

Bol. inst. quim. univ. nal. autón. Méx. XVII, págs. 68-75 (1965).

## ESTUDIO DE LA *FLOURENSIA RESINOSA*.

*H. Estrada, Eva Estrada y L. Maya.*

Contribución No. 198 del Instituto de Química.

Recibido, 3 junio, 1964.

De la fracción neutra del extracto etéreo de *Flourensia resinosa*\* se aislaron por cromatografía, dos hidrocarburos que no se estudiaron,  $\beta$ -sitosterol y dos triterpenos; el primero se identificó como 11-ceto-epi-lupeol y el segundo no se pudo identificar debido a su escasa cantidad; finalmente se obtuvo un sesquiterpeno que se identificó como criptomeridiol.\*\* (1)

### PARTE EXPERIMENTAL\*\*\*

El extracto etanólico de 10 Kg de hojas y ramas molidas de *Flourensia resinosa* (2.1 Kg) se extrajo con éter, obteniéndose 970 g de residuo que se hirvió a reflujo durante 3 hs. con 2 l de KOH al 20% en metanol. Se vertió en agua y la fracción neutra extraída con éter, pesó 340 g. En 3 Kg de alúmina se cromatografiaron 93 g de este residuo. De las fracciones 2 a 5 eluidas con hexano, se obtuvieron 250 mg del primer hidrocarburo, p. f. 33-35°; de las fracciones 6 a 8 también eluidas con hexano se obtuvieron 800 mg del segundo hidrocarburo, p. f. 54-56°. De las fracciones 61 a 63 eluidas con benceno-éter

\* Agradecemos al Ing. Ernesto Sánchez Paulín el habernos proporcionado la planta y al Dr. Faustino Miranda la clasificación botánica de la misma.

\*\* Agradecemos al Dr. M. Sumimoto de la Universidad de Kyushu, Fukuoka, Japón, el habernos suministrado una muestra auténtica de criptomeridiol.

\*\*\* Ver nota en la pág. 3.

(1) M. Sumimoto, H. Ito, H. Hirai y K. Wada, *Chem. and Ind.*, 780 (1963).

9-1, se obtuvieron 475 mg de  $\beta$ sitosterol. De las fracciones 64 a la 67 también eluidas con benceno-éter 9-1, se obtuvieron 1.64 g de triterpenos (p. f. 198-204°) (Fracción A). De las fracciones 101 a la 114 eluidas con éter, se obtuvieron 1.81 g de criptomeridiol.

*11-Ceto-epi-lupeol.*

La fracción "A" se cromatografió en 180 g de alúmina, eluyendo con benceno-éter 9-1; se obtuvieron primero, 1.3 g de 11-ceto-epi-lupeol

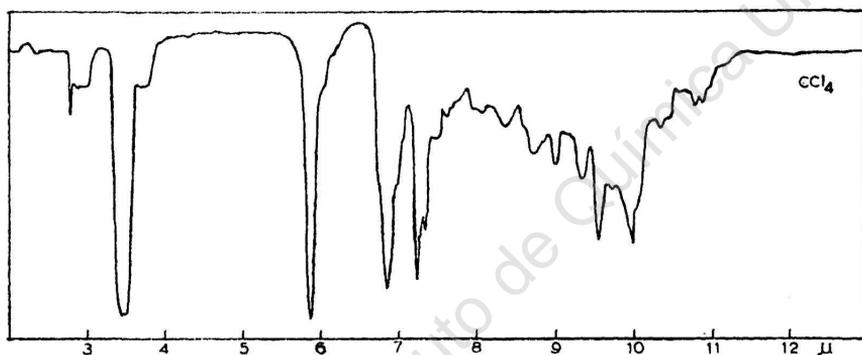


Fig. 1

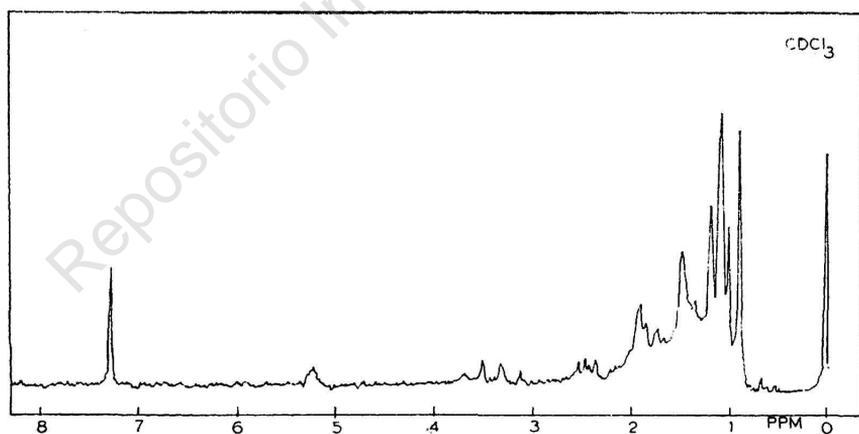


Fig. 2

I, cuya identificación se describe más adelante. Después, se obtuvieron 45 mg de un triterpeno que recristalizado de cloroformo-metanol mostró p. f. 190-192°;  $[\alpha]_D^{20} + 100.8^\circ$ ; le corresponde una dispersión rotatoria en dioxano (C, 0.1) de  $[\alpha]_{400} + 110$ ,  $[\alpha]_{350} + 300$ ,  $[\alpha]_{320} + 526$ ,  $[\alpha]_{315} + 612$ ,  $[\alpha]_{310} + 620$ ,  $[\alpha]_{305} + 687$ ,  $[\alpha]_{300} + 687^*$ . I. R. Fig. 1; rmn Fig. 2. No se investigó más este triterpeno.

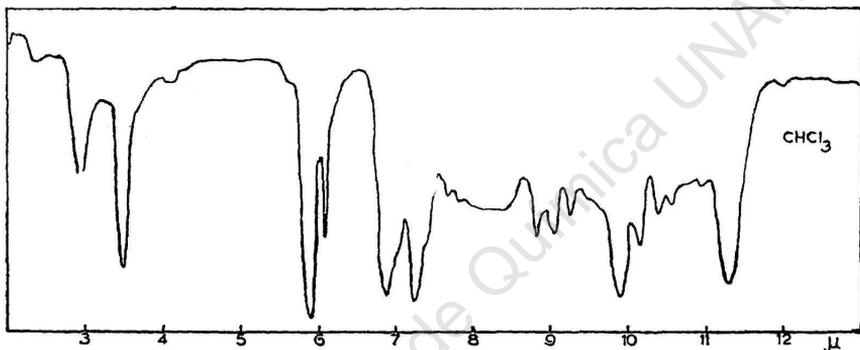


Fig. 3

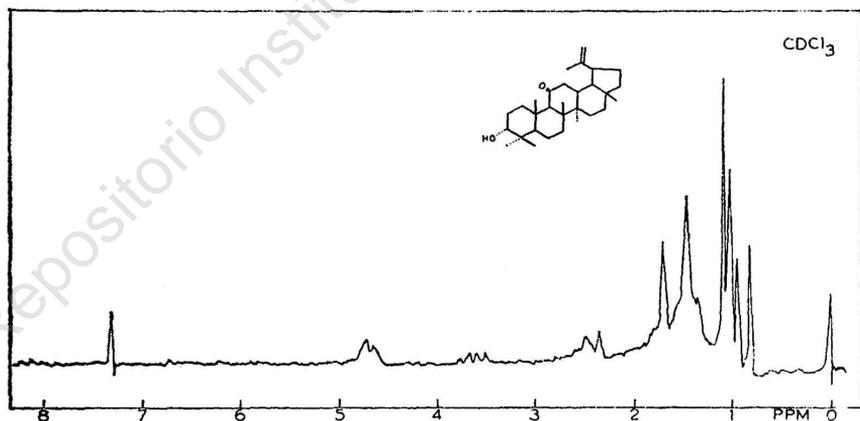


Fig. 4

\* Agradecemos al Sr. Erlin Alva del Departamento de Espectroscopía de los Laboratorios Syntex, S. A., las determinaciones de dispersión rotatoria.

El 11-ceto-epi-lupeol mostró p. f. 208° (recristalizado de cloroformo-metanol o de cloroformo-hexano),  $[\alpha]_D^{25} + 34.7^\circ$ ; dispersión rotatoria en dioxano (C, 0.0645 g)  $[\alpha]_{700} + 100.9^\circ$ ,  $[\alpha]_{500} + 162.9^\circ$ ,  $[\alpha]_{400} + 198.5^\circ$ ,  $[\alpha]_{380} + 263.5^\circ$ ,  $[\alpha]_{312.5} + 756^\circ$ ,  $[\alpha]_{310} + 906^\circ$ ,  $[\alpha]_{307.5} + 786^\circ$ ; I. R. Fig. 3; rnm Fig. 4.

Anál Calc. para  $C_{30}H_{48}O_2$ : C, 81.76; H, 10.98; O, 7.26  
Encontrado: C, 81.96; H, 11.94; O, 7.04

El acetato es un sólido blanco con p. f. 103-105°;  $[\alpha]_D^{25} + 58.6^\circ$ .

### *Epi-lupeol*

Se redujeron por Wolf Kishner 190 mg del acetato anterior y después de cromatografiar al producto en 20 mg de alúmina, se obtuvo de benceno-hexano 50-50, una sustancia que recristalizada de acetona mostró p. f. 201-202°,  $[\alpha]_D^{25} + 20.7$ ; I. R. Fig. 5.

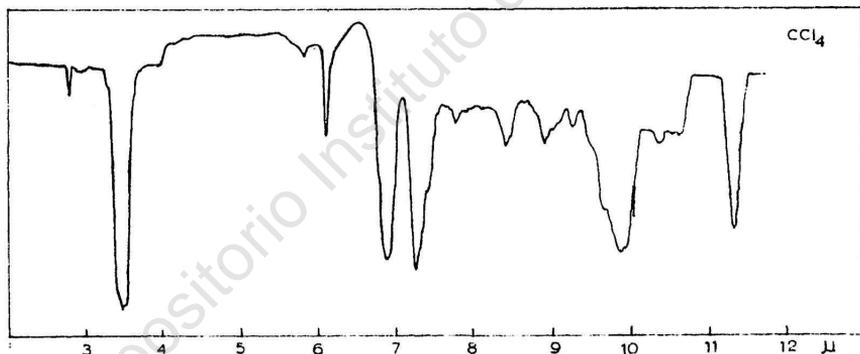


Fig. 5

### *Lupeona.*

Al oxidar 50 mg de epi-lupeol con  $CrO_3$  en piridina, se obtuvo un producto con p. f. 172-173° que no dio depresión al mezclarlo con una muestra de lupeona auténtica y sus espectros en el infrarrojo fueron idénticos (Fig. 6).

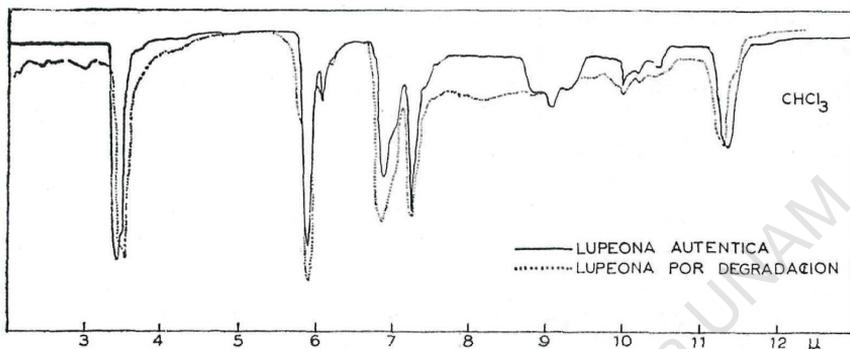


Fig. 6

*11-Ceto-lupeona.*

Se oxidaron 100 mg de 11-ceto-epi-lupeol con  $\text{CrO}_3$  en piridina. Se obtuvo un producto que mostró p. f.  $178-180^\circ$   $[\alpha]_D^{20} + 71.6^\circ$ ; I. R. Fig. 7. Forma una mono-2,4-dinitrofenilhidrazona amarilla, p. f.  $128-130^\circ$ .

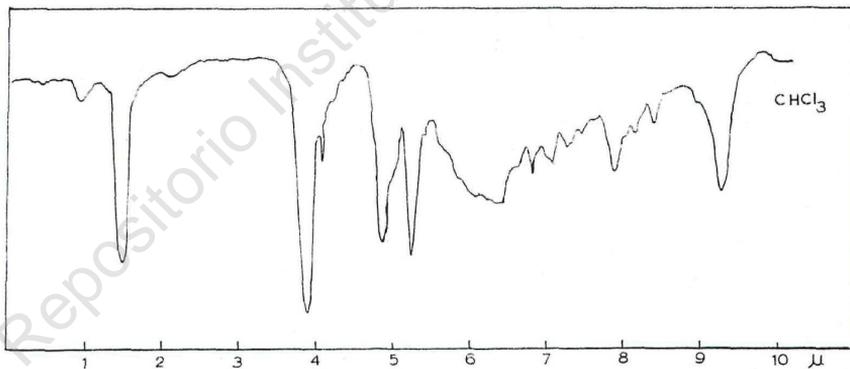


Fig. 7

*Criptomeridiol*

El producto obtenido, con p. f.  $138^\circ$  (recristalizado de cloroformo-hexano), mostró  $[\alpha]_D^{25} - 45.8^\circ$ ; I. R. Fig. 8, rmn Fig. 9.

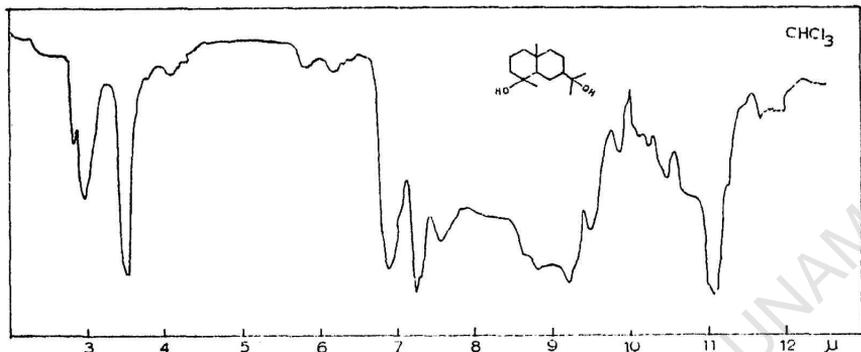


Fig. 8

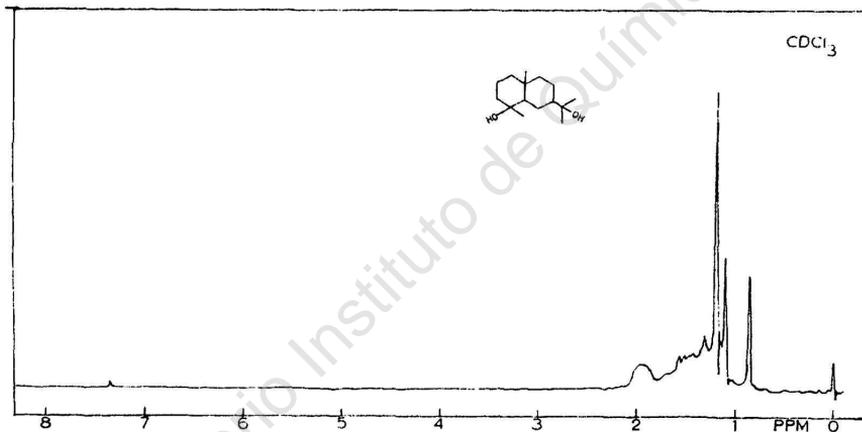


Fig. 9

Anál. Calc. para  $C_{15}H_{28}O_2$ : C, 74.95; H, 11.74; O, 13.31

Encontrado:

C, 74.62; H, 11.56; O, 13.74

Este compuesto se comparó con una muestra de criptomerediol y resultó ser idéntica.

Por deshidrogenación con paladio al 10% en carbón, calentado a  $325^\circ$ , se obtuvo un aceite que después de purificarlo por cromatografía, mostró en la rnm señales a 0.87 (3 H, metilo), 1.12 (3H, metilo) 1.22 (6 H, metilo) y un múltiple de 1.3 a 2.1 ppm equi-

valente a 14 H de metilenos y alcoholes que no se pudieron diferenciar (Fig. 10), que se caracterizó como eudaleno a través de sus aductos con ácidos pícrico y estifínico cuyos puntos de fusión corresponden con los que se encuentran reportados en la literatura.

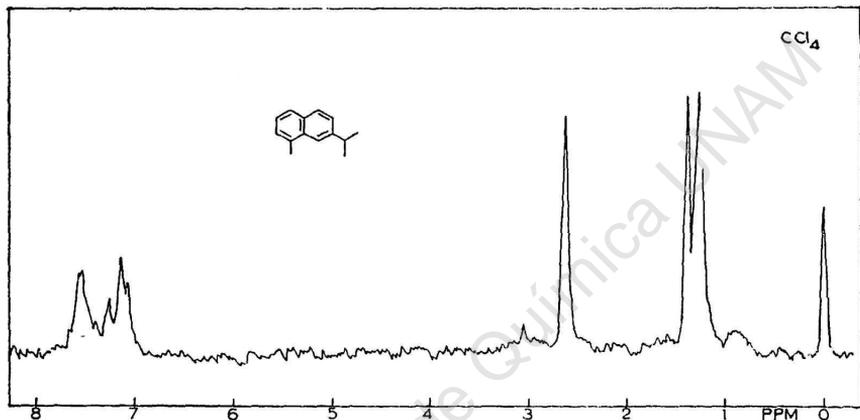


Fig. 10

*Deshidratación del criptomeridiol.* A una solución del producto (500 mg) disuelto en piridina (5 ml) enfriada a 5° se le agregó oxícloruro de fósforo (5 ml). Después se calentó lentamente hasta la temperatura del baño de vapor, se vertió en agua, se extrajo con eter

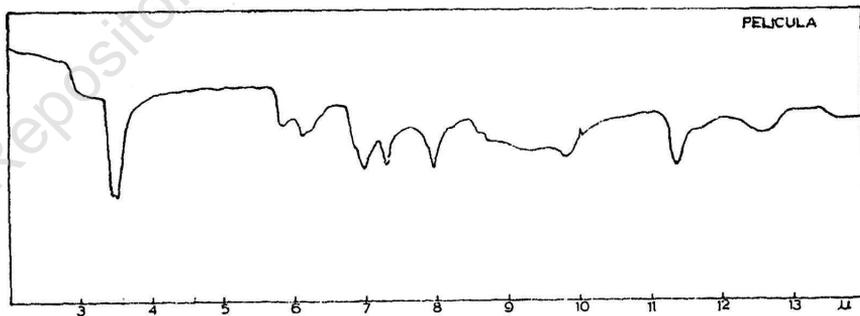


Fig. 11

y se evaporó. El residuo se cromatografió en fase de vapor, en un aparato Aerograph A-700. Se usó una columna APO6, de 6 m x 9 mm; los primeros 3 m empacados con Apiezon L en Chromosorb W y los otros 3 m con silicón SE-30 en Chromosorb W, al 30%. Temperatura de columna 250°, detector, 300°; inyector, 225°; flujo, 150 ml. He/por minuto, muestra, 50  $\mu$ l. Se obtiene un dieno; rmn Fig. 11; I. R. (Fig 12).

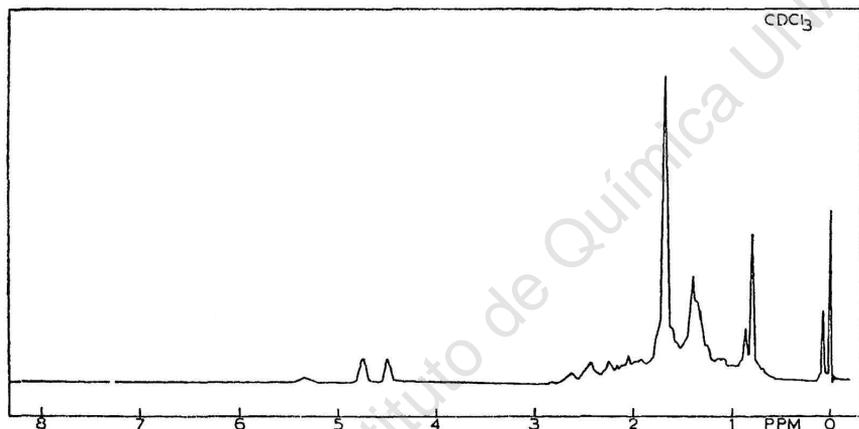


Fig. 12

### SUMMARY

The following components of the neutral fraction of the extract of *Flourensia resinosa* have been isolated: two long chain hydrocarbons, an as yet unidentified triterpene hydrocarbon, cryptomeridiol,  $\beta$ -sitosterol and 11-ceto-epi-lupeol. The last named has not been previously identified and characterized.