tricloruro de aluminio al 1% en metanol.

IDENTIFICACION DE AZUCARES.-

HIDROLISIS ACIDA

El glicósido que iba a hidrolizarse fue disuelto en una solución 2N de HCL en etanol y se sometió a reflujo, por 2 horas. Posteriormente se enfrió durante 2 a 3 horas, a baja temperatura; luego se separó el precipitado, que contenía el aglicón, del sobrenadante, que contenía los azúcares.

TECNICAS DE CROMATOGRAFIA PARA AZUCARES:

Para la cromatografía en azúcares se utilizaron placas de celulosa de 5 x 20cm. y su reconocimiento se realizó por comparación con azúcares patrones. Se utilizó la técnica de sembrado en punto para desarrollar las placas en forma ascendente y, luego, correrlas en el solvente adecuado; posteriormente, revelarlas.

SOLVENTES EMPLEADOS PARA AZUCARES EN CROMATOGRAFIA CAPA FINA:

Isopropanol- ácido acético- agua destilada 2:1:1 V/V/V

Butanol - piridina - agua destilada 6:4:3 V/V/V

REVELADORES EMPLEADOS PARA AZUCARES:

Las placas se rociaron con reactivo de Patridge que se preparó disolviendo, en 49 ml. de butanol, 1.48 gms de anhídrido ftálico, 0.9ml. de anilina destilada y 4 ml. de éter etílico.

Las placas rociadas se sometieron a calentamiento en una estufa a 100°C-120°C, hasta la aparición de manchas oscuras observables con luz natural; también se determinó su Rf.

IDENTIFICACION DE FLAVONOIDES.-

Para la identificación de flavonoides se utilizaron las siguientes técnicas:

ESPECTRO VISIBLE ULTRAVIOLETA DEL COMPUESTO PURO:

Los espectros de absorción, en el campo visible ultravioleta, se corrieron en un espectrofotómetro visible ultravioleta Perkin Elmer 124 de doble haz, con registrador automático.

Se usó, como solvente, metanol para análisis Merck y como técnica, la siguiente (descrita por Mabry) (3):

ESPECTRO VISIBLE DEL ULTRAVIOLETA DEL COMPUESTO PURO:

1- muestra - metanol.

ESPECTRO VISIBLE ULTRAVIOLETA DE LOS DERIVADOS.

2- Muestra - metanol - NaOMe

3- Muestra - metanol - $AlCl_3$

4- Muestra - metanol - $AlCl_3$ /- HCL

5- Muestra - metanol - NaOAc

6- Si no reacciona con NaOAc se agrega a la cubeta No.5, ácido bórico saturado en metanol.

/.- Si reacciona con NaOMe se añade 5 gotas de H_3BO_3 a la solución fresca del flavonoide y después se satura con NaOAc.

(3) Mabry T.J. Markham K.R. and Thomas M.B., The Systematic Identification of Flavonoids, Springer Verlag. New York, Heidelberg Berlin 1970 pag.VII

MEDICION DEL Rf:

En todos los casos se determinó el Rf y se comparó con los citados en la bibliografía (5).

La determinación del Rf se verificó por cromatografía bidimensional en papel, según la técnica descrita en la página 7

COLOR DE LA MANCHA :

Se observó el color de las manchas bajo luz visible y ultravioleta, - en presencia de vapores de amoníaco, y se comparó con los colores citados en investigaciones bibliográficas (6). Los resultados obtenidos pueden observarse en cuadro No.1 pag. 33

HIDROLISIS ACIDA:

Esta técnica se utilizó con objeto de determinar e identificar el azúcar correspondiente al flavonoide en estudio; para ello se procedió según la técnica descrita en pag. 12

(5) Birch A.J. 1962 Biosintesis of Flavonoids and Antocyanins in the Chemistry of flavonoids compounds ed.T.A. Geissman the MacMillan Company N.Y. 1962.

(6) Bate-Smith Use Fuñes of Chemistry in plant taxonomy as Illustrate by flavonoid e Constituents in Chemical Plant Taxonomy; ed.T.Swain Academic Press, London N.Y. 1963 pag. 128.

R E S U L T A D O S . -

RESULTADOS DE LA PRUEBA DE SHINODA:

EXTRACTOS OBTENIDOS:

| | <u>COLOR</u> |
|---|--------------|
| 1.- Extracto Eter de Petróleo | Negativo |
| 2.- Extracto clorofórmico | verde |
| 3.- Extracto Acetato de Etilo | rojo |

Mediante la técnica cromatográfica, en capa fina, se hizo el estudio de cada uno de los extractos y se obtuvieron los siguientes resultados:

ESTUDIO DEL EXTRACTO ETER DE PETROLEO:

Este extracto no fue analizado debido a que la prueba de Shinoda verificada a dicho extracto fue negativa, demostrándonos la ausencia de flavonoides.

ESTUDIO DEL EXTRACTO CLUROFORMICO.

Se verificó la prueba de Shinoda que dio resultados positivos; se buscaron los solventes y mezclas de solventes para poder separar los flavonoides presentes, pero no fue posible dicha separación.

ESTUDIO DEL EXTRACTO ACETATO DE ETILO.

En este extracto la prueba de Shinoda dio resultados positivos, obteniéndose la separación de los flavonoides en la mezcla de solventes: fenol: agua destilada: metanol 1:50:5 V/V/V.

La separación se verificó por cromatografía en capa fina preparativa ; se desarrollaron 30 cromatogramas en placas, en los que se evidenciaron 10 compuestos de los cuáles por elución y purificación se aislaron cinco - - - (3,5,7,9,10); los cinco restantes no se pudieron purificar. A estos compuestos se les corrió su espectro en el campo visible ultravioleta, en un espectrofotómetro Perkin Elmer 124 de doble haz con registro automático. Los re-

sultados se encuentran en las páginas . 16, 17, 18, 19, 20, 21

El punto de Fusión no fue tomado por haber trabajado en Solución.

ANALISIS DE LOS COMPUESTOS AISLADOS.

FRACCION ACETATO DE ETILO:

Compuesto No.3 .-

Color de la Mancha:

| | |
|--|----------------|
| Visible | Incoloro |
| Visible / NH ₃ | Amarillo |
| Ultravioleta | Amarillo verde |
| Ultravioleta / NH ₃ | Amarillo verde |

RANGO DE CORRIMIENTO (Rf)

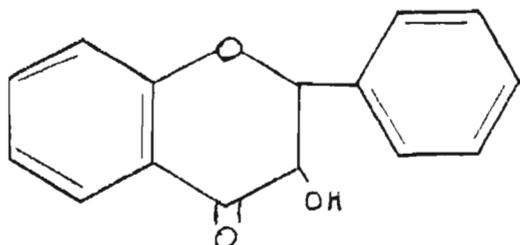
| | |
|-----------------------|------|
| TAB , , , , , , , , , | 0.83 |
| HOAc | 0.85 |

DATOS EXPECTRALES AL ULTRAVIOLETA L.max.

Espectro No.3

| | |
|---|----------------------|
| MeOH | 245 - 290 - 330 |
| NaOMe. | 270- 295 - 310 -378 |
| Cl ₃ Al | 250- 278 -- 303 ~335 |
| Al Cl ₃ /HCl. | 246- 290 - 330 |
| NaOAc | 255- 280 - 335 |
| NaOAc/ H ₃ BO ₃ | 255- 300 - 352 |

De los datos espectrales visible-ultravioleta del flavonoide puro y de los derivados, no se logró determinar la estructura definida pero, por su Rf y el color de la mancha, se podría suponer que es un Dihidroflavono 3-O monoglicósidos cuyo núcleo es el siguiente:



Este compuesto dio por hidrólisis ácida glucosa.

Compuesto No.5

Color de la Mancha:

Visible Incoloro

Visible/NH₃ Incoloro

UltravioletaAzul

Ultravioleta /NH₃.Azul

RANGO DE CORRIMIENTO (Rf)

TAB 0.54

HOAC. 0.49

DATOS ESPECTRALES AL ULTRAVIOLETA L.Max.

MeOH 266-274-278-300

MeONa 238-286-258

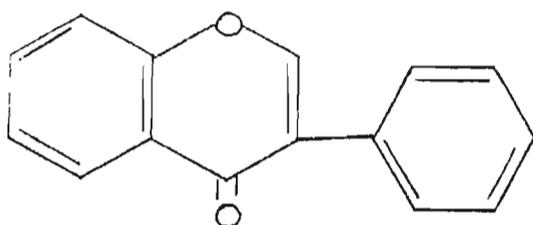
AlCl₃ 266-272-278-290

AlCl₃/HCL 266-272-278-292-300

NaOAc 266-272-278

NaOAc/H₃BO₃ 274-278-300

De los datos espectrales visible ultravioleta del flavonoide puro y de los derivados, no se logró determinar la estructura definida pero, por su Rf, y el color de la mancha, se puede suponer que es Isoflavona 7-O diglicósidos o Isoflavona 7-O monoglicósidos cuyo núcleo es el siguiente:



Este compuesto dio por hidrólisis ácida Ramnosa.

Compuesto No.7.-

Color de la mancha

Visible Incoloro
Visible / NH₃ Incoloro
Ultravioleta Celeste
Ultravioleta /NH₃ Celeste

RANGO DE CORRIMIENTO (Rf)

TAB 0.81
HOAc 0.43

DATOS ESPECTRALES AL ULTRAVIOLETA L.Max.

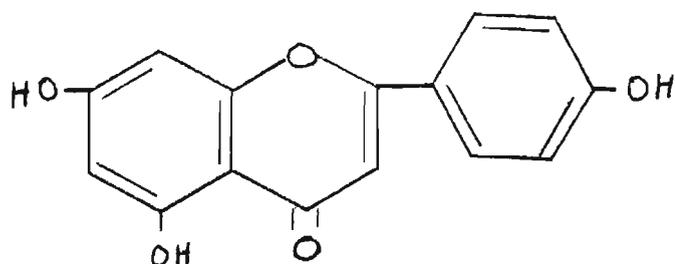
Espectro No.7

MeOH 267- 296- 336
NaOMe. 275- 324- 392
AlCl₃ 276- 302- 348- 384
AlCl₃/HCL 276- 299- 340- 381
NaOAc 274- 302- 376
NaOAc/H₃BO₃ 267- 280- 290- 350

La estructura correspondiente a este flavonoide fue analizada por el asesor, estudiando los datos espectrales del flavonoide puro y sus derivados.

Los resultados obtenidos fueron comparados con los reportados por Mabry et al. 1970 (3)

A continuación se esquematiza la estructura molecular de dicho compuesto, la cual corresponde a la Apigenina, que presenta el núcleo básico de una flavona.



En este flavonoide no fue posible identificar su azúcar.

COMPUESTO No.9 .-

Color de la mancha .-

Visible Incoloro

Visible NH₃ Incoloro

Ultravioleta Celeste

Ultravioleta . NH₃ Celeste

RANGO DE CORRIMIENTO (Rf)

TAB 0.87

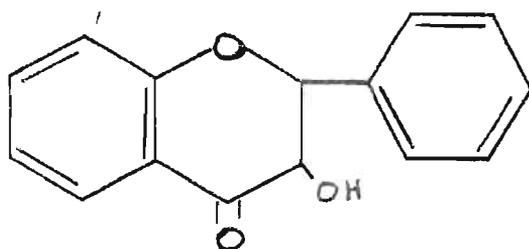
HOAC. 0.54

(3) Mabry T.J., Markham K.R. and Thomas M.B. The Systematic Identification of Flavonoids, Springer Verlag. New York, Heidelberg Berlin 1970 pag.VII

DATOS ESPECTRALES ULTRAVIOLETA 1 max.

| | |
|---|-------------------|
| <u>Espectro No.9</u> | 271- 276 |
| NaOMe | 288- 400 |
| AlCl ₃ | 286- 272- 278-300 |
| AlCl ₃ /HCL | 272- 278- 300 |
| NaOAc | 272- 278- 300 |
| NaOAc/ H ₃ BO ₃ | 271- 276- 300 |

De los datos obtenidos al ultravioleta del flavonoide puro y de los derivados, no se logró determinar la estructura definida, pero por su Rf y su color de la mancha, se puede suponer que es un dihidro Flavonol, cuyo núcleo es el siguiente:



El azúcar de este flavonoide no fue posible identificar.

COMPUESTO No.10

Color de la mancha.

| | |
|---|----------|
| Visible | Amarillo |
| Visible/NH ₃ | Amarillo |
| Ultravioleta | Obscuro |
| Ultravioleta /NH ₃ | Obscuro |

RANGO DE CORRIMIENTO (Rf)

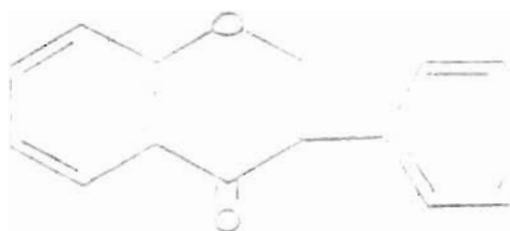
| | |
|----------------|------|
| TAB | 0.77 |
| HAOc | 0.39 |

DATOS ESPECTRALES AL ULTRAVIOLETA. λ_{max} .

Espectro No. 10.-

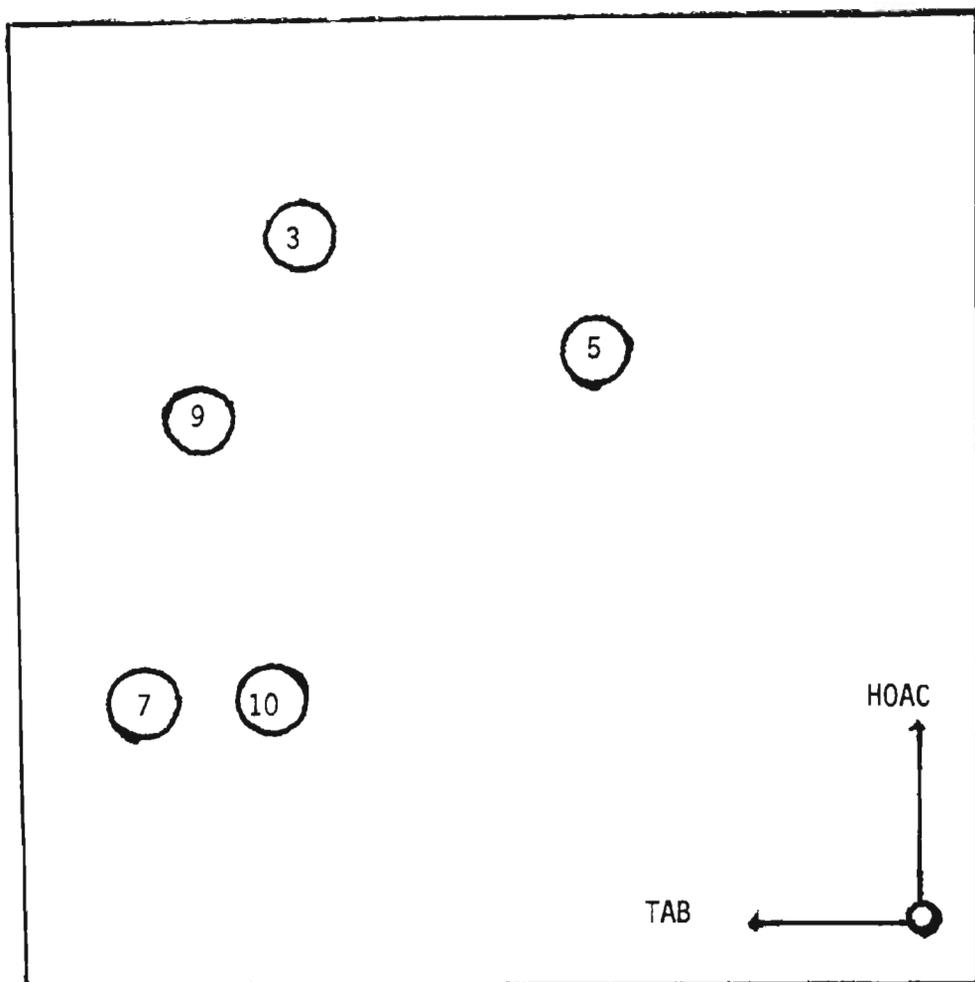
| | |
|---|-------------------------|
| MeOH | 258- 268- 278- 300- 358 |
| NaOMe | 275- 290- 410 |
| AlCl ₃ | 272- 278- 300- 420 |
| AlCl ₃ /HCL | 272- 278- 300- 355- 400 |
| NaOAc | 272- 298- 375 |
| NaOAc/ H ₃ BO ₃ | 265- 278- 300- 375 |

De los datos obtenidos al ultravioleta del flavonoide puro y de los derivados, no se logró determinar la estructura definida pero, por su Rf. y el color de la mancha, se puede suponer que es una isoflavona, cuyo núcleo es el siguiente:

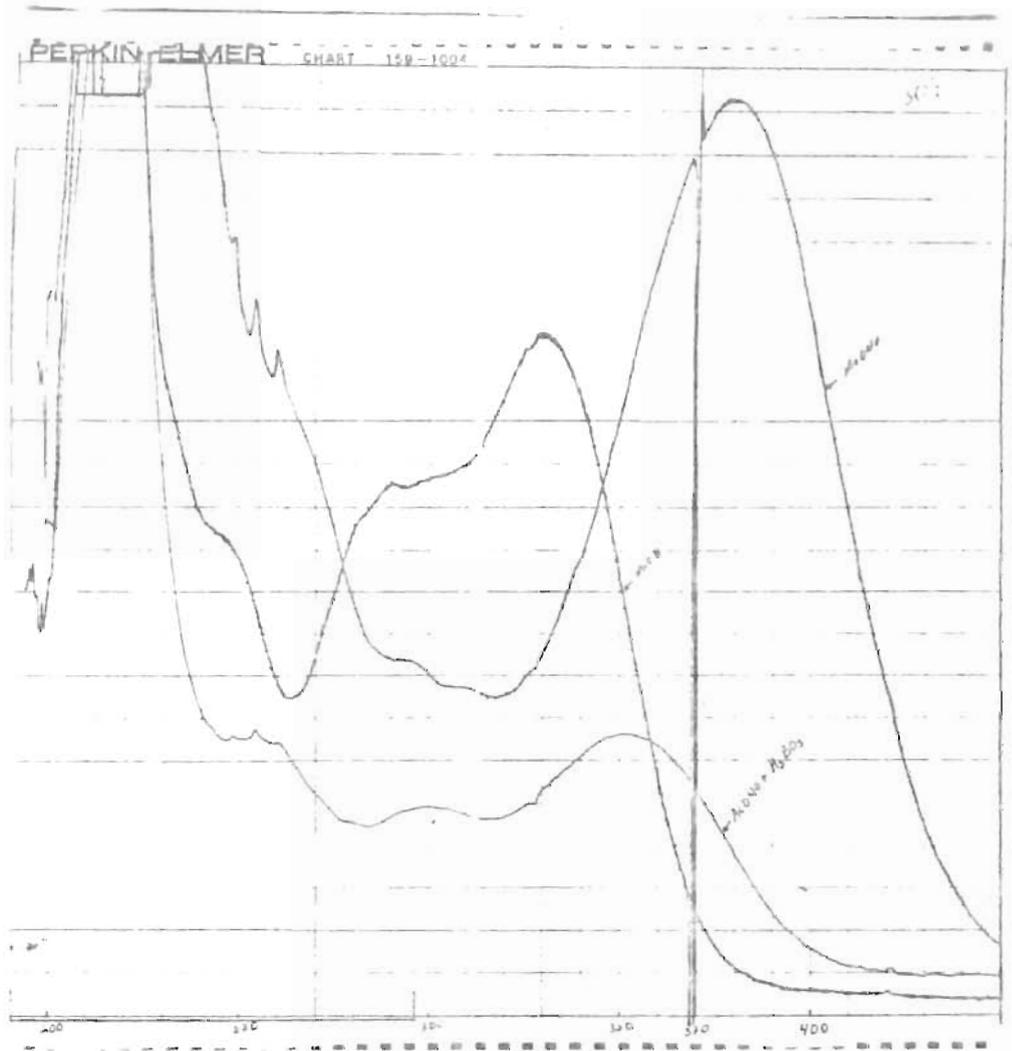


El azúcar de este flavonoide no fue posible identificar.

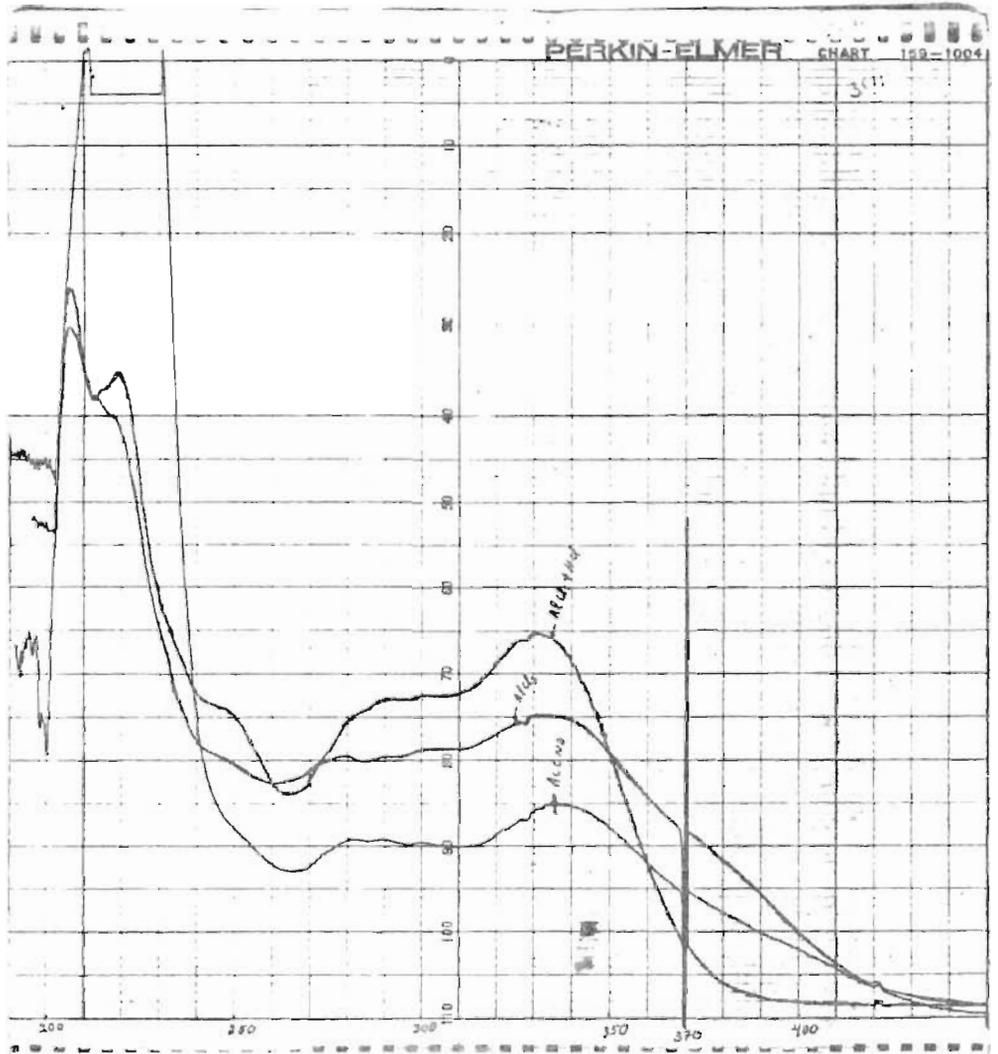
LA DISTRIBUCION DE LOS FLAVONOIDES EN TBA/HOAC EN CROMATOGRAFIA
BIDIMENSIONAL.



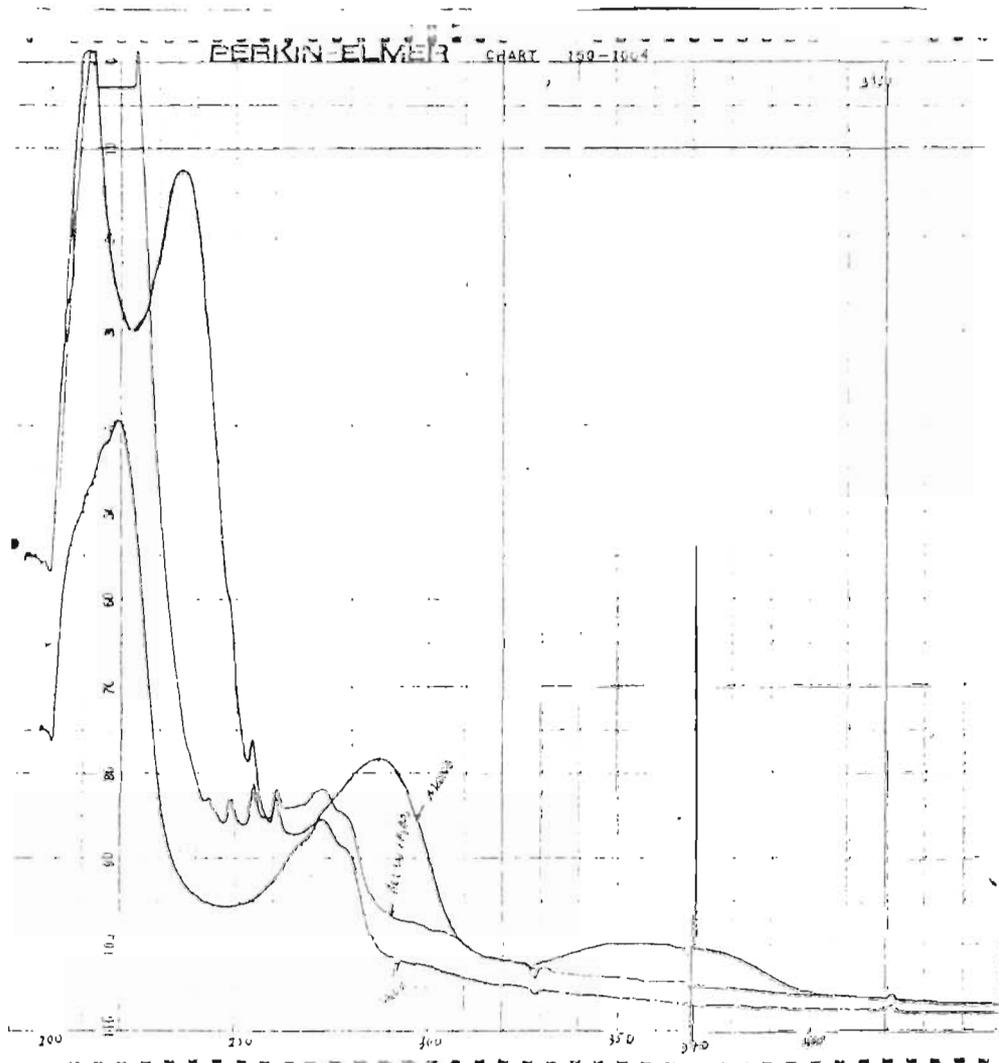
- (3) Dihidroflavono1 3-O monoglicósidos
- (5) Isoflavona . . . 7-O diglicósidos o monoglicósidos
-)7) Flavona
- (9) Dihidro Flavono1
- (10) Isoflavona



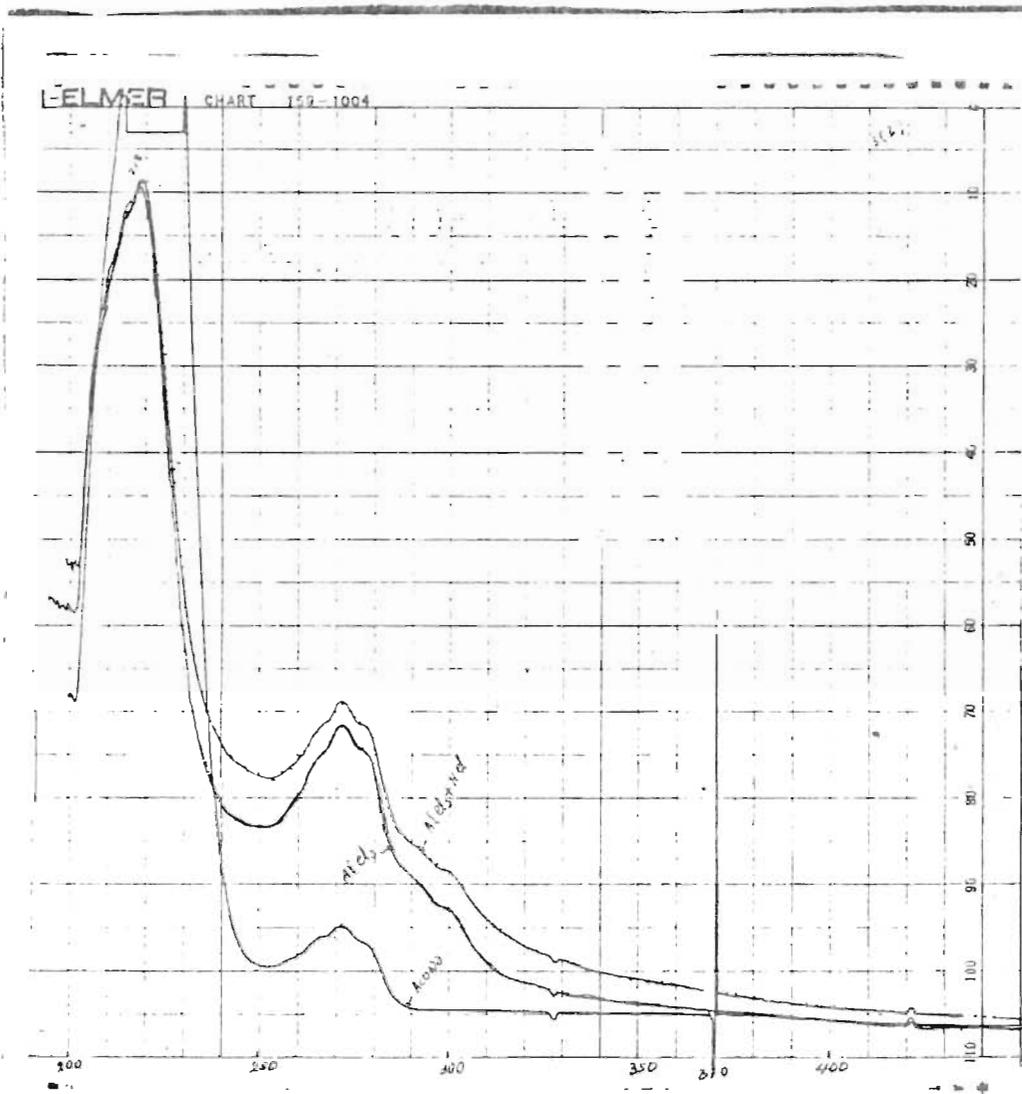
ESPECTRO Nº 3



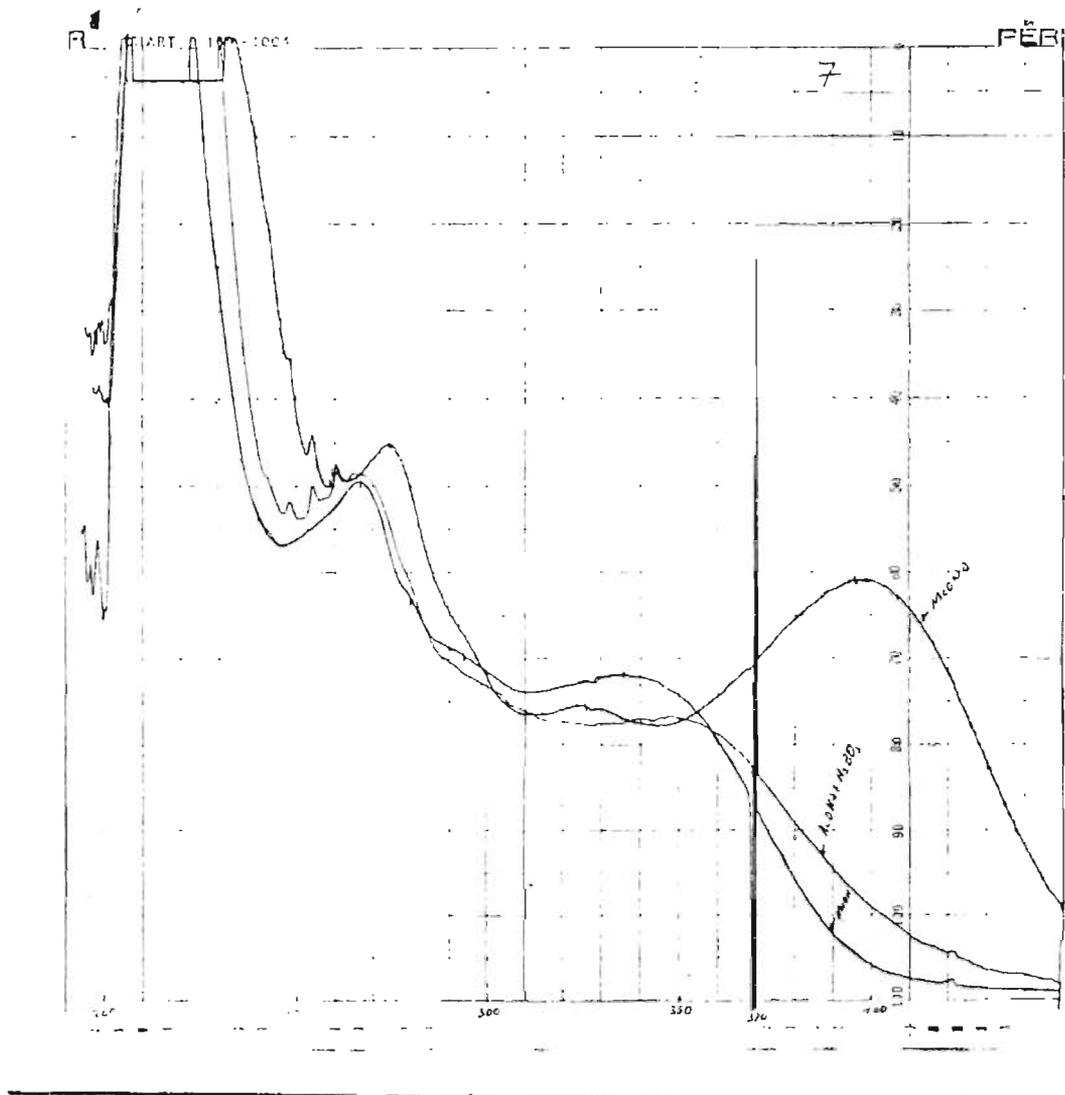
ESPECTRO Nº 3



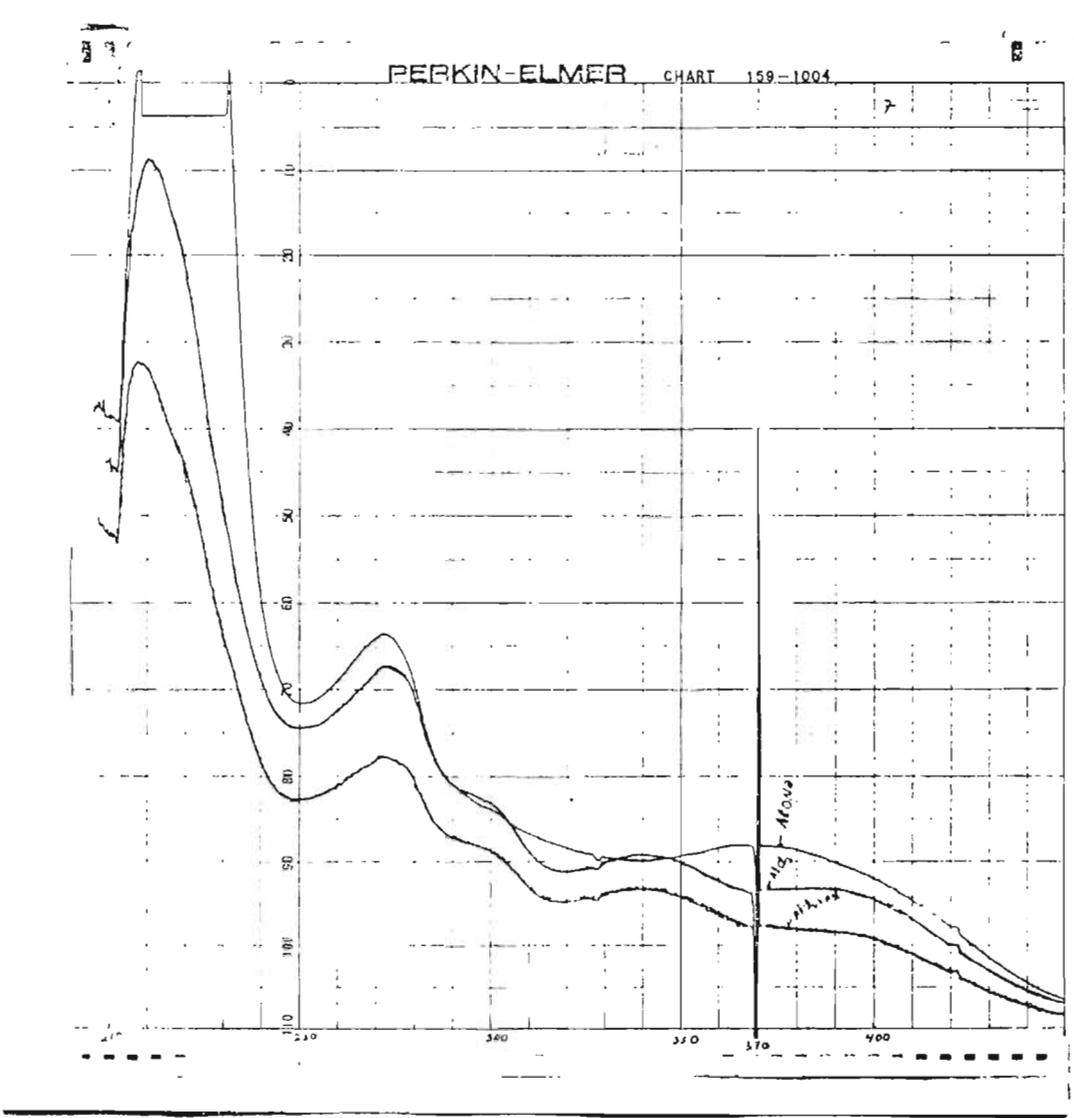
ESPECTRO Nº 5



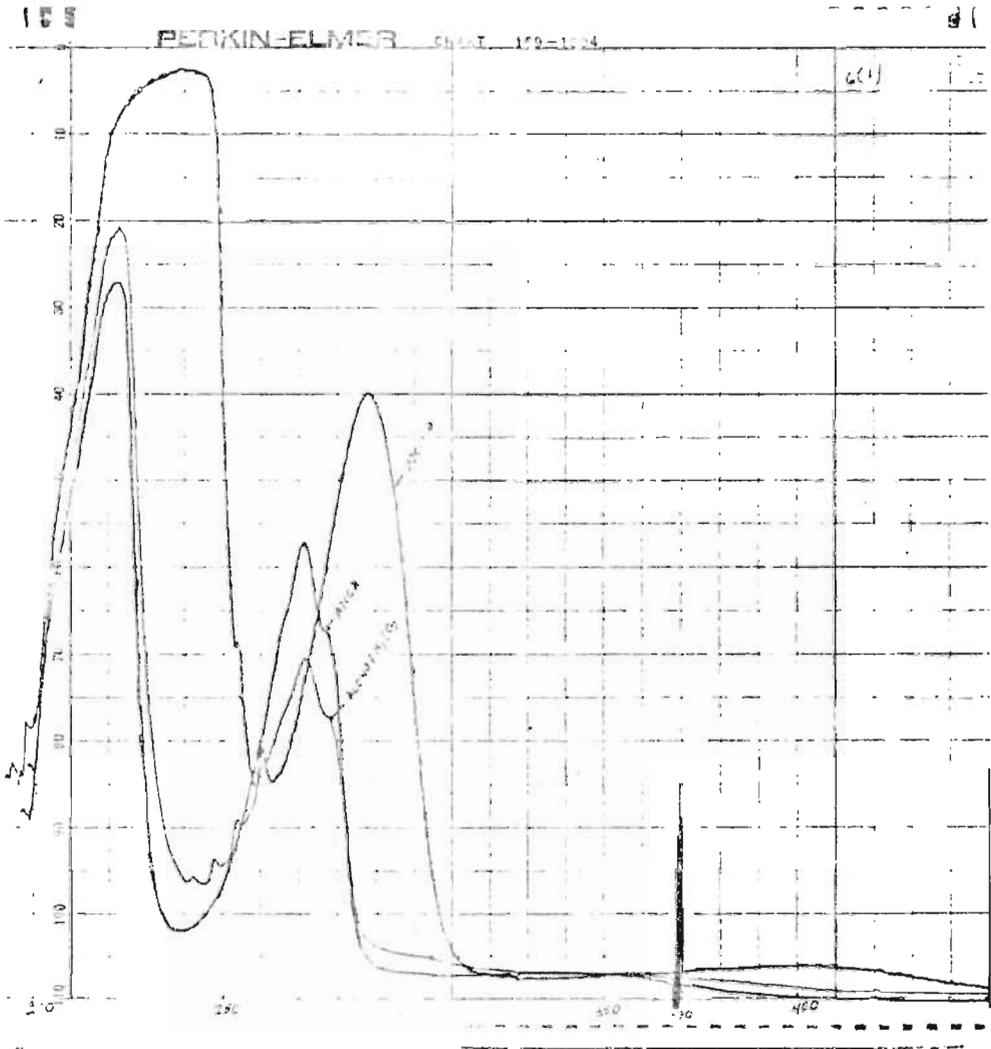
ESPECTRO Nº 5



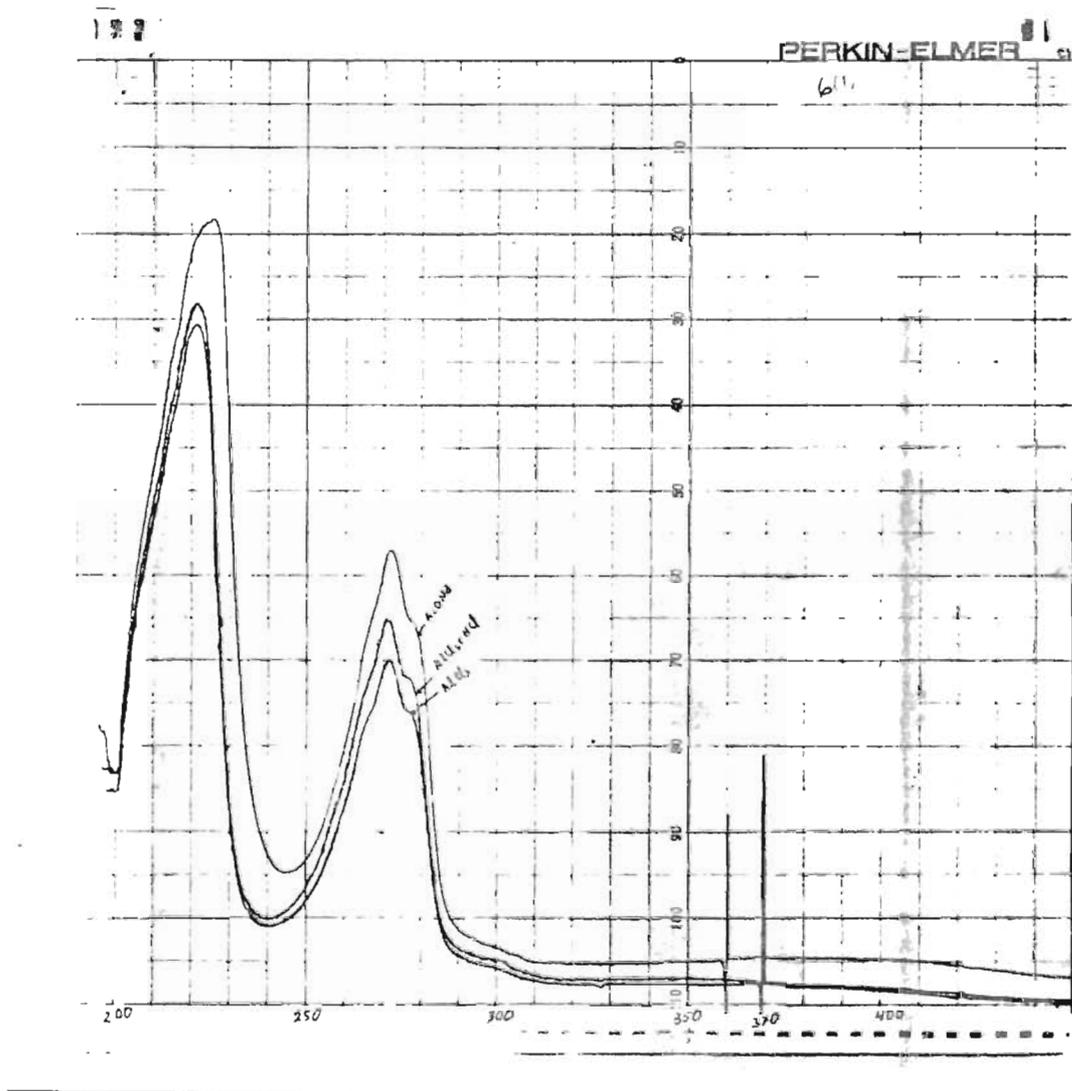
ESPECTRO Nº 7



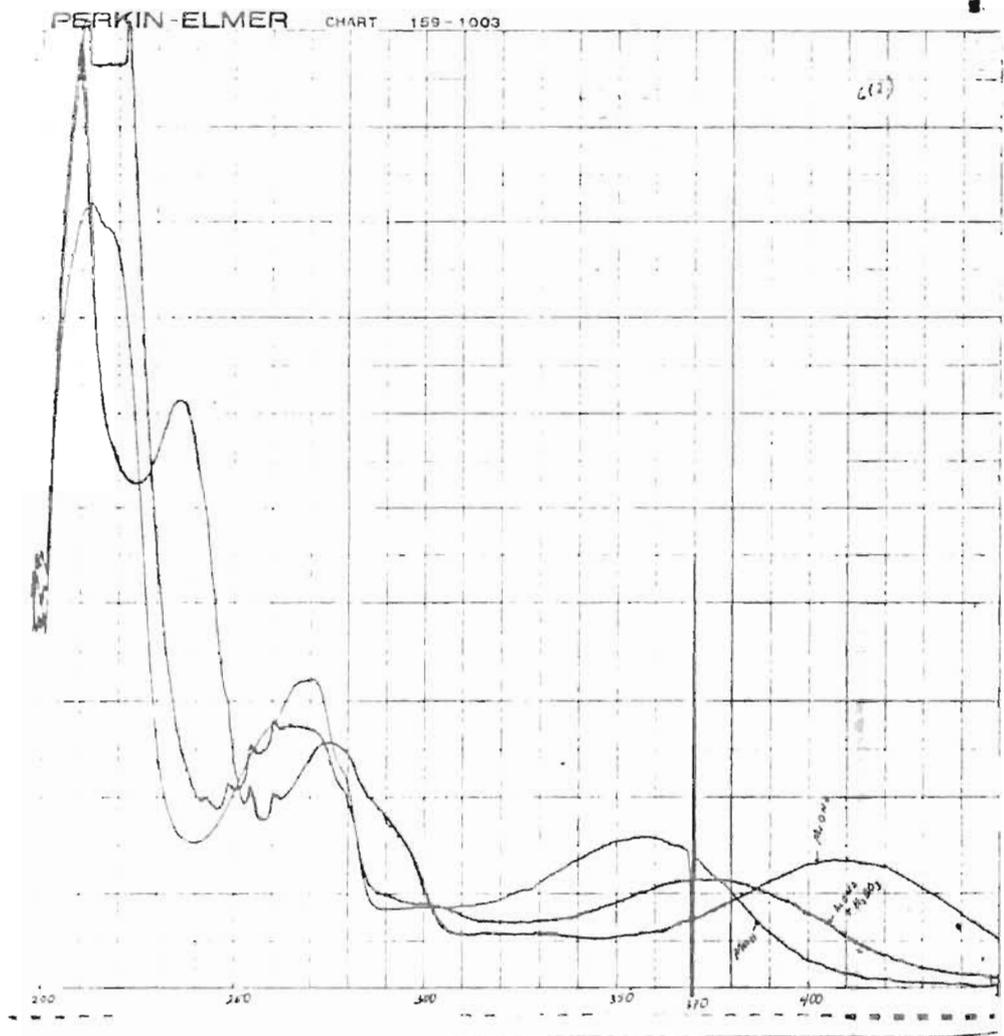
ESPECTRO N° 7



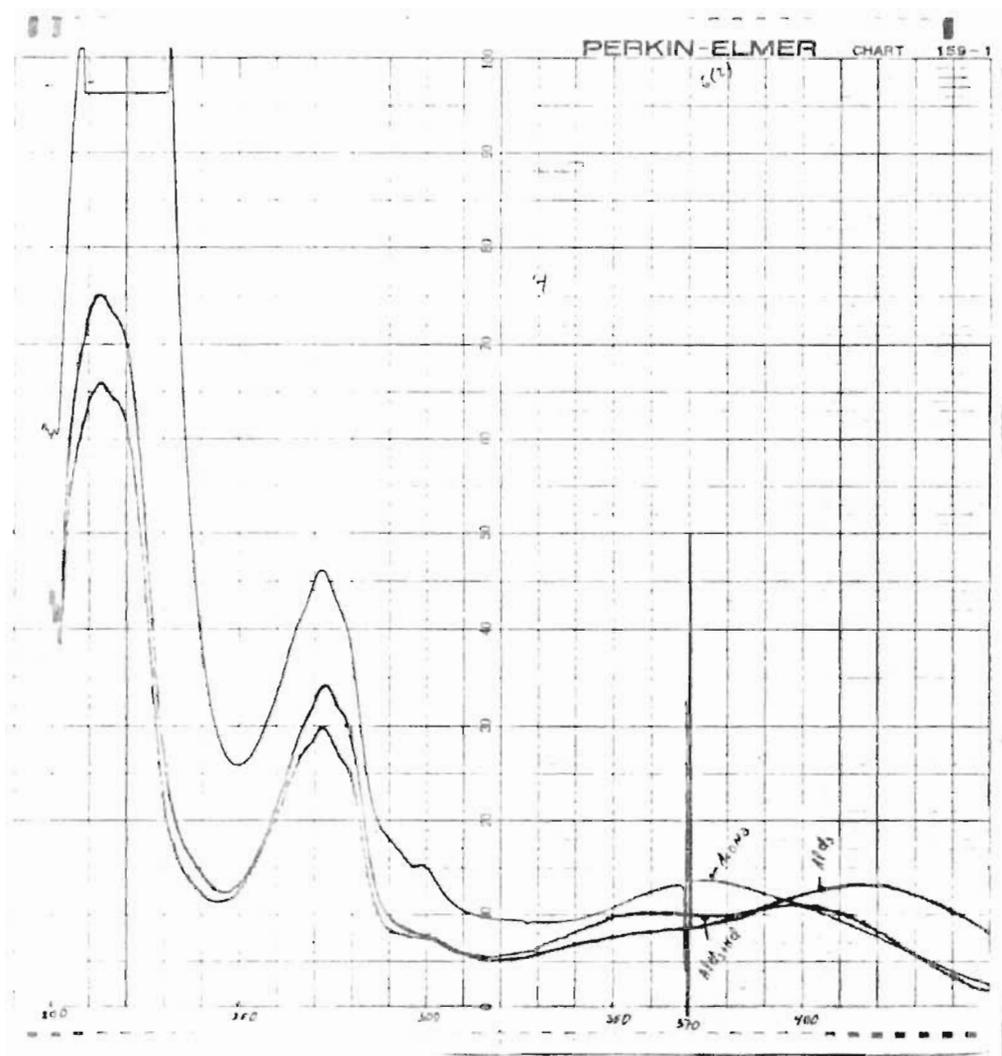
ESPECTRO Nº 9



ESPECTRO Nº 9



ESPECTRO Nº 10



ESPECTRO Nº 10

C U A D R O No.1

| <u>Extracto</u> <u>Acetato de Etilo</u> | <u>Luz</u> <u>Visible</u> | Luz Visible NH ₃ | <u>Luz Ultra</u> <u>violeta</u> | <u>Luz U1</u> <u>travioleta</u> <u>NH₃</u> |
|--|------------------------------|-----------------------------|------------------------------------|---|
| 1 | 1 | A | V-A | V-A |
| 2 | 1 | 1 | C | C |
| 3 | 1 | A | C-A | V-A |
| 4 | 1 | 1 | C | C |
| 5 | 1 | 1 | Az | Az |
| 6 | - | - | - | - |
| 7 | 1 | 1 | C | C |
| 8 | 1 | 1 | Az | Az |
| 9 | 1 | 1 | C | C |
| 10 | A | A | 0 | 0 |

A- Amarillo

C- Celeste

Az-Azul

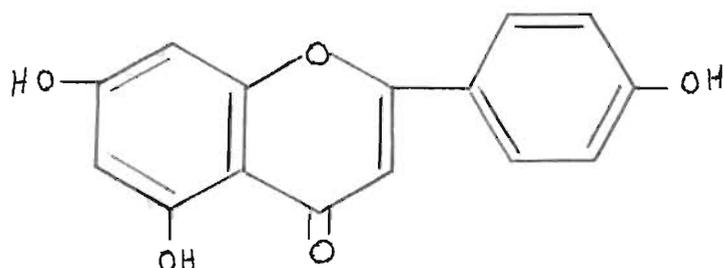
1 - Incoloro

V-A Verde Amarillo

0 - Oscuro

C O N C L U S I O N

Las flores de Tecoma stans (San Andrés), contienen muchos Flavonoides de los cuales a uno de ellos se le determinó su estructura por espectroscopía visible ultravioleta, y comparando con los datos espectrales dados por Mabry, se concluyó que corresponde a la Apigenina cuya fórmula se esquematiza como sigue:



Se comprobó que la mayor parte de flavonoides se solubilizaron en Acetato de etilo, donde se encontró el mayor número de ellos; luego fue comprobado que las reacciones de caracterización específicas para flavonoides son positivas, y la cromatografía en capa fina es de gran utilidad para la separación de ellos, ya que permite que sean evidenciados más rápidamente.

Con respecto a los demás flavonoides aislados no fue posible identificar sus estructuras, pero analizando los R_f y color de las manchas en la cromatografía bidimensional, se asignan los núcleos básicos de los demás flavonoides.

Es de hacer notar que los flavonoides pueden ser analizados en solución como en forma de cristales.

En este trabajo los flavonoides fueron estudiados en solución, por aislarse en pequeñas cantidades.

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

- 1.- Alston, R.E.T.J.Mabry
y B.L. Turner, 1963
Perspectives in chemotaxonomic
Science 142 (3992): 542-552.
- 2.- BATE-SMITH, E.C. 1963
Usefulness of Chemistry in plant
Taxonomic, as illustrated by the -
Flavonoid constituents in: Chemical
plants Taxonomic. Ed. T. Swain - Academic
Press London y N.Y.
- 3.- BIRCH. A.J. 1962
Biosíntesis of Flavonoids and Antocyanins in: the chemistry of flavonoid compounds ed. T.A. Geissman. -
The MacMillan Company N.Y. 1962
- 4.- DE LA SOTA ELIAS R.
La Taxonomía y Revolución de las Ciencias Biológicas. 8a. Edición 1971
- 5.- DOMINGUEZ X.A.
Métodos de Investigación Fitoquímica
Editorial Limusa, México 1 Ed. 1973.
- 6.- ERDTMAN, H. 1963
Some Aspects of Chemotaxonomic in:
Chemical plant taxonomy. Ed. T. Swain
Academic Press London. N.Y.
- 7.- GEISSMAN, T.A. 1962
The occurrence of Flavonoids compounds
in: Nature in: The Chemistry of flavonoids compounds. Ed. T.A. Geissman
The MacMillan Company New York
- 8.- GIBBS, R.D. 1963
History of Chemical Taxonomy in: Chemical plant taxonomy. Ed. Swain Academic Press. London and New York.

- 9.- GRIPEMBERG. T. 1962 Flavones in the Chemistry of Flavonoid Compounds. ed.T.A. Geissman the MacMillan Company. N.Y.
- 10.- GRIESEBACH H. 1968 Raun Investigations on the Biosintesis of Flavonoide in recent advances in Phytochemistry, ed. J.J. Mabry it al Appleton Century Crofts N.Y.
- 11.- HATTORI, S 1962 Glycosides of Flavones and Flavonols in: The Chemistry of Flavonoid Pigments. Ed. T.A. Geissman. The MacMillan Company, N.Y.
- 12.- HARBORNE J.B. 1964. Phenolic Glycosides and their natural distribución en Biochemistry of Flavonoid - compounds ed. J.B.Harborne. Academic Press London and. N.Y.
- 13.- LAGOS, J.A. Compendio de Botánica Sistemática 1973.
- 14.- MABRY, T.J. 1969 The Ultravioleta and Nuclear Magnetic Resonance Analisis of Flavonoids in Perspectives in Phytochemistry:ed,J.B. Harborne and T.Swain Academic Press London and.N.Y.
- 15.- MABRY.J.J.K.R. MARKHAM y M.B. THOMAS 1970 The Systematic, Identification of Flavonoids Springer-Verlag Berlin Heildelberg.N.Y.
- 16.- ROVELO BATRES R.A Comunicación Personal

- 17.- SEIKEL, M.K. 1964 Identification de Phenolic Compounds in: Biochemistry of Phenolic compounds Ed.J.B. Harbone Academic Press London - and New York.
- 18.- SESHADRI, T.R.1962 Isolation de Flavonoid Compounds From plant materials in: The Chemistry of Flavonoid Compounds. Ed.T.A.Geissman.The MacMillan Company-New York.
- 19.- SHE MOKORIYAMA M. 1962 . . . Flavone, Chalcones, and Aurones in: The Chemistry of Flavonoid Compounds Ed.T.A. Geissman- The MacMillan Company New York.
- 20.- STHAL, E. Thin Layer Cromatography, Springer-Verlag Berlin Heildelberg N.Y. 1969.
- 21.- SWAIN, I. 1965. Analytical methods for Flavonoids in: Che_mistry and Biochemistry of plant pigments. Ed. T.W.Goodwin-Academic Press. London and New York.
- 22.- WALTERS, S.M. 1963 Methods of classical plant Taxonomy ed. T.Swain, Academic Press. London and.New York.